

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 389 665**

51 Int. Cl.:

C07F 7/10 (2006.01)

C08F 4/654 (2006.01)

C08F 10/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06766423 .5**

96 Fecha de presentación: **26.05.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1908767**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.04.2008**

54 Título: **Compuestos aminosilánicos, componentes catalíticos y catalizadores para la polimerización de olefinas, y procedimiento para la producción de polímeros olefínicos con los mismos**

30 Prioridad:
31.05.2005 JP 2005158823
31.05.2005 JP 2005158826

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
30.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
30.10.2012

73 Titular/es:
TOHO TITANIUM CO., LTD. (100.0%)
3-5, CHIGASAKI 3-CHOME,
CHIGASAKI-SHI, KANAGAWA, JP

72 Inventor/es:
HOSAKA, MOTOKI;
YANO, TAKEFUMI;
SATO, MAKI y
KIMURA, KOHEI

74 Agente/Representante:
CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 389 665 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Compuestos aminosilánicos, componentes catalíticos y catalizadores para la polimerización de olefinas, y procedimiento para la producción de polímeros olefínicos con los mismos

CAMPO TÉCNICO

5 La presente invención propone un nuevo compuesto aminosilánico, particularmente un nuevo compuesto de organosilicio que no incluye un enlace Si-OR que era indispensable como componente catalítico de la polimerización de olefinas usado en tecnologías generales; un componente catalítico y un catalizador para la polimerización de olefinas, en el que se usa el compuesto aminosilánico; y un procedimiento para producir polímeros olefínicos usando el componente catalítico y el catalizador.

10 ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA

En la técnica se conoce un componente catalítico sólido que contiene magnesio, titanio, un compuesto dador de electrones y un halógeno como componentes esenciales usados para la polimerización de olefinas tales como propileno. Se ha propuesto un gran número de métodos para polimerizar o copolimerizar olefinas en presencia de un catalizador para la polimerización de olefinas que comprende el componente catalítico sólido anterior, un compuesto de organoaluminio y un compuesto de organosilicio. Por ejemplo, el Documento 1 de Patente (JP-A-57-63310) y el Documento 2 de Patente (JP-A-57-63311) proponen un método para polimerizar olefinas con tres o más átomos de carbono en el que se usa un catalizador que comprende una combinación de un compuesto de magnesio, un compuesto de titanio y un compuesto de organosilicio que tiene un enlace Si-O-C. Sin embargo, debido a que estos métodos no son necesariamente satisfactorios para producir polímeros muy estereorregulares con rendimiento elevado, se ha deseado una mejora de estos métodos.

El Documento 3 de Patente (JP-A-63-3010) propone un catalizador y un método para polimerizar propileno. El catalizador comprende un componente catalítico sólido, obtenido procesando un polvo producido a partir de un dialcoximagnesio, un diéster de ácido dicarboxílico aromático, un hidrocarburo aromático, y un haluro de titanio con calor, un compuesto de organoaluminio, y un compuesto de organosilicio.

25 El Documento 4 de Patente (JP-A-1-315406) propone otro catalizador para la polimerización de olefinas, y un método para polimerizar olefinas en presencia de este catalizador. El catalizador para la polimerización de olefinas comprende un componente catalítico sólido preparado haciendo que un líquido en suspensión que contiene dietoximagnesio y un alquilbenceno entre en contacto con tetracloruro de carbono, haciendo reaccionar el líquido en suspensión con cloruro de ácido ftálico, y haciendo que el producto sólido resultante entre en contacto con tetracloruro de titanio en presencia de un alquilbenceno, un compuesto de organoaluminio y un compuesto de organosilicio.

En el documento EP 0 578 470 A2 se describe un procedimiento para preparar poliolefinas con una densidad aparente elevada, un tamaño de partículas relativamente grande, y una distribución estrecha de tamaños de partículas. Para dicho procedimiento, se usa un catalizador que comprende un óxido de silicio y/u óxido de aluminio, un haluro de magnesio, un compuesto de titanio, un compuesto de organoaluminio y un compuesto de silicio. Dicho compuesto de silicio puede ser compuestos aminosilánicos en los que los grupos amino son grupos amino exclusivamente terciarios.

Tanto en M. L. Ferreira et al., Macromol. Chem. Phys. 2001, 202, 830 como en P. G. Belelli et al., Curr. Trends Polym. Sci. 2000, 5, 79 se describe (dimetilamino)trimetilsilano como un aditivo para influir sobre la actividad catalítica de catalizadores metalocénicos soportados y no soportados, y sobre los pesos moleculares resultantes.

El documento JP 2003 231711 A se refiere a un método para estabilizar resinas de poliolefinas, así como a la síntesis de dichas resinas de poliolefinas. Como aditivo para el catalizador de olefinas a base de titanio, se describe anilino-trimetilsilano.

45 Todas las tecnologías generales descritas anteriormente han obtenido ciertos resultados a la hora de mejorar la actividad catalítica hasta el grado de permitir el suministro con una etapa de eliminación de cenizas para eliminar restos catalíticos tales como cloro y titanio procedentes de los polímeros formados, mejorando el rendimiento de polímeros estereorregulares, y mejorando la durabilidad de la actividad catalítica durante la polimerización. Sin embargo, existe una demanda de mejora continuada de tal catalizador.

50 Los polímeros producidos usando estos catalizadores se usan en una variedad de aplicaciones que incluyen productos formados tales como vehículos y aparatos eléctricos domésticos, recipientes, y películas. Estos productos se fabrican fundiendo polvos poliméricos producidos mediante polimerización, peletizando el polímero fundido, y conformando los peletes en productos usando diversos moldes. A la hora de fabricar productos formados, particularmente grandes productos mediante moldeo por inducción o similar, algunas veces es necesario que los polímeros fundidos tengan una fluidez elevada (velocidad de flujo del fundido: MFR). En particular, con el fin de reducir costes en la fabricación de un copolímero de bloques enormemente funcional a usar como material para vehículos, en un método para producir un copolímero en una cantidad necesaria justamente para obtener un

5 elastómero termoplástico a base de olefina (en lo sucesivo denominado como "TPO") en un reactor de polimerización, y obtener el TPO directamente en el reactor de polimerización sin añadir un copolímero producido separadamente, esto es, en la denominada "fabricación de un TPO hecho en el reactor mediante polimerización directa", se demanda una velocidad de flujo del fundido de 200 en una etapa de homopolimerización a fin de producir un producto acabado con una velocidad de flujo del fundido elevada y asegurar un moldeo por inyección fácil. Se ha llevado a cabo un gran número de estudios para aumentar la velocidad de flujo del fundido a la vez que se mantiene una estereorregularidad elevada del polímero.

10 La velocidad de flujo del fundido depende enormemente del peso molecular de los polímeros. En la industria, generalmente se añade hidrógeno como regulador del peso molecular para los polímeros durante la polimerización de propileno. En este caso, habitualmente se añade una gran cantidad de hidrógeno para producir polímeros de bajo peso molecular que tienen una velocidad de flujo del fundido elevada. Sin embargo, la cantidad de hidrógeno que se puede añadir está limitada debido a que la resistencia del reactor a la presión está limitada en aras de la seguridad.

15 A fin de añadir una mayor cantidad de hidrógeno en la polimerización en fase de vapor, se ha de disminuir la presión parcial de los monómeros a polimerizar, dando como resultado una disminución de la productividad. El uso de una gran cantidad de hidrógeno también provoca un problema de coste. Como método para resolver este problema, el documento 5 de patente (WO 2004-16662) propone un método para producir un polímero que tiene una velocidad de flujo del fundido elevada y una estereorregularidad elevada usando un compuesto mostrado mediante la fórmula $\text{Si}(\text{OR}^1)_3(\text{NR}^2\text{R}^3)$ como componente catalítico para la polimerización de olefinas.

20 Sin embargo, debido a que estos métodos no son necesariamente satisfactorios para resolver básicamente los problemas anteriores de producción de TPO mediante polimerización directa, se ha deseado una mejora de estos métodos.

(Documento 1 de Patente) JP-A-57-63310 (Reivindicaciones)

(Documento 2 de Patente) JP-A-57-63311 (Reivindicaciones)

(Documento 3 de Patente) JP-A-63-3010 (Reivindicaciones)

25 (Documento 4 de Patente) JP-A-1-315406 (Reivindicaciones)

(Documento 5 de Patente) WO 2004-16662 (Reivindicaciones)

E. A. Semenova et al., Bull. Acad. Sci. USSR, Chem. Sci. 1962, 11, 1945 describen la reacción de dialquildicloro- y alquildiclorosilanos con metilamina para dar como resultado alquilaminosilanos. El documento sólo describe grupos metilo, etilo y fenilo como sustituyentes para el átomo de silicio.

30 R. Herbst-Irmer et al., Phosphorous, Sulfur and Silicon 1996, 112, 185 se refieren a la síntesis de ciclodifosfazanos. Los aminosilanos neutros y sus sales de litio se describen como compuestos intermedios.

En H.-J. Rakebrandt y U. Klingenbiel, Z. anorg. allg. Chem. 1997, 623, 1264 se describen compuestos cíclicos que comprenden silicio junto con nitrógeno, estaño y boro, respectivamente. Como compuestos intermedios, se describen aminosilanos y sus sales de litio.

35 Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un compuesto aminosilánico, un componente catalítico, y un catalizador para la polimerización de olefinas capaz de mantener de forma excelente la estereorregularidad y producción del polímero, capaz de producir polímeros de olefinas que tienen una velocidad de flujo del fundido elevada con una cantidad dada de hidrógeno (excelente respuesta de hidrógeno), y un método para producir un polímero olefínico usando el componente catalítico o el catalizador.

40 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

En tales circunstancias, los inventores de la presente invención han llevado a cabo una intensa investigación. Como resultado, se ha descubierto un nuevo compuesto de alquilaminosilano que tiene un grupo amino secundario, pero ningún enlace Si-OR, y se ha encontrado que este compuesto no ha sido conocido como un componente catalítico útil para la polimerización de olefina (aunque se han conocido muchos compuestos de organosilicio que tienen dos o más enlaces Si-OR como componentes catalíticos industriales para la polimerización de olefinas, no se han conocido tales compuestos de alquilaminosilano), y que un catalizador formado a partir de un componente catalítico sólido que comprende magnesio, titanio, un halógeno, y un compuesto dador de electrones, un compuesto de organoaluminio, y el nuevo compuesto de alquilaminosilano que tiene una estructura específica es más adecuado que los catalizadores habitualmente conocidos como catalizador para la polimerización de olefinas. Estos hallazgos han conducido a obtener la presente invención.

Específicamente, la invención (1) proporciona un compuesto aminosilánico representado mediante la siguiente fórmula (1),



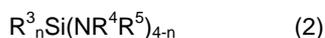
en la que R^1 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 3 a 5 átomos de carbono o un grupo ciclopentilo, siendo dos R^1 iguales o diferentes, y R^2 representa un grupo etilo.

La presente invención proporciona además un componente catalítico para la polimerización de olefinas representado mediante la siguiente fórmula (2),



en la que R^3 representa un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^4 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^5 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^5 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 y R^5 se pueden enlazar para formar un anillo; n es 0 o un número entero de 1 a 3; y al menos uno de los grupos NR^4R^5 es un grupo amino secundario.

15 La presente invención proporciona además un catalizador para la polimerización de olefinas formado de un compuesto aminosilánico representado mediante la siguiente fórmula (2) como componente esencial,



en la que R^3 representa un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^4 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^5 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^5 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 y R^5 se pueden enlazar para formar un anillo; n es 0 o un número entero de 1 a 3; y al menos uno de los grupos NR^4R^5 es un grupo amino secundario.

Además, la presente invención proporciona un procedimiento para producir un polímero olefínico, en el que la polimerización de una olefina se lleva a cabo en presencia del catalizador para la polimerización de olefinas.

El nuevo compuesto aminosilánico y el compuesto aminosilánico específico de la presente invención, cuando se usan como un componente catalítico para la polimerización de olefinas, pueden mantener una mayor estereorregularidad y rendimiento del polímero que los catalizadores usados habitualmente, y pueden producir un polímero que tiene una velocidad de flujo del fundido elevada con una pequeña cantidad de hidrógeno añadido (en lo sucesivo denominado "respuesta de hidrógeno"). Por lo tanto, dada la capacidad de reducir la cantidad de hidrógeno usada para la polimerización y dada la elevada actividad catalítica, se espera que el catalizador produzca no sólo poliolefinas para uso habitual a un coste bajo, sino que también sea útil en la fabricación de polímeros olefínicos que tengan funciones elevadas.

BREVE DESCRIPCIÓN DEL DIBUJO

La Figura 1 es un diagrama de flujo que muestra un procedimiento para preparar el componente catalítico y el catalizador de la polimerización de la presente invención.

40 MEJOR MODO PARA LLEVAR A CABO LA INVENCION

Como ejemplos del nuevo compuesto aminosilánico de la presente invención, se pueden proporcionar los compuestos representados mediante la fórmula (1) mencionada anteriormente, y como ejemplos de los mismos se pueden proporcionar bis(etilamino)diciclopentilsilano y bis(etilamino)diisopropilsilano.

Se explica el procedimiento para sintetizar el compuesto aminosilánico de la invención. Un aminocompuesto primario, tal como metilamina o etilamina, en un disolvente, se prepara en un matraz en una atmósfera de gas inerte. Como disolvente, se puede mencionar un éter cíclico, un éter dialquílico, tolueno, o una mezcla de estos disolventes. La disolución preparada en el matraz se enfría hasta -50 a 10°C, y se añade gota a gota una disolución etérea de un reactivo de Grignard comercialmente disponible en una cantidad equimolar al aminocompuesto primario, o una disolución de alquil-litio en un hidrocarburo en una cantidad equimolar al aminocompuesto primario, a la disolución enfriada del aminocompuesto primario, usando un embudo de goteo mientras se agita.

Después de terminar la adición gota a gota, la temperatura se incrementa gradualmente y la reacción se lleva a cabo durante varias horas a una temperatura de 40°C o superior. En esta reacción, uno de los átomos de hidrógeno de la amina primaria se convierte en Mg o Li para formar una sal metálica respectiva, que está en un estado en suspensión en la mayoría de las situaciones. Seguidamente, se disuelve un compuesto dialcoxidialquilsilánico (en lo

sucesivo compuesto DADAS) en un disolvente y se añade a un matraz equipado con un agitador en una atmósfera de gas inerte. La disolución se enfría hasta -50 a 10°C . Como ejemplos del disolvente para disolver el compuesto DADAS, se puede mencionar un éter cíclico, un éter dialquílico, y tolueno. Seguidamente, mientras se agita la disolución del compuesto DADAS, se le añade gota a gota en una atmósfera de gas inerte la suspensión de la sal metálica de amina primaria preparada anteriormente. En este caso, la cantidad de la sal metálica de amina primaria se ajusta al doble del número de moles del compuesto DADAS. Después de terminar la adición gota a gota, la temperatura se incrementa gradualmente y la reacción se lleva a cabo durante varias horas a una temperatura de 40°C o superior. Después de la reacción, el componente sólido generado, que comprende un alcóxido metálico, se separa del disolvente filtrando en una atmósfera de gas inerte o mediante un procedimiento de separación centrífuga, el componente sólido se lava, y el líquido de lavado se añade a la porción de la disolución. El componente disolvente en la porción de la disolución se evapora a presión normal o a presión reducida en una atmósfera de gas inerte, y el producto de la reacción principal se purifica mediante destilación a presión reducida. Además de los disolventes de la reacción mencionados anteriormente, se pueden usar disolventes de hidrocarburos tales como ciclohexano, heptano, y hexano, y un disolvente mixto de los disolventes mencionados anteriormente. La estructura del compuesto aminosilánico obtenido se puede determinar mediante identificación usando un método de análisis bien conocido.

Como el componente catalítico para la polimerización de olefinas de la presente invención, se puede usar un compuesto representado mediante la fórmula (2) mencionado anteriormente. El compuesto aminosilánico es un compuesto que tiene un átomo de nitrógeno enlazado directamente a un átomo de silicio. En la fórmula (2), cuando n es 1 ó 2, R^3 es preferiblemente un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 12 átomos de carbono o un grupo cicloalquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 es preferiblemente un átomo de hidrógeno; y R^5 es preferiblemente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 3 átomos de carbono. También, en la fórmula (2), cuando n es 0, dos de los cuatro grupos NR^4R^5 son preferiblemente grupos dialquilamino, grupos perhidroquinolino, o grupos perhidroisoquinolino, y uno de los cuatro grupos NR^4R^5 es preferiblemente un grupo amino secundario en el que el R^4 es un átomo de hidrógeno. En la fórmula (2), el derivado cicloalquílico es un grupo cicloalquilo que tiene un sustituyente, y específicamente se pueden dar como ejemplos un grupo ciclopentilo sustituido con alquilo, un grupo ciclohexilo sustituido con alquilo y un grupo cicloheptilo sustituido con alquilo.

Como ejemplos del compuesto aminosilánico mostrado mediante la fórmula (2) mencionada anteriormente, se pueden citar (alquilamino)trialquilsilano, (alquilamino)dialquilocicloalquilsilano, (alquilamino)alquilocicloalquilsilano, (alquilamino)tricycloalquilsilano, (alquilamino)(dialquilo)alquilsilano, (alquilamino)(dialquilo)cicloalquilsilano, bis(alquilamino)dialquilsilano, bis(alquilamino)alquilocicloalquilsilano, bis(alquilamino)dicycloalquilsilano, bis(alquilamino)(dialquilo)alquilsilano, bis(alquilamino)(dialquilo)cicloalquilsilano, di(alquilamino)dialquilsilano, di(alquilamino)alquilocicloalquilsilano, di(alquilamino)dicycloalquilsilano, di(cicloalquilamino)dialquilsilano, di(cicloalquilamino)alquilocicloalquilsilano, di(cicloalquilamino)dicycloalquilsilano, tris(alquilamino)alquilsilano, tris(alquilamino)cicloalquilsilano, tri(alquilamino)alquilsilano, tri(alquilamino)cicloalquilsilano, tri(cicloalquilamino)alquilsilano, tri(cicloalquilamino)cicloalquilsilano, tetraquis(alquilamino)silano, tris(alquilamino)dialquilaminosilano, tris(cicloalquilamino)dialquilaminosilano, bis(dialquilo)bis(alquilamino)silano, dialquilaminotris(alquilamino)silano, bis(perhidroisoquinolin)bis(alquilamino)silano, bis(perhidroquinolin)bis(alquilamino)silano, bis(cicloalquilamino)bis(alquilamino)silano, tetra(alquilamino)silano, tri(alquilamino)dialquilaminosilano, tri(cicloalquilamino)dialquilaminosilano, di(dialquilo)di(alquilamino)silano, dialquilaminotri(alquilamino)silano, di(perhidroisoquinolino sustituido con alquilo)di(alquilamino)silano, di(perhidroisoquinolino sustituido con alquilo)di(alquilamino)silano, y di(cicloalquilamino)di(alquilamino)silano.

Entre estos compuestos, son más preferibles bis(alquilamino)dicyclopentilsilano, bis(alquilamino)diisopropilsilano, bis(alquilamino)di-*t*-butilsilano, bis(alquilamino)dicyclohexilsilano, bis(alquilamino)bis(decahidronaftil)silano, bis(alquilamino)ciclopentilciclohexilsilano, bis(perhidroisoquinolin)(alquilamino)alquilsilano, bis(perhidroquinolin)(alquilamino)alquilsilano, di(alquilamino)dicyclopentilsilano, di(alquilamino)diisopropilsilano, di(alquilamino)di-*t*-butilsilano, di(alquilamino)dicyclohexilsilano, di(alquilamino)di(decahidronaftil)silano, di(alquilamino)ciclopentilciclohexilsilano, di(alquilamino)ciclohexilthexilsilano, tetraquis(metilamino)silano, tris(alquilamino)alquilsilano, tris(alquilamino)cicloalquilsilano, bis(dialquilo)bis(alquilamino)silano, dialquilaminotris(alquilamino)silano, y bis(perhidroisoquinolin)bis(alquilamino)silano, siendo los compuestos aún más preferibles bis(alquilamino)dicyclopentilsilano, bis(alquilamino)diisopropilsilano, bis(alquilamino)di-*t*-butilsilano, bis(alquilamino)dicyclohexilsilano, bis(alquilamino)bis(decahidronaftil)silano, bis(alquilamino)ciclopentilciclohexilsilano, bis(perhidroisoquinolin)(alquilamino)alquilsilano, y bis(perhidroquinolin)(alquilamino)alquilsilano.

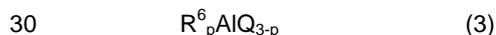
Ejemplos específicos del compuesto aminosilánico antes mencionado incluyen tris(metilamino)isopropilsilano, tris(metilamino)isobutilsilano, tris(metilamino)-*t*-butilsilano, tris(metilamino)ciclopentilsilano, tris(metilamino)ciclohexilsilano, tris(metilamino)vinilsilano, tris(etilamino)isopropilsilano, tris(etilamino)isobutilsilano, tris(etilamino)ciclopentilsilano, tris(etilamino)ciclohexilsilano, tris(etilamino)vinilsilano, tris(*n*-propilamino)isopropilsilano, tris(*n*-propilamino)isobutilsilano, tris(*n*-propilamino)ciclopentilsilano, tris(*n*-propilamino)ciclohexilsilano, tris(*n*-propilamino)vinilsilano, tris(isopropilamino)isopropilsilano, tris(isopropilamino)isobutilsilano, tris(isopropilamino)ciclopentilsilano, tris(isopropilamino)ciclohexilsilano, tris(isopropilamino)vinilsilano, tris(*n*-butilamino)isopropilsilano, tris(ciclopentilamino)isopropilsilano, tris(ciclohexilamino)isopropilsilano, tris(ciclohexilamino)benzilsilano, tris(ciclohexilamino)vinilsilano, bis(metilamino)(isobutilamino)isopropilsilano,

bis(metilamino)(isobutilamino)sec-butilsilano, bis(metilamino)(isobutilamino)isobutilsilano, bis(metilamino)-
 (isobutilamino)-t-butilsilano, bis(metilamino)(isobutilamino)hexilsilano, bis(metilamino)(isobutilamino)ciclopentilsilano,
 bis(metilamino)(isobutilamino)ciclohexilsilano, bis(metilamino)(isobutilamino)perhidronaftilsilano, bis(metilamino)-
 (isobutilamino)adamantilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)isopropilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)sec-
 5 butilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)isobutilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)t-butilsilano, bis(metilamino)(t-
 butilamino)-t-hexilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)ciclopentilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)ciclohexilsilano,
 bis(metilamino)(t-butilamino)perhidronaftilsilano, bis(metilamino)(t-butilamino)adamantilsilano, bis(metilamino)-
 divinilsilano, bis(metilamino)diisopropilsilano, bis(metilamino)diisobutilsilano, bis(metilamino)di-t-butilsilano,
 bis(metilamino)di-t-butilsilano, bis(metilamino)di-neopentilsilano, bis(metilamino)diciclopentilsilano,
 10 bis(metilamino)diciclohexilsilano, bis(metilamino)ciclopentilciclohexilsilano, bis(metilamino)didecahidronaftilsilano,
 bis(etilamino)divinilsilano, bis(etilamino)diisopropilsilano, bis(etilamino)diisobutilsilano, bis(etilamino)di-sec-butilsilano,
 bis(etilamino)di-t-butilsilano, bis(etilamino)diciclopentilsilano, bis(etilamino)diciclohexilsilano,
 bis(etilamino)didecahidronaftilsilano, bis(etilamino)ciclopentilciclohexilsilano, bis(etilamino)t-butilisobutilsilano,
 bis(etilamino)ciclohexilhexilsilano, bis(n-propilamino)divinilsilano, bis(n-propilamino)diisopropilsilano, bis(n-
 15 propilamino)diisobutilsilano, bis(n-propilamino)di-sec-butilsilano, bis(n-propilamino)di-t-butilsilano, bis(n-
 propilamino)di-neopentilsilano, bis(n-propilamino)diciclopentilsilano, bis(n-propilamino)diciclohexilsilano,
 bis(isopropilamino)divinilsilano, bis(isopropilamino)diisopropilsilano, bis(isopropilamino)diisobutilsilano,
 bis(isopropilamino)di-sec-butilsilano, bis(isopropilamino)di-t-butilsilano, bis(isopropilamino)di-neopentilsilano,
 bis(isopropilamino)diciclopentilsilano, bis(isopropilamino)diclohexilsilano, bis(isopropilamino)didecahidronaftilsilano,
 20 bis(isopropilamino)ditetrahidronaftilsilano, bis(isopropilamino)dibencilsilano, bis(isopropilamino)-
 isopropilciclopentilsilano, bis(isopropilamino)isobutilciclopentilsilano, bis(isopropilamino)ciclopentilciclohexilsilano,
 tetraquis(metilamino)silano, tetraquis(etilamino)silano, tetraquis(n-propilamino)silano, tetraquis(isopropilamino)silano,
 tetraquis(n-butilamino)silano, tetraquis(isobutilamino)silano, tetraquis(sec-butilamino)silano, tetraquis(n-
 hexilamino)silano, tris(metilamino)(etilamino)silano, tris(metilamino)(n-propilamino)silano,
 25 tris(metilamino)(isopropilamino)silano, tris(metilamino)(n-butilamino)silano, tris(metilamino)(sec-butilamino)silano,
 tris(metilamino)(t-butilamino)silano, tris(metilamino)(neo-pentilamino)silano, tris(metilamino)(di-4-
 metoxifenilamino)silano, tris(metilamino)(dietilamino)silano, tris(metilamino)(diisopropilamino)silano,
 tris(metilamino)(diisobutilamino)silano, tris(metilamino)(di-sec-butilamino)silano, tris(metilamino)(di-t-
 butilamino)silano, tris(metilamino)(perhidroisoquinolin)silano, tris(metilamino)(perhidroquinolin)silano,
 30 tris(metilamino)(diciclopentilamino)silano, tris(metilamino)(diciclohexilamino)silano, tris(metilamino)(t-
 butiletilamino)silano, tris(metilamino)(t-butil-n-propilamino)silano, tris(metilamino)(sec-butil-etilamino)silano,
 tris(metilamino)(sec-butilisopropilamino)silano, tris(etilamino)(metilamino)silano, tris(etilamino)(n-propilamino)silano,
 tris(etilamino)(isopropilamino)silano, tris(etilamino)(n-butilamino)silano, tris(etilamino)(sec-butilamino)silano,
 tris(etilamino)(t-butilamino)silano, tris(etilamino)(neo-pentilamino)silano, tris(etilamino)(dietilamino)silano,
 35 tris(etilamino)(diisopropilamino)silano, tris(etilamino)(diisobutilamino)silano, tris(etilamino)(di-sec-butilamino)silano,
 tris(etilamino)(di-t-butilamino)silano, tris(etilamino)(diciclopentilamino)silano, tris(etilamino)(diciclohexilamino)silano,
 tris(etilamino)(perhidroisoquinolin)silano, tris(etilamino)(perhidroquinolin)silano, tris(etilamino)(t-butiletilamino)silano,
 tris(n-propilamino)(metilamino)silano, tris(n-propilamino)(isopropilamino)silano, tris(n-propilamino)(t-butilamino)silano, tris(n-
 propilamino)(n-butilamino)silano, tris(n-propilamino)(sec-butilamino)silano, tris(n-propilamino)(ciclopentilamino)silano,
 40 tris(n-propilamino)(ciclohexilamino)silano, tris(n-propilamino)(dietilamino)silano, tris(n-
 propilamino)(diisopropilamino)silano, tris(n-propilamino)(diisobutilamino)silano, tris(n-propilamino)(di-t-
 butilamino)silano, tris(n-propilamino)(diciclopentilamino)silano, tris(n-propilamino)(di-ciclohexilamino)silano, tris(n-
 propilamino)(perhidroisoquinolin)silano, tris(n-propilamino)(perhidroquinolin)silano,
 45 bis(metilamino)bis(etilamino)silano, bis(metilamino)bis(n-propilamino)silano, bis(metilamino)bis(isopropilamino)silano,
 bis(metilamino)bis(n-butilamino)silano, bis(metilamino)bis(isobutilamino)silano, bis(metilamino)bis(sec-
 butilamino)silano, bis(metilamino)bis(t-butilamino)silano, bis(metilamino)bis(ciclopentilamino)silano,
 bis(metilamino)bis(ciclohexilamino)silano, bis(metilamino)bis(perhidroisoquinolin)silano, bis(metilamino)bis-
 (tetrahidroisoquinolin)silano, bis(metilamino)bis(perhidroquinolin)silano, bis(metilamino)bis(dietilamino)silano,
 50 bis(metilamino)bis(di-n-propilamino)silano, bis(metilamino)bis(diisopropilamino)silano, bis(metilamino)bis(di-n-
 butilamino)silano, bis(metilamino)bis(diisobutilamino)silano, bis(metilamino)bis(di-sec-butilamino)silano,
 bis(metilamino)bis(di-t-butilamino)silano, bis(metilamino)bis(diciclopentilamino)silano, bis(metilamino)bis-
 (diciclohexilamino)silano, bis(etilamino)bis(n-propilamino)silano, bis(etilamino)bis(isopropilamino)silano,
 bis(etilamino)bis(n-butilamino)silano, bis(etilamino)bis(isobutilamino)silano, bis(etilamino)bis(sec-butilamino)silano,
 bis(etilamino)bis(t-butilamino)silano, bis(etilamino)bis(ciclopentilamino)silano, bis(etilamino)bis(ciclohexilamino)silano,
 55 bis(etilamino)bis(perhidroisoquinolin)silano, bis(etilamino)bis(perhidroquinolin)silano, bis(etilamino)bis(ciclo-
 octametileneimino)silano, bis(etilamino)bis(dietilamino)silano, bis(etilamino)bis(di-n-propilamino)silano,
 bis(etilamino)bis(diisopropilamino)silano, bis(etilamino)bis(di-n-butilamino)silano, bis(etilamino)bis(diisobutilamino)-
 silano, bis(etilamino)bis(di-sec-butilamino)silano, bis(etilamino)bis(di-t-butilamino)silano, bis(etilamino)bis-
 (diciclopentilamino)silano, bis(etilamino)bis(diciclohexilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(ciclopentilamino)silano,
 60 bis(n-propilamino)bis(ciclohexilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(perhidroisoquinolin)silano, bis(n-
 propilamino)bis(perhidroisoquinolin)silano, bis(n-propilamino)bis(perhidroquinolin)silano, bis(n-propilamino)bis(di-
 etilamino)silano, bis(propilamino)bis(di-n-propilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(diisopropilamino)silano, bis(n-
 propilamino)bis(di-n-butilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(diisobutilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(di-sec-
 butilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(di-t-butilamino)silano, bis(n-propilamino)bis(diciclopentilamino)silano, bis(n-
 65 propilamino)bis(diciclohexilamino)silano, tris(dimetilamino)(metilamino)silano, tris(dietilamino)(metilamino)silano,
 tris(di-n-propilamino)(metilamino)silano, tris(diisopropilamino)(metilamino)silano, tris(di-n-

butilamino)(metilamino)silano, tris(diisobutilamino)(metilamino)silano, tris(t-butilamino)(metilamino)silano, tris(ciclopentilamino)(metilamino)silano, tris(ciclohexilamino)(metilamino)silano, tris(dimetilamino)(etilamino)silano, tris(dietilamino)(etilamino)silano, tris(di-n-propilamino)(etilamino)silano, tris(diisopropilamino)(etilamino)silano, tris(di-n-butilamino)(etilamino)silano, tris(diisobutilamino)(etilamino)silano, tris(t-butilamino)(etilamino)silano, tris(ciclopentilamino)(etilamino)silano, tris(ciclohexilamino)(etilamino)silano, tris(dimetilamino)(n-propilamino)silano, tris(dietilamino)(n-propilamino)silano, tris(di-n-propilamino)(n-propilamino)silano, tris(diisopropilamino)(n-propilamino)silano, tris(di-n-butilamino)(n-propilamino)silano, tris(diisobutilamino)(n-propilamino)silano, tris(t-butilamino)(n-propilamino)silano, tris(ciclopentilamino)(n-propilamino)silano, y tris(ciclohexilamino)(n-propilamino)silano.

El compuesto representado mediante la fórmula (2) mencionada anteriormente se puede sintetizar fácilmente mediante un método de síntesis conocido tal como el método de intercambio de cloro, un método que usa un compuesto de organolitio, o un método que usa un reactivo de Grignard, o mediante una combinación de estos métodos. Como ejemplo de un método de síntesis de bis(alquilamino)diciclopentilsilano entre los compuestos aminosilánicos de la presente invención, se puede dar una reacción de diciclopentildialcoxisilano con el doble del número de moles de una sal de Li de una alquilamina, o una sal de Mg de una alquilamina. Como ejemplos del disolvente, se pueden dar los compuestos de éter tales como THF y éter dialquílico, compuestos aromáticos tales como tolueno, compuestos de hidrocarburos saturados tales como pentano, hexano, heptano, y ciclohexano, y una mezcla de estos disolventes. También, en la fórmula (2), cuando R³ es una alquilamina, la cantidad de la sal metálica de una amina primaria se ajusta al número del grupo alcoxi en el compuesto de (alcoxi)_n(alquilo)_{4-n}silano, esto es, hasta 1 a 4 veces los números de moles del compuesto de (alcoxi)_n(alquilo)_{4-n}silano.

El catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención se forma usando como componente esencial el compuesto aminosilánico representado mediante la fórmula (2) mencionada anteriormente. Como ejemplos específicos de compuestos preferibles de fórmula (2) para formar el catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención, se puede dar los mismos compuestos como se dan en la descripción de la fórmula (2) para el componente catalítico para la polimerización de olefinas. Además de los compuestos aminosilánicos representados mediante la fórmula (2) mencionada anteriormente, el catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención se puede formar usando (A) un componente catalítico sólido que comprende magnesio, titanio, un halógeno, y un compuesto dador de electrones, y (B) un compuesto de organoaluminio representado mediante la siguiente fórmula (3),



en la que R⁶ representa un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, Q representa un átomo de hidrógeno o un átomo de halógeno, y p representa un número real que satisface la fórmula 0 < p ≤ 3.

Entre los componentes del catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención, el componente catalítico sólido (A) (en lo sucesivo denominado "componente (A)" de cuando en cuando), que comprende magnesio, titanio, un halógeno, y un compuesto dador de electrones, se puede obtener haciendo que (a) un compuesto de magnesio, (b) un compuesto de halogenuro de titanio tetravalente y (c) un compuesto dador de electrones entren en contacto entre sí. Como ejemplos del compuesto de magnesio (en lo sucesivo denominado simplemente "componente (a)" de cuando en cuando), se puede mencionar un dihaluro de magnesio, un dialquilmagnesio, un haluro de alquilmagnesio, un dialcoximagnesio, un diariloximagnesio, un haluro de alcoximagnesio, y una sal magnética de ácido graso. Entre estos compuestos de magnesio, es preferible un dihaluro de magnesio, una mezcla de dihaluro de magnesio y dialcoximagnesio, y un dialcoximagnesio, y es particularmente preferible un dialcoximagnesio. Como ejemplos específicos, se pueden mencionar dimetoximagnesio, dietoximagnesio, dipropoximagnesio, dibutoximagnesio, etoximetoximagnesio, etoxipropoximagnesio, y butoxietoximagnesio. El dietoximagnesio es particularmente preferido.

También, estos dialcoximagnesios se pueden obtener haciendo reaccionar magnesio metálico con un alcohol en presencia de un compuesto metálico que contiene halógeno o similar. El dialcoximagnesio se puede usar solo, o en combinación de dos o más.

El compuesto de dialcoximagnesio usado está preferiblemente en forma de gránulos o un polvo, y en configuración amorfa o esférica. Por ejemplo, cuando se usa un dialcoximagnesio esférico, se puede obtener un polvo polimérico que tiene una mejor forma de partículas y una distribución más estrecha de los tamaños de partículas. Esto mejora la operabilidad de la manipulación del polvo de polímero producido durante la operación de polimerización, y elimina problemas tales como la obturación del filtro o similar en el dispositivo de separación del polímero, provocada por partículas finas contenidas en el polvo de polímero producido.

El dialcoximagnesio esférico no tiene que ser necesariamente completamente esférico, sino que puede tener forma ovalada o de patata. Específicamente, las partículas pueden tener una relación (L/W) del diámetro del eje principal (L) al diámetro del eje menor (W) habitualmente de 3 o menos, preferiblemente 1 a 2, y más preferiblemente de 1 a 1,5.

Se puede usar un dialcoximagnesio con un tamaño medio de partículas de 1 a 200 μm . Un tamaño medio más preferible de partículas es 5 a 150 μm . En el caso de dialcoximagnesio esférico, el tamaño medio de partículas es habitualmente de 1 a 100 μm , preferiblemente de 5 a 50 μm , y más preferiblemente de 10 a 40 μm . Preferiblemente se usa un polvo que tiene una distribución estrecha de tamaños de partículas con un contenido pequeño de polvos finos y gruesos. Específicamente, el contenido de partículas con un diámetro de 5 μm o menos debería ser 20% o menos, y preferiblemente 10% o menos. Por otro lado, el contenido de partículas con un diámetro de 100 μm o más debería ser 10% o menos, y preferiblemente 5% o menos. Además, la distribución de tamaño de partículas representada por (D90/D10), en la que D90 es un tamaño de partículas de 90% del tamaño integrado de partículas, y D10 es un tamaño de partículas de 10% del tamaño integrado de partículas, es 3 o menos, y preferiblemente 2 o menos.

En las Solicitudes de Patentes Japonesas Abiertas al Público nº 58-4132, nº 62-51633, nº 3-74341, nº 4-368391, y nº 8-73388, por ejemplo, se describen métodos para producir tal dialcoximagnesio esférico.

El compuesto de haluro de titanio tetravalente (b) (en lo sucesivo denominado de cuando en cuando "componente (b)") usado para la preparación del componente (A) en la presente invención es uno o más compuestos seleccionados del grupo que consiste en un haluro de titanio o haluro de alcoxítitanio representado por la fórmula $\text{Ti}(\text{OR}^1)_n\text{X}_{4-n}$, en la que R^1 representa un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, X representa un átomo de halógeno, y n representa un número entero que satisface la fórmula $0 \leq n \leq 4$.

Los ejemplos específicos incluyen, como haluros de titanio, tetrahaluros de titanio tales como tetracloruro de titanio, tetrabromuro de titanio y tetrayoduro de titanio, y como haluros de alcoxítitanio, tricloruro de metoxítitanio, tricloruro de etoxítitanio, tricloruro de propoxítitanio, tricloruro de n-butoxítitanio, dicloruro de dimetoxítitanio, dicloruro de dietoxítitanio, dicloruro de dipropoxítitanio, dicloruro de di-n-butoxítitanio, cloruro de trimetoxítitanio, cloruro de trietoxítitanio, cloruro de tripropoxítitanio, y cloruro de tri-n-butoxítitanio. De estos, son preferibles los tetrahaluros de titanio, siendo particularmente preferible el tetracloruro de titanio. Estos compuestos de titanio se pueden usar individualmente o en combinación de dos o más.

El compuesto dador de electrones (en lo sucesivo denominado de cuando en cuando "componente (c)") usado para preparar el componente catalítico sólido (A) es un compuesto orgánico que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno. Como ejemplos, se pueden mencionar alcoholes, fenoles, éteres, ésteres, cetonas, haluros de ácidos, aldehídos, aminas, amidas, nitrilos, isocianatos, y compuestos de organosilicio que contienen un enlace Si-O-C o un enlace Si-N-C.

Como ejemplos específicos, se pueden mencionar los alcoholes tales como metanol, etanol, n-propanol, 2-etilhexanol; fenoles tales como fenol y cresol; éteres tales como éter dimetilico, éter dietílico, éter dipropílico, éter dibutílico, éter diamílico, éter difenílico, 9,9-bis(metoximetil)fluoreno, y 2-isopropil-2-isopentil-1,3-dimetoxipropano; ésteres de ácidos monocarboxílicos tales como formiato de metilo, acetato de etilo, acetato de vinilo, acetato de propilo, acetato de octilo, acetato de ciclohexilo, propionato de etilo, butirato de etilo, benzoato de etilo, benzoato de propilo, benzoato de butilo, benzoato de octilo, benzoato de ciclohexilo, benzoato de fenilo, p-toluato de metilo, p-toluato de etilo, anisato de metilo, y anisato de etilo; ésteres de ácidos dicarboxílicos tales como malonato de dietilo, malonato de dipropilo, malonato de dibutilo, malonato de diisobutilo, malonato de dipentilo, malonato de dineopentilo, isopropilbromomalonato de dietilo, butilbromomalonato de dietilo, diisobutilbromomalonato de dietilo, diisopropilmalonato de dietilo, dibutilmalonato de dietilo, diisobutilmalonato de dietilo, diisopentilmalonato de dietilo, isopropilbutilmalonato de dietilo, isopropilisopentilmalonato de dimetilo, bis(3-cloro-n-propil)malonato de dietilo, bis(3-bromo-n-propil)malonato de dietilo, maleato de dietilo, maleato de dibutilo, 2,3-di-n-propilsuccinato de dimetilo, 2,3-di-n-propilsuccinato de dietilo, 2,3-di-n-propilsuccinato de dipropilo, adipato de dimetilo, adipato de dietilo, adipato de dipropilo, adipato de dibutilo, adipato de diisodecilo, adipato de dioctilo, diésteres de ácidos ftálicos, y derivados de diésteres de ácidos ftálicos; cetonas tales como acetona, metil etil cetona, metil butil cetona, acetofenona, y benzofenona; cloruros de ácidos tales como dicloruro de ácido ftálico y dicloruro de ácido tereftálico; aldehídos tales como acetaldehído, propilaldehído, octilaldehído, y benzaldehído; aminas tales como metilamina, etilamina, tributilamina, piperidina, anilina, y piridina; amidas tales como amida oleica y amida esteárica; nitrilos tales como acetonitrilo, benzonitrilo, y tolinitrilo; isocianatos tales como metil isocianato y etil isocianato; compuestos de organosilicio que contienen un enlace Si-O-C como fenilalcoxilsilano, alquilalcoxilsilano, fenilalquilalcoxilsilano, cicloalquilalcoxilsilano, y cicloalquilalquilalcoxilsilano, y compuestos de organosilicio que tienen un enlace Si-N-C tales como bis(alquilamino)dialcoxilsilano, bis(cicloalquilamino)dialcoxilsilano, alquil(alquilamino)dialcoxilsilano, dialquilaminotrioxilsilano, y cicloalquilaminotrioxilsilano.

Entre los compuestos anteriores dadores de electrones, se usan preferiblemente los ésteres, particularmente diésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos. Los diésteres de ácidos ftálicos y los derivados de diésteres de ácidos ftálicos son los compuestos ideales. Los ejemplos específicos del diéster de ácido ftálico incluyen los siguientes compuestos: ftalato de dimetilo, ftalato de dietilo, ftalato de di-n-propilo, ftalato de diisopropilo, ftalato de di-n-butilo, ftalato de diisobutilo, ftalato de etilo y metilo, ftalato de metilo e isopropilo, ftalato de etilo y n-propilo, ftalato de etilo y n-butilo, ftalato de etilo e isobutilo, ftalato de di-n-pentilo, ftalato de diisopentilo, ftalato de dineopentilo, ftalato de dihexilo, ftalato de di-n-heptilo, ftalato de di-n-octilo, ftalato de bis(2,2-dimetilhexilo), ftalato de bis(2-etilhexilo), ftalato de di-n-nonilo, ftalato de diisodecilo, ftalato de bis(2,2-dimetilheptilo), ftalato de n-butilo e isohexilo, ftalato de n-butilo y 2-etilhexilo, ftalato de n-pentilo y hexilo, ftalato de n-pentilo e isohexilo, ftalato de isopentilo y heptilo, ftalato de n-

pentilo y 2-etilhexilo, ftalato de n-pentilo e isononilo, ftalato de isopentilo y n-decilo, ftalato de n-pentilo y undecilo, ftalato de isopentilo e isohexilo, ftalato de n-hexilo y 2,2-dimetilhexilo, ftalato de n-hexilo e isononilo, ftalato de n-hexilo y n-decilo, ftalato de n-heptilo y 2-etilhexilo, ftalato de n-heptilo e isononilo, ftalato de n-heptilo y neodecilo, y ftalato de 2-etilhexilo e isononilo. Se puede usar uno o más de estos compuestos.

- 5 Como ejemplos de los derivados de diésteres de ácidos ftálicos, se pueden mencionar compuestos en los que uno o dos átomos de hidrógeno en el anillo bencénico al que están enlazados los dos grupos éster de los diésteres ftálicos están sustituidos con un grupo alquilo que tiene 1 a 5 átomos de carbono o un átomo de halógeno tal como un átomo de cloro, un átomo de bromo, y un átomo de flúor. El componente catalítico sólido preparado usando los derivados de diésteres de ácidos ftálicos como compuesto dador de electrones puede contribuir particularmente a un incremento de la velocidad de flujo del fundido con una cantidad dada de hidrógeno incrementando la respuesta de hidrógeno, esto es, puede incrementar la velocidad de flujo del fundido del polímero usando la misma cantidad o una cantidad más pequeña de hidrógeno durante la polimerización. Como ejemplos específicos, se pueden mencionar 4-metilftalato de dineopentilo, 4-etilftalato de dineopentilo, 4,5-dimetilftalato de dineopentilo, 4,5-dietilftalato de dineopentilo, 4-cloroftalato de dietilo, 4-cloroftalato de di-n-butilo, 4-cloroftalato de dineopentilo, 4-cloroftalato de diisobutilo, 4-cloroftalato de diisohexilo, 4-cloroftalato de diisooctilo, 4-bromoftalato de dietilo, 4-bromoftalato de di-n-butilo, 4-bromoftalato de dineopentilo, 4-bromoftalato de diisobutilo, 4-bromoftalato de diisohexilo, 4-bromoftalato de diisooctilo, 4,5-dicloroftalato de dietilo, 4,5-dicloroftalato de di-n-butilo, 4,5-dicloroftalato de diisohexilo, y 4,5-dicloroftalato de diisooctilo. De estos, son preferibles 4-bromoftalato de dineopentilo, 4-bromoftalato de di-n-butilo, y 4-bromoftalato de diisobutilo.
- 20 Los compuestos de éster anteriores se usan preferiblemente en combinación de dos o más. En este caso, los ésteres se combinan preferiblemente de manera que el número de átomos de carbono total en el grupo alquilo poseído por un éster puede diferir cuatro o más del poseído por el otro éster.

25 Los compuestos aminosilánicos mostrados mediante la fórmula (2) también se pueden usar como el compuesto dador de electrones (c) (dador interno) del componente catalítico sólido (A). Los ejemplos específicos de los compuestos aminosilánicos mostrados mediante la fórmula (2) usados como el donante interno son los mismos que aquellos de los compuestos mostrados mediante la fórmula (2) usados para el componente catalítico para la polimerización de olefinas.

30 El componente (A) de la presente invención se puede preparar preferiblemente haciendo que los componentes anteriores (a), (b) y (c) entren en contacto entre sí en presencia de un compuesto de hidrocarburo aromático (d) (en lo sucesivo se puede denominar simplemente como "componente (d)"). Los componentes de hidrocarburos que tienen un punto de ebullición de 50 a 150°C, tales como tolueno, xileno, etilbenceno, ciclohexano y ciclohexeno, se usan preferiblemente como el componente (d). Estos hidrocarburos aromáticos se pueden usar individualmente o en combinación de dos o más.

35 Como método preferible para preparar el componente (A) de la presente invención, se puede mencionar un método de preparación de un líquido en suspensión del componente (a), el componente (c) y el componente de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición de 50 a 150°C, haciendo que este líquido en suspensión entre en contacto con una disolución mixta formada por el componente (b) y el componente (d), y haciendo reaccionar la mezcla.

40 En la preparación del componente catalítico sólido (A) de la presente invención, además de los componentes anteriores se puede usar preferiblemente un polisiloxano (en lo sucesivo se puede denominar simplemente "componente (e)"), para mejorar la estereorregularidad o cristalinidad del polímero formado para reducir la cantidad de partículas finas de polímero. Los polisiloxanos son polímeros que tienen un enlace siloxánico (enlace -Si-O) en la cadena principal, y generalmente se denominan aceite de silicona. Los polisiloxanos usados en la presente invención son polisiloxanos de cadena estructurada, parcialmente hidrogenados, cíclicos o modificados, que son líquidos o viscosos a temperaturas normales, con una viscosidad a 25°C en el intervalo de 0,02 a 100 cm²/s (2 a 10.000 cSt).

45 Como ejemplos del polisiloxano de cadena estructurada, se pueden mencionar dimetilpolisiloxano y metilfenilpolisiloxano; como ejemplos del polisiloxano parcialmente hidrogenado, se pueden mencionar metilhidrogenopolisiloxanos con un grado de hidrogenación de 10 a 80%; como ejemplos del polisiloxano cíclico, se pueden mencionar hexametilciclotrisiloxano, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano, 2,4,6-trimetilciclotrisiloxano, 2,4,6,8-tetrametilciclotetrasiloxano; como ejemplos del polisiloxano modificado, se pueden mencionar dimetilsiloxano sustituido con un grupo ácido graso superior, dimetilsiloxano sustituido con un grupo epoxi, y dimetilsiloxano sustituido con un grupo polioxialquileo. De estos, son preferibles decametilciclopentasiloxano y dimetilpolisiloxano, siendo particularmente preferible decametilciclopentasiloxano.

50 El componente (A) en la presente invención se prepara haciendo que los componentes anteriores (a), (b) y (c), y, si se requiere, el componente (d) o el componente (e), entren en contacto entre sí. Ahora se describirá con detalle el método de preparación del componente (A). Un ejemplo específico del método para preparar el componente (A) comprende suspender el compuesto de magnesio (a) en un alcohol, un disolvente de tipo hidrocarburo halogenado, el haluro de titanio tetravalente (b), o el compuesto de hidrocarburo (d), y hacer que el compuesto dador de electrones (c), tal como un éster de ácido ftálico y/o el haluro de titanio tetravalente (b) entren en contacto con la

suspensión. En este método, el componente (A) en forma de partículas esféricas con una distribución aguda de los tamaños de partículas se puede obtener usando un compuesto de magnesio esférico. Tal componente (A) en forma de partículas esféricas con una distribución aguda de los tamaños de partículas también se puede obtener sin usar un compuesto de magnesio esférico si las partículas se forman mediante un método de secado por pulverización, en el que se pulveriza una disolución o un líquido en suspensión y se seca usando un pulverizador, por ejemplo.

Se hace que estos componentes entren en contacto entre sí en una vasija equipada con un agitador en una atmósfera de gas inerte de la que se ha eliminado el agua y similar mientras se agita. La temperatura de contacto, que es una temperatura cuando se hace que estos componentes entren en contacto entre sí, puede ser la misma que o diferente de la temperatura de reacción. Cuando se hace que los componentes entren en contacto entre sí mediante agitación para preparar la mezcla, o se dispersan o suspenden para un tratamiento desnaturalizante, los componentes se pueden agitar a una temperatura comparativamente baja de alrededor de la temperatura ambiente. Es preferible una temperatura en un intervalo de 40 a 130°C, para obtener el producto mediante reacción después del contacto. La reacción no transcurre suficientemente a una temperatura de reacción por debajo de 40°C, dando como resultado un componente catalítico sólido con propiedades inadecuadas. Por otro lado, el control de la reacción se hace difícil a una temperatura por encima de 130°C, debido a la vaporización del disolvente y similar. El tiempo de reacción es un minuto o más, preferiblemente diez minutos o más, y todavía más preferiblemente 30 minutos o más.

Como procedimientos preferibles para preparar el componente (A) de la presente invención, se puede mencionar un procedimiento que comprende suspender el componente (a) en el componente (d), hacer que la suspensión resultante entre en contacto con el componente (b), y después con el componente (c) y el componente (d), y hacer que estos componentes reaccionen; y un procedimiento que comprende suspender el componente (a) en el componente (d), hacer que el líquido en suspensión resultante entre en contacto con el componente (c), y después con el componente (b), y hacer que estos componentes reaccionen. El componente (A) así preparado se puede hacer que entre en contacto con el componente (b) o los componentes (b) y (c) una vez más o dos o más veces para mejorar el comportamiento del componente catalítico sólido final. Esta etapa de puesta en contacto se lleva a cabo preferiblemente en presencia de los hidrocarburos (d).

Como método preferible para preparar el componente (A) de la presente invención, se puede mencionar un método para preparar un líquido en suspensión del componente (a), el componente (c) y el compuesto de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición de 50 a 150°C, hacer que este líquido en suspensión entre en contacto con una disolución mixta formada por el componente (b) y el componente (d), y hacer reaccionar la mezcla.

Como ejemplo preferible del método para preparar el componente (A), se pueden mencionar los siguientes métodos. Se prepara una suspensión a partir del componente (a) anterior, el componente (c) y un componente de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición de 50 a 150°C. Se prepara una disolución mixta a partir del componente (c) anterior y el componente de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición de 50 a 150°C. A esta disolución se añade el líquido en suspensión descrito anteriormente. La mezcla resultante se calienta y se hace reaccionar (reacción primaria). Después de la reacción, el producto sólido se lava con un compuesto de hidrocarburo que es líquido a temperaturas normales, para obtener un producto sólido. Además, se puede hacer que un componente adicional (b) y el compuesto de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición de 50 a 150°C entren en contacto con el producto sólido lavado, a una temperatura de -20 a 100°C. La temperatura se eleva para hacer reaccionar la mezcla (reacción secundaria), y después de la reacción la mezcla de reacción se lava con un compuesto de hidrocarburo que es líquido a temperaturas normales una a diez veces para obtener el componente (A).

Basándose en la descripción anterior, un procedimiento particularmente preferible para preparar el componente catalítico sólido (A) comprende suspender el compuesto de dialcoximagnesio (a) en el compuesto de hidrocarburo (d) que tiene un punto de ebullición en el intervalo de 50 a 150°C, hacer que el haluro de titanio tetravalente (b) entre en contacto con el líquido en suspensión, y hacer reaccionar la mezcla. En este caso, se hace que uno o más compuestos dadores de electrones (c), tales como éster de ácido ftálico, entren en contacto con el líquido en suspensión a una temperatura de -20 a 130°C, ya sea antes o después de que se ponga en contacto el compuesto de haluro de titanio tetravalente (b) y después opcionalmente el componente (e) se ponga en contacto y se haga reaccionar para obtener un producto sólido (1). En este caso, es deseable llevar a cabo una reacción de envejecimiento a baja temperatura, ya sea antes o después de que uno o más compuestos dadores de electrones anteriores se hagan entrar en contacto con el líquido en suspensión. Después de lavar el producto sólido (1) con un compuesto de hidrocarburo que es líquido a temperaturas normales (lavado intermedio), nuevamente se hace que el haluro de titanio tetravalente (b) entre en contacto y reaccione con el producto sólido (1) en presencia del compuesto de hidrocarburo a una temperatura de -20 a 100°C para obtener un producto de reacción sólido (2). Según se requiera, el lavado intermedio y la reacción se pueden repetir adicionalmente varias veces. Subsiguientemente, el producto sólido (2) se lava con un compuesto de hidrocarburo líquido mediante decantación a temperatura normal para obtener el componente catalítico sólido (A).

La relación de los componentes usados para preparar el componente catalítico sólido (A) no se puede definir incondicionalmente, debido a que tal relación varía según el método de preparación empleado. Por ejemplo, el haluro de titanio tetravalente (b) se usa en una cantidad de 0,5 a 100 moles, preferiblemente de 0,5 a 50 moles,

5 todavía más preferiblemente de 1 a 10 moles; el compuesto dador de electrones (c) se usa en una cantidad de 0,01 a 10 moles, preferiblemente de 0,01 a 1 mol, y todavía más preferiblemente de 0,02 a 0,6 moles; el compuesto de hidrocarburo (d) se usa en una cantidad de 0,001 a 500 moles, preferiblemente de 0,001 a 100 moles, y todavía más preferiblemente de 0,005 a 10 moles; y el polisiloxano (e) se usa en una cantidad de 0,01 a 100 g, preferiblemente de 0,05 a 80 g, y todavía más preferiblemente de 1 a 50 g, para un mol del compuesto de magnesio (a).

10 Aunque no hay limitaciones específicas para las cantidades de titanio, magnesio, átomos de halógeno, y dadores de electrones en el componente catalítico sólido (A), el contenido de titanio es de 0,5 a 8,0% en peso, preferiblemente de 1,0 a 8,0% en peso, y todavía más preferiblemente de 2,0 a 8,0% en peso; el contenido de magnesio es de 10 a 70% en peso, preferiblemente de 10 a 50% en peso, más preferiblemente de 15 a 40% en peso, y particularmente de forma preferible de 15 a 25% en peso; el contenido de átomos de halógeno es de 20 a 90% en peso, preferiblemente de 30 a 85% en peso, más preferiblemente de 40 a 80% en peso, y particularmente de forma preferible de 45 a 75% en peso; y la cantidad total de compuestos dadores de electrones es de 0,5 a 30% en peso, preferiblemente de 1 a 25% en peso, y particularmente de forma preferible de 2 a 20% en peso.

15 Como compuesto de organoaluminio (B) (en lo sucesivo denominado simplemente de cuando en cuando "componente (B)") para preparar el catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención, se pueden usar sin ninguna limitación específica cualesquiera compuestos representados por la fórmula (3) anterior. En la fórmula (6) anterior, R⁶ es preferiblemente un grupo etilo o un grupo isobutilo; Q es preferiblemente un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, o un átomo de bromo; y p es preferiblemente 2 ó 3, y particularmente de forma preferible 3. Como ejemplos específicos de tal compuesto de organoaluminio (B), se puede mencionar trietilaluminio, cloruro de dietilaluminio, triisobutilaluminio, bromuro de dietilaluminio, e hidruro de dietilaluminio. Estos compuestos se pueden usar individualmente o en combinación de dos o más. Preferiblemente se usan trietilaluminio y triisobutilaluminio.

25 Los compuestos representados mediante la fórmula (2) anterior se pueden mencionar como el compuesto aminosilánico (C) (en lo sucesivo se puede denominar de cuando en cuando "componente (C)"), que se pueden usar para preparar el catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención. Los ejemplos específicos de los compuestos mostrados mediante la fórmula (2) usados como el componente (C) son los mismos que aquellos de los compuestos mostrados por la fórmula (2) usados para el componente catalítico para la polimerización de olefinas.

30 Además de los componentes anteriores, se puede usar un compuesto de organosilicio distinto del compuesto aminosilánico descrito anteriormente (en lo sucesivo se puede denominar simplemente "componente (D)") para preparar el catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención. Como tal compuesto de organosilicio (D), se pueden mencionar uno o más compuestos de organosilicio mostrados mediante la fórmula R⁸_qSi(OR⁹)_{4-q}, en la que R⁸ representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo fenilo, un grupo vinilo, un grupo alilo, un grupo aralquilo, un grupo alquilamino, un grupo cicloalquilamino, o un grupo amino policíclico que tiene 1 a 20 átomos de carbono, siendo dos o más R⁸, que pueden estar presentes, iguales o diferentes, R⁹ representa un grupo alquilo lineal o ramificado, un grupo cicloalquilo, un grupo vinilo, un grupo alilo, o un grupo aralquilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, siendo dos o más R⁹, que pueden estar presentes, iguales o diferentes, y q es un número entero de 1 a 3.

40 Como ejemplos específicos, se pueden citar alquilalcoxisilano, alquil(cicloalquil)alcoxisilano, cicloalquilalcoxisilano, fenilalcoxisilano, alquil(fenil)alcoxisilano, alquil(alquilamino)alcoxisilano, alquilaminoalcoxisilano, cicloalquil(alquilamino)alcoxisilano, alquil(cicloalquilamino)alcoxisilano, aminoalcoxisilano policíclico, y alquil(amino policíclico)alcoxisilano.

45 Como ejemplos específicos del compuesto de organosilicio (D) antes mencionado que se pueden usar preferiblemente, se pueden citar di-n-propildimetoxisilano, diisopropildimetoxisilano, di-n-butildimetoxisilano, di-n-butildietoxisilano, t-butil(metil)dimetoxisilano, t-butil(etil)dimetoxisilano, dicitclohexildimetoxisilano, ciclohexil(metil)dimetoxisilano, dicitclohexildimetoxisilano, ciclopentil(metil)dietoxisilano, ciclopentil(etil)dimetoxisilano, ciclopentil(ciclohexil)dimetoxisilano, 3-metilciclohexil(ciclopentil)dimetoxisilano, 4-metilciclohexil(ciclopentil)dimetoxisilano, 3,5-dimetilciclohexil(ciclopentil)dimetoxisilano, bis(dietilamino)dimetoxisilano, bis(di-n-propilamino)dimetoxisilano, bis(di-n-butilamino)dimetoxisilano, bis(di-t-butilamino)dimetoxisilano, bis(dicitclohexilamino)dimetoxisilano, bis(di-2-metilciclohexilamino)dimetoxisilano, bis(perhidroisoquinolin)dimetoxisilano, bis(perhidroquinolin)dimetoxisilano, bis(etil-n-propilamino)dimetoxisilano, bis(etilisopropilamino)dimetoxisilano, bis(etil-n-butilamino)dimetoxisilano, bis(etilisobutilamino)dimetoxisilano, bis(etil-t-butilamino)dimetoxisilano, bis(isobutil-n-propilamino)dimetoxisilano, bis(etilciclopentilamino)dimetoxisilano, bis(etilciclohexilamino)dimetoxisilano, etil(dietilamino)dimetoxisilano, n-propil(diisopropilamino)dimetoxisilano, isopropil(di-t-butilamino)dimetoxisilano, ciclohexil(dietilamino)dimetoxisilano, etil(di-t-butil-amino)dimetoxisilano, etil(perhidroisoquinolin)dimetoxisilano, n-propil(perhidroisoquinolin)dimetoxisilano, isopropil(perhidroisoquinolin)dimetoxisilano, n-butil(perhidroisoquinolin)dimetoxisilano, etil(perhidroquinolin)dimetoxisilano, n-propil(perhidroquinolin)dimetoxisilano, isopropil(perhidroquinolin)dimetoxisilano, n-butil(perhidroquinolin)dimetoxisilano, bis(dietilamino)dietoxisilano, bis(di-n-propilamino)dietoxisilano, bis(di-n-butilamino)dietoxisilano, bis(di-t-butilamino)dietoxisilano, bis(dicitclohexilamino)dietoxisilano, bis(di-2-metilciclohexilamino)dietoxisilano,

bis(diperhidroisoquinolin)dietoxisilano, bis(perhidroquinolin)dietoxisilano, bis(etil-n-propilamino)dietoxisilano, bis(etilisopropilamino)dietoxisilano, bis(etil-n-butilamino)dietoxisilano, bis(etilisobutilamino)dietoxisilano, bis(etil-t-butilamino)dietoxisilano, bis(isobutil-n-propilamino)dietoxisilano, bis(etilciclopentilamino)dietoxisilano, bis(etilciclohexilamino)dietoxisilano, n-propil(diisopropilamino)dietoxisilano, etil(perhidroisoquinolin)dietoxisilano, n-propil(perhidroisoquinolin)dietoxisilano, isopropil(perhidroisoquinolin)dietoxisilano, n-butil(perhidroisoquinolin)dietoxisilano, etil(perhidroquinolin)dietoxisilano, n-propil(perhidroquinolin)dietoxisilano, isopropil(perhidroquinolin)dietoxisilano, n-butil(perhidroquinolin)dietoxisilano, hexiltrimetoxisilano, dietilaminotrimetoxisilano, di-n-propilaminotrimetoxisilano, di-n-butilaminotrimetoxisilano, di-t-butilaminotrimetoxisilano, diciclopentilaminotrimetoxisilano, diciclohexilaminotrimetoxisilano, di-2-metilciclohexilaminotrimetoxisilano, perhidroisoquinolintrimetoxisilano, perhidroquinolintrimetoxisilano, dietilaminotrietoxisilano, di-n-propilaminotrietoxisilano, di-n-butilaminotrietoxisilano, etil-t-butilaminotrietoxisilano, etil-sec-butilaminotrietoxisilano, diciclopentilaminotrietoxisilano, diciclohexilaminotrietoxisilano, di-2-metilciclohexilaminotrietoxisilano, perhidroisoquinolintrietoxisilano, perhidroquinolintrietoxisilano, bis(t-butilamino)dimetoxisilano, bis(ciclohexilamino)dimetoxisilano, bis(t-butilamino)dietoxisilano, bis(ciclohexilamino)dietoxisilano, trivinilmetsilano, tetravinilsilano, y ciclohexilthexildimetoxisilano. En la presente invención se puede usar tanto un tipo de estos compuestos de organosilicio (D) o una combinación de dos o más tipos de estos compuestos.

Las olefinas se polimerizan o copolimerizan mediante copolimerización al azar o en bloques en presencia del catalizador para la polimerización de olefinas de la presente invención. Las olefinas tales como etileno, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, y vinilciclohexano se pueden usar individualmente o en combinación de dos o más. De estas, se pueden usar adecuadamente etileno, propileno y 1-buteno. Una olefina particularmente preferible es propileno. El propileno se puede copolimerizar con otras olefinas. Como las olefinas a copolimerizar, se pueden usar etileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil-1-penteno, vinilciclohexano, y similares, ya sea individualmente o en combinación de dos o más. De estas, se pueden usar adecuadamente etileno y 1-buteno. Como el método para copolimerizar propileno con otras olefinas, son métodos típicos la copolimerización al azar que polimeriza propileno como un copolímero con una pequeña cantidad de etileno en una etapa, y la copolimerización en bloques de propileno-etileno que polimeriza sólo propileno en una primera etapa (primera vasija de polimerización) y que copolimeriza propileno y etileno en una segunda etapa (segunda vasija de polimerización). El catalizador de la presente invención que comprende el componente (A), el componente (B) y el componente (C) es eficaz tanto en la copolimerización al azar como en la copolimerización en bloques para mejorar la actividad catalítica, estereorregularidad y/o respuesta de hidrógeno, el comportamiento de la copolimerización, y las propiedades de los copolímeros resultantes. Además del componente catalítico (C), se puede usar el componente (D) descrito anteriormente. Los componentes (C) y (D) se pueden usar como una mezcla o separadamente en una vasija de polimerización de múltiples etapas de la copolimerización en bloques. Al sistema de reacción de polimerización se puede añadir un compuesto dador de electrones conocido, tal como un alcohol, oxígeno gaseoso o una cetona, a fin de evitar la formación de gel en el producto acabado, particularmente cuando se pasa de la homopolimerización de propileno a la copolimerización en bloques. Como ejemplos específicos del alcohol, se pueden mencionar alcohol etílico y alcohol isopropílico. Estos alcoholes se usan en una cantidad de 0,01 a 10 moles, y preferiblemente 0,1 a 2 moles, por mol del componente (B).

La relación de cada componente usado no está limitada específicamente en tanto que tal relación no influya sobre el efecto de la presente invención. Habitualmente, el componente (B) se usa en una cantidad de 1 a 2000 moles, preferiblemente 50 a 1000 moles, por mol de átomo de titanio en el componente (A). El componente (C) se usa en una cantidad de 0,002 a 10 moles, preferiblemente 0,01 a 2 moles, y particularmente de forma preferible 0,1 a 0,5 moles por mol del componente (B). Si el componente (D) se usa en combinación, la cantidad es 0,002 a 10 moles, preferiblemente 0,01 a 2 moles, y particularmente de forma preferible 0,01 a 0,5 moles, por mol del componente (B), y el componente (C) se usa en la cantidad de 0,001 a 10 moles, preferiblemente 0,01 a 10 moles, y particularmente de forma preferible 0,01 a 2 moles, por mol del componente (C).

Aunque el orden de contacto de estos componentes es opcional, es deseable añadir en primer lugar el compuesto de organoaluminio (B) al sistema de polimerización, hacer después que el compuesto aminosilánico (C) o una mezcla de los componentes (C) y (D) entren en contacto con el compuesto de organoaluminio (B), o hacer que el componente (C) y el componente (D) en un orden opcional entren en contacto con el compuesto de organoaluminio (B), y hacer que el componente catalítico sólido (A) entre en contacto con la mezcla resultante. También es una realización preferible un método de formación de un catalizador añadiendo el compuesto de organoaluminio (B) al sistema de polimerización, hacer que el componente (A) entre en contacto separadamente con el componente (C) o con los componentes (C) y (D), y alimentar al componente de copolimerización el componente (A) y el componente (C) o los componentes (C) y (D) puestos en contacto. Es posible mejorar además la respuesta de hidrógeno del catalizador y las propiedades cristalinas del polímero resultante usando una mezcla previamente puesta en contacto del componente (A) con el componente (B) o el componente (C) y el componente (D).

En la presente invención, la polimerización se puede llevar a cabo en presencia o en ausencia de un disolvente orgánico. Los monómeros olefinicos tales como propileno se pueden usar ya sea en un estado gaseoso o en un estado líquido. La reacción de polimerización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 200°C o menos, y preferiblemente a 150°C o menos, a una presión de 10 MPa o menos, y preferiblemente 6 MPa o menos. Para la

reacción de polimerización se puede usar un sistema de polimerización continuo o un sistema de polimerización discontinuo. Además, la polimerización se puede completar en una etapa o en dos o más etapas.

A la hora de polimerizar olefinas usando el catalizador formado a partir del componente (A), el componente (B) y el componente (C) (en lo sucesivo se puede denominar de cuando en cuando "polimerización principal"), es deseable polimerizar de forma preliminar las olefinas antes de la polimerización principal, para mejorar adicionalmente la actividad catalítica, la estereorregularidad, las propiedades de las partículas poliméricas resultantes, y similares. Además de las olefinas usadas en la polimerización principal, en la polimerización preliminar se pueden usar monómeros tales como estireno. Específicamente, después de hacer que el componente (A) entre en contacto con el componente (B) y/o el componente (C) en presencia de olefinas para polimerizar de forma preliminar 0,1 a 100 g de las poliolefinas por 1 g del componente (A), se hace además que el componente (B) y/o el componente (C) entren en contacto para formar el catalizador. En el caso en el que se use en combinación el componente (D), es posible hacer que el componente (A) entre en contacto con los componentes (B) y (D) en presencia de olefinas durante la polimerización preliminar, y usar el componente (C) durante la polimerización principal. Aunque el orden de contacto de los componentes y monómeros a la hora de llevar a cabo la polimerización preliminar es opcional, es deseable añadir primero el componente (B) al sistema de polimerización preliminar en un gas inerte o en una atmósfera de olefina gaseosa tal como propileno, hacer que el componente (C) y/o el componente (D) entren en contacto con el componente (A), y después hacer que una olefina tal como propileno y/o una o más olefinas diferentes entren en contacto con la mezcla. Aunque no está específicamente limitada, la temperatura de la polimerización preliminar es de -10 a 70°C, y preferiblemente de -5 a 50°C.

La polimerización de olefinas en presencia del catalizador de polimerización de olefinas de la presente invención puede producir polímeros olefínicos con un rendimiento mayor que en la polimerización que usa un catalizador conocido, a la vez que mantiene una mayor estereorregularidad del polímero y una respuesta de hidrógeno mejorada. Además, dependiendo de la estructura del componente (C), se mejora la actividad catalítica y la estereorregularidad, en comparación con el caso en el que se usa un catalizador usado habitualmente. Específicamente, cuando el catalizador de la presente invención se usa para la polimerización de olefinas, se ha confirmado que se mejora la respuesta de hidrógeno a la vez que se mantiene la elevada estereorregularidad dependiendo de la estructura del componente (C). Además, se ha confirmado que se puede promover el efecto de mejora de la actividad catalítica y de la estereorregularidad usando el componente (C) que tiene una estructura específica. El compuesto de organosilicio de la presente invención se puede usar como un material de película de aislamiento conductor, un agente para tratar superficies de una placa de circuito impreso, una materia prima fotorresistente o un material intermedio del mismo, y similares.

La presente invención se describirá con más detalle mediante los ejemplos, que no se deben de interpretar como limitantes de la presente invención.

(Ejemplo 1)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por gas nitrógeno se cargó con una disolución de etilamina en THF, en una corriente de nitrógeno. La disolución se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente una disolución hexánica de butil-litio comercialmente disponible, en una cantidad equimolar a etilamina, usando un embudo de goteo mientras se agitaba. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente hasta 50°C, y la mezcla se hizo reaccionar durante dos horas para obtener una suspensión de sal de litio de etilamina. Otro matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por gas nitrógeno se cargó con una disolución toluénica de dicitolopentildimetoxisilano (un producto comercialmente disponible) que se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente la suspensión anterior de sal de litio de etilamina, en una cantidad 2,1 veces por mol del dicitolopentildimetoxisilano, usando un inyector en una corriente de nitrógeno. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente y la mezcla se hizo reaccionar a 70°C durante cuatro horas. Después de la reacción, la mezcla de reacción se filtró en una atmósfera de nitrógeno, y los componentes sólidos se lavaron con una pequeña cantidad de tolueno, separando de ese modo un sólido de líquido. El disolvente se evaporó de la disolución y el producto principal de bis(etilamino)dicitolopentilsilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Se encontró que el punto de ebullición del compuesto fue 118°C/2,4 mmHg. El rendimiento fue 84,6%. Se confirmó que este producto fue bis(etilamino)dicitolopentilsilano mediante RMN ¹H, IR, y el análisis elemental. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 66,05% (66,07%), H: 11,86% (11,86%), y N: 11,02% (11,01%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos. Además, el espectro de IR tuvo una absorción mediante vibración de estiramiento N-H típica de una amina secundaria en la vecindad de 3350 cm⁻¹. En la Tabla 1 se muestran la posición atribuible a protones obtenidos de la tabla del espectro de RMN ¹H y las intensidades del espectro de las posiciones. Los resultados de estos análisis apoyan que el compuesto obtenido fue bis(etilamino)dicitolopentilsilano. La RMN ¹H e IR se midieron en las siguientes condiciones.

RMN ¹H: Dispositivo de medida: JEOL 500MHZ, disolvente: CDCl₃, número de barridos: 20 veces, temperatura de medida: 20°C, patrón interno: TMS

IR: Dispositivo de medida: "Avatar 360FT/IR" fabricado por Nicolet Co, método de sándwich de NaCl, temperatura de medida: temperatura ambiente

TABLA 1

Tipo de protón	Número de protones	Posición del pico (ppm)
Protón de CH directamente enlazado a Si en anillo de 5 miembros	2	0,8691 a 0,9411 (multiplete)
Protón CH ₂ en anillo de 5 miembros	16	1,0323 a 1,1203 (multiplete)
Protón de grupo metilo de grupo etilamino	6	1,3467 a 1,8118 (multiplete)
Protón de grupo metileno de grupo etilamino	4	2,7386 a 2,8870 (multiplete)
Protón de NH de grupo etilamino	2	04930 (singlete ancho)

5 (Ejemplo 3)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por gas nitrógeno se cargó con una disolución de etilamina en THF. La disolución se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente una disolución hexánica de butil-litio comercialmente disponible, en una cantidad equimolar a etilamina, usando un embudo de goteo mientras se agitaba. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente hasta 50°C, y la mezcla se hizo reaccionar durante dos horas para obtener una suspensión de sal de litio de etilamina. Otro matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por gas nitrógeno muy puro se cargó con una disolución toluénica de bis(metoxi)diisopropilsilano (un producto comercialmente disponible) que se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente la suspensión anterior de sal de litio de etilamina, en una cantidad 2,1 veces por mol del bis(metoxi)diisopropilsilano, usando un inyector en una corriente de nitrógeno. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente, y la mezcla se hizo reaccionar a 70°C durante cuatro horas. Después de la reacción, la mezcla de reacción se filtró en una atmósfera de nitrógeno, y los componentes sólidos se lavaron con una pequeña cantidad de tolueno, separando de ese modo un sólido de líquido. El disolvente se evaporó de la disolución y el producto principal de bis(etilamino)diisopropilsilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Se encontró que el punto de ebullición del compuesto fue 68°C/7 mmHg. El rendimiento fue 87,2%. Se confirmó que este producto fue bis(etilamino)diisopropilsilano mediante RMN ¹H, IR, y el análisis elemental. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 59,35% (59,34%), H: 12,96% (12,95%), y N: 13,82% (13,84%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

El espectro de IR tuvo una absorción mediante vibración de estiramiento N-H típica de una amina secundaria en la vecindad de 3400 cm⁻¹. En la Tabla 2 se muestran la posición atribuible a protones obtenidos de la tabla del espectro de RMN ¹H y las intensidades del espectro de las posiciones. Los resultados de estos análisis apoyan que el compuesto obtenido fue bis(etilamino)diisopropilsilano. La RMN ¹H e IR se midieron en las mismas condiciones como en el Ejemplo 1.

TABLA 2

Tipo de protón	Número de protones	Posición del pico (ppm)
Protón de CH directamente enlazado a Si en anillo de 5 miembros	2	0,8102 a 0,8828 (multiplete)
Protón de grupo metilo de grupo isopropilo	12	0,9861 a 0,9719 (multiplete)
Protón de grupo metilo de grupo etilamino	6	1,0477 a 1,1071 (multiplete)
Protón de grupo metileno de grupo etilamino	4	2,7924 a 2,8496 (multiplete)
Protón de NH de grupo etilamino	2	0,3903 (singlete ancho)

30

(Ejemplo 5)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Se sintetizó bis(metilamino)diciclohexilsilano de la misma manera como en el Ejemplo 2, excepto que se usó diciclohexildimetoxisilano en lugar de t-butiletildimetoxisilano. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 66,03% (66,07%), H: 11,86% (11,88%), y N: 11,00% (11,01%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

5 (Ejemplo 7)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz purgado con nitrógeno se cargó con 0,44 moles de magnesio metálico, y se añadieron 60 ml de éter diisopropílico que se deshidrató y se desoxidó. Tras la adición posterior de una pequeña cantidad de yodo como catalizador, la mezcla se agitó. La mezcla se enfrió hasta 10°C mientras se agitaba, y se añadieron lentamente gota a gota 140 ml de éter diisopropílico que contiene 0,4 moles de 2-clorodecahidronaftaleno, preferiblemente mientras se controlaba la temperatura a temperatura ambiente o por debajo. Después de la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 30°C durante dos horas. La mezcla de reacción se filtró, y la cantidad del reactivo de Grignard en la disolución etérea resultante se calculó mediante valoración de ácido-álcali. Como resultado, se confirmó que el rendimiento fue 20% y la concentración fue 0,04 moles/100 ml. Un matraz en el que se substituyó suficientemente la atmósfera interna por gas nitrógeno se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,02 moles de tetrametoxisilano. La disolución se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba, y se añadieron gota a gota 100 ml de una disolución en éter diisopropílico del reactivo de Grignard que tiene un grupo decahidronaftilo, que se preparó anteriormente. Después de la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 80°C durante dos horas. Después de la reacción, se separó un componente sólido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno, se lavó dos veces con 10 ml de tolueno, y se añadió al lado de la disolución. El disolvente se evaporó a presión reducida. El residuo se calentó y se purificó mediante destilación para separar un producto. Este procedimiento de síntesis se repitió dos veces. Se añadieron a un matraz 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,02 moles del bis(decahidronaftil)dimetoxisilano resultante.

Por otro lado, un matraz de tres bocas en el que la atmósfera interna se substituyó suficientemente por gas nitrógeno se cargó con 60 ml de una disolución toluénica que contiene 0,04 moles de etilamina en una corriente de nitrógeno. A la disolución de etilamina enfriada hasta -10°C se añadieron lentamente 30 ml de una disolución hexánica que contiene 0,04 moles de BuLi, usando un embudo de goteo. Después de la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 50°C durante dos horas, obteniendo de ese modo una suspensión de sal de litio de metilamina. La disolución toluénica anterior que contiene 0,02 moles del bis(decahidronaftil)dimetoxisilano se enfrió hasta -10°C, y se añadió gota a gota la suspensión de sal de litio de metilamina. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar adicionalmente durante tres horas a 50°C y durante dos horas a 80°C. El disolvente se evaporó a presión reducida y el residuo se destiló a presión reducida para purificar y separar el producto, obteniendo de ese modo bis(metilamino)bis(decahidronaftil)silano. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 72,60% (72,86%), H: 11,61% (11,67%), y N: 7,51% (7,72%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 8)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Se sintetizó bis(etilamino)ciclohexilciclopentilsilano de la misma manera como en el Ejemplo 2, excepto que se usó etilamina en vez de metilamina, y se usó ciclohexilciclopentildimetoxisilano en lugar de t-butiletildimetoxisilano. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 67,05% (67,10%), H: 12,00% (12,01%), y N: 10,23% (10,43%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 9)

<Preparación del componente catalítico sólido>

Un matraz de fondo redondo de 2.000 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había substituido suficientemente por gas nitrógeno, se cargó con 150 g de dietoximagnesio y 750 ml de tolueno para preparar un líquido en suspensión. El líquido en suspensión se añadió a una disolución de 450 ml de tolueno y 300 ml de tetracloruro de titanio previamente introducida en otro matraz de fondo redondo de 2.000 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había substituido suficientemente por gas nitrógeno. El líquido en suspensión se hizo reaccionar a 5°C durante una hora. Después de la adición de 22,5 ml de ftalato de di-n-butilo, la mezcla se calentó hasta 100°C y se hizo reaccionar durante dos horas mientras se agitaba. Después de la reacción, la mezcla de reacción resultante se lavó cuatro veces con 1.300 ml de tolueno a 80°C. Después de añadir 1.200 ml de tolueno y 300 ml de tetracloruro de titanio, la mezcla de reacción se calentó hasta 110°C y se hizo reaccionar durante dos horas mientras se agitaba. El lavado intermedio y el tratamiento secundario se repitió una vez más. La mezcla de reacción resultante se lavó siete veces con 1.300 ml de heptano a 40°C, se filtró y se secó para obtener un componente catalítico sólido en forma de un polvo. Se midió el contenido de titanio en el componente sólido, y se encontró que era 3,1% en peso.

<Preparación de catalizador de la polimerización y polimerización>

Un autoclave de 2,0 l equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido completamente por gas nitrógeno, se cargó con 1,32 mmoles de trietilaluminio, 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano obtenido en el Ejemplo 1, y el componente catalítico sólido anterior en una cantidad, en términos del átomo de titanio contenido en él, de 0,0026 mmoles, formando de ese modo un catalizador de polimerización. Después, con la adición de 4 l de gas hidrógeno y 1,4 l de propileno licuado, se llevó a cabo la polimerización preliminar durante cinco minutos a 20°C, después de lo cual el producto de la polimerización preliminar se calentó y se llevó a cabo la polimerización durante una hora a 70°C. Se midió la actividad catalítica, la densidad aparente (BD, g/ml), los componentes insolubles en heptano (HI, % en peso), y la velocidad del flujo del fundido según ASTM, en términos del índice de fluidez (MI, g-PP/10 min.), del polímero resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 4. Los espacios en blanco en la Tabla 4 indican que no se tomaron datos.

La actividad catalítica por gramo del componente catalítico sólido para la cantidad de gramo de polímero (F) por una hora del tiempo de polimerización se calculó según la siguiente fórmula:

$$\text{Actividad catalítica} = \text{Polímero producido (F)} / (\text{Componente catalítico sólido (g)} / \text{hora})$$

El polímero (H) (g) insoluble en n-heptano después de extraer continuamente este polímero (G) durante seis horas en n-heptano hirviendo se secó y se midió el peso, para determinar la proporción de los componentes insolubles en n-heptano hirviendo (HI, % en peso) en este polímero según la siguiente fórmula:

$$\text{HI (\% en peso)} = (\text{H}) / (\text{G}) \times 100$$

El índice de fluidez (MI), que indica la velocidad de flujo del fundido del polímero, se determinó según el método de acuerdo con ASTM D1238 o JIS K7210.

La distribución de pesos moleculares de los polímeros se evaluó mediante la relación (M_w/M_n) del peso molecular medio ponderal (M_w) al peso molecular medio numérico (M_n) medida mediante cromatografía de fraccionamiento cruzado (CFC) usando "CFC T-150B" (fabricado por Mitsubishi Chemical Corp.) en las siguientes condiciones:

Disolvente: o-diclorobenceno (ODCB)

Temperatura: 140°C (SEC)

25 Columna: Shodex GPC UT-806 m²

Concentración de la muestra: 4 g/l-ODCB (200 mg/50 ml-ODCB)

Cantidad de alimentación: 0,5 ml

Caudal: 1,0 ml/min.

Intervalo de temperatura: 0 a 140°C

30 **(Ejemplo 11)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(etilamino)diisopropilsilano obtenido en el Ejemplo 3 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 13)

35 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)diciclohexilsilano obtenido en el Ejemplo 5 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Se midió la distribución de pesos moleculares del polímero. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 15)

40 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)bis(decahidronaftil)silano obtenido en el Ejemplo 7 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 16)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(etilamino)ciclohexilciclopentilsilano obtenido en el Ejemplo 8 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

45 **(Ejemplo 17)**

<Preparación de componente catalítico sólido>

Un matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido suficientemente por gas nitrógeno, se cargó con 4,76 g de cloruro de magnesio anhidro, 25 ml de decano, y 23,4 ml de alcohol 2-etilhexílico. La mezcla se hizo reaccionar durante dos horas a 130°C para obtener una disolución homogénea. Después, se añadieron 1,11 g de anhídrido ftálico a la disolución homogénea, y la mezcla se hizo reaccionar a 130°C durante una hora. Toda la disolución de la reacción resultante se añadió gota a gota durante una hora a 200 ml de tetracloruro de titanio mantenido a -20°C en otro matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido suficientemente por gas nitrógeno. La disolución mixta se calentó hasta 110°C durante cuatro horas, y se añadieron 2,68 ml de ftalato de diisobutilo. La mezcla se hizo reaccionar durante dos horas. Después de la reacción, la porción líquida se eliminó mediante filtración. El sólido que queda se lavó con decano y hexano a 110°C hasta que no se detectaron compuestos de titanio libres, se filtró y se secó para obtener un componente catalítico sólido en forma de un polvo. Se midió el contenido de titanio en el componente catalítico sólido y se encontró que era 3,1% en peso.

<Preparación de catalizador de la polimerización y polimerización>

Se preparó un catalizador de la polimerización y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó el componente catalítico sólido preparado anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 18)

<Preparación de componente catalítico sólido>

Un matraz de fondo redondo de 1.000 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido suficientemente por gas nitrógeno, se cargó con 32 g de copos de magnesio usados como agente de Grignard. Se añadió gota a gota una mezcla de 120 g de cloruro de butilo y 500 ml de éter dibutílico al magnesio durante cuatro horas a 50°C, y después la mezcla se hizo reaccionar durante una hora a 60°C. Después de la reacción, la disolución de la reacción se enfrió hasta la temperatura ambiente, y los componentes sólidos se eliminaron mediante filtración para obtener una disolución del compuesto magnésico. 150 ml de la disolución del compuesto magnésico se añadieron gota a gota durante cuatro horas a 5°C a una disolución homogénea que se preparó a partir de 240 ml de hexano, 5,4 g de tetrabutoxititanio, y 61,4 g de tetraetoxisilano en un matraz de fondo redondo de 500 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido suficientemente por gas nitrógeno. Después de la reacción, la mezcla se agitó durante una hora a temperatura ambiente. La disolución de la reacción resultante se filtró a temperatura ambiente para eliminar una porción líquida. El sólido resultante se lavó ocho veces con 240 ml de hexano, y se secó a presión reducida para obtener un producto sólido. Se añadieron 8,6 g del producto sólido a un matraz de fondo redondo de 100 ml equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se había sustituido suficientemente por gas nitrógeno, seguido de la adición de 48 ml de tolueno y 5,8 ml de ftalato de diisobutilo. La mezcla se hizo reaccionar durante una hora a 95°C. Seguidamente, la porción líquida se eliminó mediante filtración, y el residuo sólido se lavó ocho veces con 85 ml de tolueno. Después de lavar, se añadieron al matraz 21 ml de tolueno, 0,48 ml de ftalato de diisobutilo, y 12,8 ml de tetracloruro de titanio. Después, la mezcla se hizo reaccionar a 95°C durante ocho horas. Después de la reacción, el sólido se separó del líquido a 95°C, se lavó dos veces con 48 ml de tolueno, y se trató nuevamente con una mezcla de ftalato de diisobutilo y tetracloruro de titanio en las mismas condiciones que antes. El sólido resultante se lavó ocho veces con 48 ml de hexano, se filtró y se secó para obtener un componente catalítico sólido en forma de un polvo. Se analizó el contenido de titanio en el componente catalítico sólido y se encontró que era 2,1% en peso.

<Preparación de catalizador de polimerización y polimerización>

Se preparó un catalizador de la polimerización y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó el componente catalítico sólido preparado anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

45 (Ejemplo 19)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se prolongó el tiempo de reacción desde una hora a dos horas. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 20)

Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)-t-butilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 21)

Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)-di-t-butilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 22)

5 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)ciclohexilciclopentilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 23)

10 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)ciclohexilhexilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 24)

10 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(etilamino)-t-butilisobutilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 27)

15 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)didecahidronaftilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 28)

20 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)ciclohexilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 1 Comparativo)

25 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó ciclohexilmetildimetoxisilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 2 Comparativo)

30 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(dietilamino)dimetoxisilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 3 Comparativo)

30 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó diisopropilaminotrietoxisilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 4 Comparativo)

35 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(dimetilamino)metoxisilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 5 Comparativo)

40 Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó ciclohexilmetildimetoxisilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano, y el tiempo de la polimerización se prolongó de una hora a dos horas. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo 29)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

45 Se sintetizó bis(metilamino)diciclopentilsilano de la misma manera como en el Ejemplo 1, excepto que se usó metilamina en lugar de etilamina. El rendimiento fue 82,5%. Se confirmó que este producto fue bis(metilamino)diciclopentilsilano mediante el análisis elemental. El análisis elemental confirmó que el compuesto

consiste en C: 63,53 % (63,65%), H: 11,56% (11,57%), y N: 12,35% (12,37%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 30)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

- 5 Se sintetizó bis(n-propilamino)diciclopentilsilano de la misma manera como en el Ejemplo 1, excepto que se usó n-propilamina en lugar de etilamina. El rendimiento fue 82,5%. Se confirmó que este producto fue bis(n-propilamino)diciclopentilsilano mediante el análisis elemental. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 68,03 % (68,02%), H: 12,15% (12,13%), y N: 9,90% (9,91%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

10 **(Ejemplo 31)**

<Preparación de catalizador de polimerización y polimerización>

Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)diciclopentilsilano, preparado en el Ejemplo 29, en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

15 **(Ejemplo 32)**

<Preparación de catalizador de polimerización y polimerización>

Se preparó un componente catalítico sólido, se preparó un catalizador de polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(n-propilamino)diciclopentilsilano, preparado en el Ejemplo 30, en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

20 **(Ejemplo 33)**

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

- Un matraz de tres bocas equipado con un agitador, cuya atmósfera interna se sustituyó suficientemente por gas nitrógeno seco, se cargó con una disolución toluénica deshidratada/desoxidada (tolueno: 100 ml) que contiene 0,9 moles de metilamina deshidratada/desoxidada en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C. Después, se añadió lentamente gota a gota una disolución de tolueno (50 ml) que contiene 0,2 moles de tetracloruro de silicio a partir de un embudo de goteo durante 30 minutos, mientras se agitaba la mezcla. La reacción fue exotérmica, y se produjo simultáneamente con el goteo un precipitado blanco que contiene hidrocloreto de amina. Después de la adición, la mezcla se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente. Después, la mezcla se calentó hasta 40°C y se hizo reaccionar durante una hora. Después de la reacción, la mezcla de reacción se filtró en una atmósfera de gas nitrógeno, y los componentes sólidos se lavaron con 10 ml de tolueno, separando de ese modo un sólido de un líquido.

- La disolución toluénica resultante se concentró a presión reducida a 50°C hasta un volumen de un cuarto del volumen original, y se añadieron 150 ml de n-heptano deshidratado/desoxidado. La mezcla se enfrió hasta 10°C y se dejó reposar toda la noche para recristalizar un sólido. Los cristales precipitados similares a agujas se recogieron mediante filtración y se secaron en una atmósfera de gas nitrógeno para obtener tetraquis(metilamino)silano. Basándose en el peso de los cristales, se confirmó que el rendimiento de la primera recristalización fue 50%. El residuo se sometió a una segunda recristalización, y se añadieron los cristales resultantes. El rendimiento fue 55%. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 32,23% (32,40%), H: 10,67% (10,88%), y N: 37,70% (37,78%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

40 **(Ejemplo 34)**

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

- Un matraz cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con gas nitrógeno se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,2 moles de t-butilamina, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A la disolución enfriada se añadieron lentamente usando un embudo de goteo 60 ml de una disolución de THF que contiene 0,2 moles de BuMgCl. Después de la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 40°C durante dos horas para terminar la reacción. A continuación, un matraz cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con gas nitrógeno se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,1 moles de tetrametoxisilano, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. Se añadió lentamente usando un embudo de goteo una suspensión de sal de Mg de t-butilamina obtenida mediante la reacción anterior. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 50°C durante tres horas. El sólido producido se separó del líquido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 20 ml de tolueno y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó a presión reducida. El residuo se destiló a presión reducida para purificar bis(t-butilamino)dimetoxisilano, que es el producto principal.

Un matraz cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con gas nitrógeno se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,1 moles de etilamina, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A la disolución enfriada se añadieron lentamente usando un embudo de goteo 60 ml de una disolución de THF que contiene 0,1 moles de BuMgCl. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 20°C durante dos horas para

5 terminar la reacción. A continuación, un matraz cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con gas nitrógeno se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de bis(t-butilamino)dimetoxisilano, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. Se añadió lentamente usando un embudo de goteo una suspensión de una mezcla de sal de Mg de etilamina obtenida mediante la reacción anterior a la disolución toluénica que contiene bis(t-butilamino)dimetoxisilano. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 50°C durante cuatro horas. El sólido

10 producido se separó mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 20 ml de tolueno, y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó a presión reducida. El residuo se destiló a presión reducida para purificar bis(t-butilamino)bis(dietilamino)silano, que es el producto principal. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 55,30% (55,33%), H: 12,32% (12,38%), y N: 21,39% (21,51%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

15 (Ejemplo 35)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Se sintetizó bis(perhidroquinolino)dimetoxisilano mediante un método de síntesis general. Seguidamente, se produjeron 110 ml de una mezcla de reacción que contiene 0,1 moles de sal de Mg de dietilamina según el método del Ejemplo 34. Un matraz cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con 80

20 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de bis(perhidroquinolino)dimetoxisilano, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. Seguidamente, se añadieron lentamente 110 ml de la mezcla de reacción semejante a una suspensión que contiene 0,1 moles de sal de Mg de dietilamina a la disolución anterior usando un embudo de goteo. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 60°C durante seis horas. El sólido producido se separó mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 20 ml de tolueno, y se añadió

25 a la disolución. El disolvente se evaporó a presión reducida. El residuo se destiló a presión reducida para purificar bis(perhidroquinolino)bis(etilamino)silano, que es el producto principal. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 67,20% (67,29%), H: 11,30% (11,29%), y N: 14,25% (14,27%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 36)

30 <Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con 80 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de di-t-butilamina en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A la disolución toluénica anterior que contiene di-t-butilamina se añadieron

35 lentamente 50 ml de una disolución de THF que contiene 0,05 moles de BuMgCl, usando un embudo de goteo. Tras la adición, la mezcla se calentó hasta 40°C y se hizo reaccionar durante dos horas, obteniendo de ese modo una suspensión de sal de Mg de di-t-butilamina. A continuación, un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de tetrametoxisilano en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. Toda la cantidad de la suspensión mencionada anteriormente de sal de Mg de di-t-butilamina se añadió lentamente, usando

40 un embudo de goteo, a la disolución toluénica que contiene tetrametoxisilano. Tras la adición, la mezcla se calentó hasta 50°C y se hizo reaccionar a la misma temperatura durante cuatro horas. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto principal de (di-t-butilamino)trimetoxisilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con la disolución toluénica que contiene 0,03 moles de (di-t-butilamino)trimetoxisilano en

45 una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. De la misma manera como en el Ejemplo 35, se añadió lentamente una suspensión que contiene 0,09 moles de sal de Mg de dietilamina, sintetizada a partir de dietilamina y BuMgCl, a la disolución toluénica anterior que contiene 0,03 moles de (di-t-butilamino)trimetoxisilano, usando un embudo de goteo. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 50°C durante

50 cuatro horas. Después de la reacción, el sólido se separó en la disolución mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno, se lavó dos veces con 20 ml de tolueno, y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto principal de tris(etilamino)di-t-butilaminosilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 58,30% (58,27%), H: 12,41% (12,58%), y N: 19,25% (19,42%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

55 (Ejemplo 37)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Una suspensión de 0,1 moles de sal de Mg de di-t-butilamina se preparó en el mismo método de síntesis del Ejemplo 36. A continuación, un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno

gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de tetrametoxisilano en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A la disolución toluénica se añadieron lentamente 100 ml de la suspensión mencionada anteriormente de 0,1 moles de sal de Mg de di-t-butilamina usando un embudo de goteo. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 60°C durante cuatro horas. Después de la reacción, el sólido se separó de la disolución mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno, se lavó con 20 ml de tolueno, y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto principal de bis(di-t-butilamino)dimetoxisilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Una suspensión (80 ml) de 0,08 moles de sal de Mg de metilamina se sintetizó mediante la reacción de metilamina y BuMgCl de la misma manera como en el Ejemplo 36. Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con una disolución toluénica que contiene 0,04 moles de bis(di-t-butilamino)dimetoxisilano en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A esta disolución se añadieron lentamente usando un embudo de goteo 80 ml de la suspensión mencionada anteriormente de 0,08 moles de sal de Mg de metilamina. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 70°C durante cinco horas. Después de la reacción, se separó un sólido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 20 ml de tolueno, y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó a presión reducida, y el producto principal de bis(di-t-butilamino)bis(metilamino)silano se purificó mediante destilación a presión reducida. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 62,48% (62,73%), H: 12,41% (12,87%), y N: 16,20% (16,26%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

20 (Ejemplo 38)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución de THF que contiene 0,05 moles de etilamina. La disolución se enfrió hasta -10°C, y se añadieron gota a gota 5 ml de una disolución hexánica de BuLi, en una cantidad equimolar a etilamina (disolución 0,01 moles/ml), para obtener la sal de Li de etilamina. A la mezcla de reacción se añadió gota a gota una disolución heptánica que contiene 0,025 mmoles de bis(perhidroisoquinolino)dimetoxisilano, que se enfrió hasta -10°C. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 50°C durante dos horas. Después de la reacción, el sólido producido se separó del líquido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con heptano. Se añadió el líquido del lavado, y la disolución se concentró a presión reducida. El concentrado se analizó mediante cromatografía de gases para observar, además de tres ciclos debido al disolvente residual y los isómeros estructurales cis, trans de bis(perhidroisoquinolino), un pico que se supone que es debido a una cantidad muy pequeña (1 a 2%) de derivado monosustituido. Como resultado de la purificación mediante destilación a presión reducida, se obtuvo bis(etilamino)bis(perhidroisoquinolino)silano. El análisis elemental del compuesto resultante confirmó que el compuesto consiste en C: 67,41% (67,29%), H: 11,10% (11,29%), y N: 14,11% (14,27%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 39)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución en THF de dietilamina (0,1 moles/50 ml). La disolución se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba, y se añadieron lentamente gota a gota usando un embudo de goteo, 100 ml de una disolución en THF de BuMgCl (0,1 moles/100 ml). Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 40°C durante dos horas para terminar la reacción. Una suspensión de sal de Mg de dietilamina obtenida de esta manera se añadió lentamente a 50 ml de una disolución toluénica 0,09 moles/50 ml de tetraquis(etilamino)silano, sintetizado según el método del Ejemplo 33, a -10°C mientras se agitaba. Después de la adición, la mezcla se dejó reaccionar a 50°C durante dos horas. El producto de la reacción se centrifugó en una corriente de nitrógeno para separar un sólido de un líquido. El sólido se lavó dos veces con tolueno. La disolución se concentró y se purificó mediante destilación a presión reducida. El tris(etilamino)(dietilamino)silano así obtenido se sometió a análisis elemental para confirmar que el compuesto consiste en C: 41,32% (51,67%), H: 12,10% (12,14%), y N: 23,98% (24,10%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

50 (Ejemplo 40)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso se cargó con 100 ml de una disolución en THF de dietilamina (0,1 moles/50 ml). La disolución se enfrió hasta -10°C, y se añadieron lentamente gota a gota, usando un embudo de goteo, 200 ml de una disolución en THF de BuMgCl (0,1 moles/100 ml). Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 40°C durante dos horas para terminar la reacción. Una suspensión de sal de Mg de dietilamina obtenida de esta manera se añadió lentamente a 50 ml de una disolución toluénica 0,09 moles/50 ml de tetraquis(etilamino)silano sintetizado según el método del Ejemplo 33, a -10°C mientras se agitaba. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 60°C durante tres horas. El producto de reacción

se centrifugó en una corriente de nitrógeno para separar un sólido de un líquido. El sólido se lavó dos veces con tolueno. La disolución se concentró y se purificó mediante destilación a presión reducida. El bis(etilamino)bis(diethylamino)silano así obtenido se sometió a análisis elemental para confirmar que el compuesto consiste en C: 55,23% (55,33%), H: 12,30% (12,38%), y N: 21,49% (21,51%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 41)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución en THF de t-butiletilamina (0,05 moles/50 ml). La disolución se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba, y se añadieron lentamente gota a gota, usando un embudo de goteo, 50 ml de una disolución en THF de BuMgCl (0,05 moles/50 ml). Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 40°C durante dos horas. Una suspensión de sal de Mg de t-butiletilamina obtenida de esta manera se añadió gota a gota a un matraz enfriado hasta -10°C, que contenía 50 ml de una disolución toluénica 0,05 moles/50 ml de tetraquis(metilamino)silano sintetizado de la misma manera como en el Ejemplo 33. Tras la adición, la mezcla se hizo reaccionar a 50°C durante dos horas. La mezcla de reacción resultante se concentró hasta alrededor de la mitad del volumen original a presión reducida a temperatura ambiente, y el sólido se separó del líquido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 15 ml de tolueno. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto resultante se purificó mediante destilación a presión reducida. El rendimiento fue 50%, que fue equivalente al valor teórico. El tris(metilamino)(t-butiletilamino)silano así obtenido se sometió a análisis elemental para confirmar que el compuesto consiste en C: 49,41% (49,49%), H: 12,01% (12,00%), y N: 25,61% (25,65%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 42)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con 80 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de diisopropilamina en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A la disolución toluénica anterior que contiene diisopropilamina se añadieron lentamente 50 ml de una disolución de THF que contiene 0,05 moles de BuMgCl, usando un embudo de goteo. Después de la adición, la mezcla se calentó hasta 50°C y se hizo reaccionar durante dos horas, obteniendo de ese modo una suspensión de sal de Mg de diisopropilamina. A continuación, un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con 50 ml de una disolución toluénica que contiene 0,05 moles de tetrametoxisilano en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. Toda la cantidad de la suspensión mencionada anteriormente de sal de Mg de diisopropilamina se añadió lentamente usando un embudo de goteo a la disolución toluénica que contiene tetrametoxisilano. Después de la adición, la mezcla se calentó hasta 50°C y se hizo reaccionar a esa temperatura durante tres horas. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto principal de (diisopropilamino)trimetoxisilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Una suspensión que contiene sal de Mg de metilamina se preparó mediante reacción de 0,09 moles de BuMgCl y una cantidad equimolar de metilamina según el método del Ejemplo 36. Un matraz de tres bocas cuya atmósfera interna se purgó suficientemente con nitrógeno gaseoso se cargó con la disolución toluénica que contiene 0,03 moles de (diisopropilamino)trimetoxisilano en una corriente de nitrógeno, y se enfrió hasta -10°C mientras se agitaba. A esta disolución se añadió lentamente gota a gota, usando un embudo de goteo, una suspensión que contiene 0,09 moles de sal de Mg de metilamina. Tras la adición, la mezcla se calentó gradualmente y se hizo reaccionar a 60°C durante cinco horas. Después de la reacción, se separó un sólido mediante centrifugación en una corriente de nitrógeno. El sólido se lavó dos veces con 20 ml de tolueno y se añadió a la disolución. El disolvente se evaporó de la disolución a presión reducida, y el producto principal de tris(metilamino)diisopropilaminosilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Como resultado del análisis elemental, se encontró que el compuesto consiste en C: 49,42% (49,49%), H: 12,11% (12,00%), y N: 25,45% (25,65%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

(Ejemplo 43)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tetraquis(metilamino)silano obtenido en el Ejemplo 33 en lugar de bis(etilamino)diclopropilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 44)

Se llevó a cabo el experimento de la misma manera como en el Ejemplo 43, excepto que la cantidad de hidrógeno gaseoso usado para preparar el catalizador de polimerización y para llevar a cabo la reacción de polimerización se disminuyó hasta 1 l desde 4 l. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 45)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de bis(t-butilamino)bis(dietilamino)silano obtenido en el Ejemplo 34 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

5 **(Ejemplo 46)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de bis(perhidroquinolino)bis(dietilamino)silano obtenido en el Ejemplo 35 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 47)

10 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de tris(etilamino)di-t-butilaminosilano obtenido en el Ejemplo 36 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 48)

15 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de bis(di-t-butilamino)bis(metilamino)silano obtenido en el Ejemplo 37 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 49)

20 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de bis(etilamino)bis(perhidroisoquinolino)silano obtenido en el Ejemplo 38 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 50)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de tris(etilamino)bis(dietilamino)silano obtenido en el Ejemplo 39 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

25 **(Ejemplo 51)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 0,13 mmoles de bis(etilamino)bis(dietilamino)silano obtenido en el Ejemplo 40 en lugar de 0,26 mmoles de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 52)

30 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)(t-butiletilamino)silano obtenido en el Ejemplo 41 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 53)

35 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)diisopropilaminosilano obtenido en el Ejemplo 42 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 54)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 17, excepto que se usó tetraquis(metilamino)silano obtenido en el Ejemplo 33 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

40 **(Ejemplo 55)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 18, excepto que se usó tetraquis(metilamino)silano obtenido en el Ejemplo 33 en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

(Ejemplo 56)

45 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)(dietilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 57)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)(di-4-metoxifenilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 58)

- 5 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)(diciclohexilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 59)

- 10 Se llevó a cabo la polimerización en masa de propileno en las mismas condiciones, excepto que se usó bis(metilamino)bis(t-butilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 60)

- 15 Se llevó a cabo la polimerización en masa de propileno en las mismas condiciones como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)bis(perhidroisoquinolino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 61)

Se llevó a cabo la polimerización en masa de propileno en las mismas condiciones como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(etilamino)(perhidroisoquinolino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 7.

- 20 **(Ejemplo 62)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó tris(metilamino)(ciclohexilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 7.

(Ejemplo 63)

- 25 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(etilamino)diisopropilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 64)

- 30 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(n-propilamino)diisopropilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 65)

- 35 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(etilamino)diciclopentilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 66)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(n-propilamino)diciclopentilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

- 40 **(Ejemplo 67)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(etilamino)t-butiletilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 68)

- 45 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(n-propilamino)t-butiletilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 69)

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(etilamino)di-t-butilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

5 **(Ejemplo 70)**

Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(n-propilamino)di-t-butilsilano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 72)

10 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(n-propilamino)bis(isoquinolil)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 73)

15 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó (metilamino)(etilamino)bis(dietilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 74)

20 Se llevó a cabo el mismo experimento como en el Ejemplo 9, excepto que se usó bis(metilamino)(n-propilamino)(dietilamino)silano en lugar de bis(etilamino)diciclopentilsilano. Los resultados de la polimerización se muestran en la Tabla 8.

(Ejemplo 75)

<Síntesis de compuesto aminosilánico>

25 Un matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso muy puro se cargó con una disolución de metilamina en THF. La disolución se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente una disolución hexánica de butil-litio comercialmente disponible, en una cantidad equimolar a etilamina, usando un embudo de goteo mientras se agitaba. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente hasta 50°C, y la mezcla se hizo reaccionar durante dos horas para obtener una suspensión de sal de litio de metilamina. Otro matraz en el que la atmósfera interna se sustituyó suficientemente por nitrógeno gaseoso muy puro se cargó con una disolución toluénica de bis(metoxi)di-t-butilsilano (un producto comercialmente disponible) que se enfrió hasta -10 a 0°C, y se añadió lentamente la suspensión anterior de sal de litio de metilamina, en una cantidad 2,1 veces por mol del bis(metoxi)di-t-butilsilano, usando un inyector en una corriente de nitrógeno. Tras la adición, la temperatura se incrementó gradualmente, y la mezcla se hizo reaccionar a 70°C durante cuatro horas. Después de la reacción, la mezcla de reacción se filtró en una atmósfera de nitrógeno y los componentes sólidos se lavaron con una pequeña cantidad de tolueno, separando de ese modo un sólido de un líquido. El disolvente se evaporó de la disolución, y el producto principal de bis(metilamino)di-t-butilsilano se purificó mediante destilación a presión reducida. Se encontró que el punto de ebullición del compuesto fue 68°C/5 mmHg. El rendimiento fue 86,5%. Se confirmó que este producto fue bis(metilamino)di-t-butilsilano mediante RMN ¹H, IR, y el análisis elemental. El análisis elemental confirmó que el compuesto consiste en C: 62,33% (62,54%), H: 12,98% (13,12%), y N: 12,02% (12,16%), en el que los porcentajes de los paréntesis son valores teóricos.

40 Además, el espectro de IR tuvo una absorción mediante vibración de estiramiento N-H típica de una amina secundaria en la vecindad de 3400 cm⁻¹. En la Tabla 3 se muestran la posición atribuible a los protones obtenidos de la gráfica del espectro de RMN ¹H, y las intensidades espectrales. Los resultados de estos análisis apoyan que el compuesto obtenido fue bis(metilamino)-t-butilsilano. La RMN ¹H e IR se midieron en las mismas condiciones como en el Ejemplo 1.

45

TABLA 3

Tipo de protón	Número de protones	Posición del pico (ppm)
Protón de CH ₃ en el grupo t-butilo	18	0,9763 a 0,9565 (multiplete)
Protón de grupo metilo de grupo metilamino	6	2,5813 (singlete)
Protón de NH de grupo etilamino	2	0,2000 (singlete ancho)

(Ejemplo 76)

Se preparó un catalizador de la polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó 2,2-di(isobutil)-1,3-dimetoxipropano en lugar de ftalato de di-n-butilo. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

5 **(Ejemplo 77)**

Se preparó un catalizador de la polimerización, y se llevó a cabo la polimerización de la misma manera como en el Ejemplo 9, excepto que se usó 2,3-n-propilsuccinato de dietilo en lugar de ftalato de di-n-butilo. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

TABLA 4

Ejemplo	Componente (C)	Actividad de polimerización g-PP/g-cat	HI, % en peso	BD g/ml	MI g/10 min	Mw/Mn	p.f. °C
Ejemplo 9	bis(etilamino)diciclopentilsilano	50.200	97,5	0,44	170		162
Ejemplo 11	bis(etilamino)diisopropilsilano	49.800	97,5	0,44	179		
Ejemplo 13	bis(metilamino)diciclohexilsilano	50.100	97,5	0,44	72	10	
Ejemplo 15	bis(metilamino)bis(decahidronaftil)silano	36.100	97,5	0,44	80	13	
Ejemplo 16	bis(etilamino)ciclohexilciclopentilsilano	50.100	97,8	0,44	174	10	
Ejemplo 17	bis(etilamino)diciclopentilsilano	30.500	97,2	0,43	160		
Ejemplo 18	bis(etilamino)diciclopentilsilano	35.200	97,4	0,45	135		
Ejemplo 19	bis(etilamino)diciclopentilsilano	89.400	97	0,45	145		
Ejemplo 1 comparativo	ciclohexilmetildimetoxisilano	57.700	97,2	0,44	17	7,3	
Ejemplo 2 comparativo	bis(dietilamino)dimetoxisilano	16.500	94,4	0,43	199		
Ejemplo 3 comparativo	diisopropilaminotrietoxisilano	30.900	97,7	0,43	40		
Ejemplo 4 comparativo	tris(dimetilamino)metoxisilano	15.300	90,3	0,44	79		
Ejemplo 5 comparativo	ciclohexilmetildimetoxisilano	65.000	97,5	0,44	16		
Ejemplo 31	bis(metilamino)diciclopentilsilano	46.200	98	0,44	96	5,2	163
Ejemplo 32	bis(n-propilamino)diciclopentilsilano	45.600	97,2	0,44	148	5,8	161
Ejemplo 76	bis(etilamino)diciclopentilsilano	45.000	96	0,44	300		
Ejemplo 77	bis(etilamino)diciclopentilsilano	33.400	96	0,42	160	13	

TABLA 5

Ejemplo	Componente (C)	Actividad de polimerización g-PP/g-cat	HI, % en peso	BD g/ml	MI g/10 min	Mw/Mn
Ejemplo 20	tris(metilamino)-t-butilsilano	42.000	97,8	0,44	200	-
Ejemplo 21	bis(metilamino)-di-t-butilsilano	49.800	97,6	0,44	140	11
Ejemplo 22	bis(metilamino)ciclohexilciclopentilsilano	50.000	97	0,44	160	-
Ejemplo 23	bis(metilamino)ciclohexilhexilsilano	49.200	97	0,44	100	5
Ejemplo 24	bis(etilamino)-t-butilisobutilsilano	47.800	97,5	0,44	135	-
Ejemplo 27	bis(metilamino)didecahidronaftilsilano	42.100	96,8	0,44	89	14
Ejemplo 28	tris(metilamino)ciclohexilsilano	45.000	96,8	0,44	185	-

TABLA 6

Ejemplo	Componente (C)	Actividad de polimerización g-PP/g-cat	HI, % en peso	BD g/ml	MI g/10 min.	Mw/Mn
Ejemplo 43	tetraquis(metilamino)silano	47.400	94,6	0,44	244	
Ejemplo 44	tetraquis(metilamino)silano	33.300	95,2	0,44	165	
Ejemplo 45	bis(t-butilamino)bis(dietilamino)silano	47.000	96,3	0,44	160	
Ejemplo 46	bis(perhidroquinolino)bis(dietilamino)silano	38.200	96,8	0,44	175	18
Ejemplo 47	tris(etilamino)-di-t-butilaminosilano	49.900	97,2	0,44	210	15,8
Ejemplo 48	bis(di-t-butilamino)bis(metilamino)silano	50.900	96,2	0,45	100	17,8
Ejemplo 49	bis(etilamino)bis(perhidroisoquinolino)silano	29.600	96,2	0,43	180	20
Ejemplo 50	tris(etilamino)(dietilamino)silano	39.600	96,8	0,44	350	
Ejemplo 51	bis(etilamino)bis(dietilamino)silano	42.000	96,5	0,44	145	
Ejemplo 52	tris(metilamino)(t-butiletilamino)silano	30.500	96,1	0,43	250	12
Ejemplo 53	tris(metilamino)diisopropilaminosilano	35.200	96,3	0,44	125	
Ejemplo 54	tetraquis(metilamino)silano	33.100	93,2	0,44	170	
Ejemplo 55	tetraquis(metilamino)silano	42.000	93	0,45	131	

TABLA 7

Ejemplo	Componente (C)	Actividad de polimerización g-PP/g-cat	HI, % en peso	BD g/ml	MI g/10 min.	Mw/ Mn
Ejemplo 56	Tris(metilamino)(dietilamino)silano	37,500	97,1	0,44	160	-
Ejemplo 57	tris(metilamino)(di-4-metoxifenilamino)silano	31,000	97	0,44	130	-
Ejemplo 58	tris(metilamino)(diciclohexilamino)silano	36,000	97	0,44	180	-
Ejemplo 59	bis(metilamino)bis(t-butilamino)silano	42,200	97,3	0,44	180	-
Ejemplo 60	bis(metilamino)bis(perhidroisoquinolin)silano	32,800	97,5	0,44	75	13
Ejemplo 61	tris(etilamino)(perhidroisoquinolin)silano	41,000	97	0,44	200	-
Ejemplo 62	tris(metilamino)(ciclohexilamino)silano	31,100	97,2	0,44	150	-

TABLA 8

Ejemplo	Componente (C)	Actividad de polimerización g-PP/g-cat	HI, % en peso	BD g/ml	MI g/10 min.	Mw/Mn
Ejemplo 63	(metilamino)(etilamino)diisopropilsilano	46.400	97,6	0,44	180	8
Ejemplo 64	(metilamino)(n-propilamino)diisopropilsilano	43.300	97,2	0,44	185	9
Ejemplo 65	(metilamino)(etilamino)diciclopentilsilano	49.000	97,1	0,44	165	10,3
Ejemplo 66	(metilamino)(n-propilamino)diciclopentilsilano	48.200	96,1	0,44	195	10,4
Ejemplo 67	(metilamino)(etilamino)-t-butileilsilano	43.900	97,3	0,44	100	8,8
Ejemplo 68	(metilamino)(n-propilamino)-t-butileilsilano	40.900	96,2	0,45	150	10
Ejemplo 69	(metilamino)(etilamino)-di-t-butilsilano	45.600	97,2	0,43	95	12,01
Ejemplo 70	(metilamino)(n-propilamino)-di-t-butilsilano	42.600	96	0,44	105	16,8
Ejemplo 72	(metilamino)(n-propilamino)bis(isoquinolil)silano	30.500	96,1	0,43	95	18
Ejemplo 73	(metilamino)(etilamino)bis(dietilamino)silano	37.200	97,1	0,44	170	8,5
Ejemplo 74	bis(metilamino)(n-propilamino)(dietilamino)silano	37.100	97,2	0,44	151	7,9

5 La distribución de pesos moleculares se midió sólo para polímeros preparados en los Ejemplos 13, 15, 16, 21, 23, 27, 31, 32, 46, 47, 48, 49, 52, y 60, y en el Ejemplo 1 Comparativo. A partir de los resultados anteriores se puede observar que se pueden obtener polímeros con estereorregularidad elevada con un gran rendimiento, y se puede obtener una excelente respuesta de hidrógeno usando un compuesto aminosilánico en la polimerización. También se encontró que algunos compuestos aminosilánicos pueden ampliar la distribución de pesos moleculares del polímero resultante.

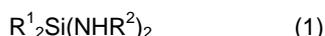
APLICABILIDAD INDUSTRIAL

10 Cuando se usa como componente catalítico para la polimerización de olefinas, el nuevo compuesto aminosilánico y los compuestos aminosilánicos específicos de la presente invención pueden mantener enormemente la estereorregularidad y el rendimiento de los polímeros, y pueden mostrar una excelente respuesta de hidrógeno cuando se comparan con los catalizadores generales. Por lo tanto, debido a la capacidad de reducir la cantidad de hidrógeno usado para la polimerización y debido a la elevada actividad catalítica, se espera que el catalizador produzca no sólo poliolefinas para uso habitual a un coste bajo, sino también que sea útil en la fabricación de polímeros olefínicos que tienen muchas funciones.

15

REIVINDICACIONES

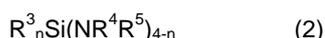
1. Un compuesto aminosilánico representado mediante la siguiente fórmula (1),



5 en la que R^1 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 3 a 5 átomos de carbono o un grupo ciclopentilo, siendo dos R^1 iguales o diferentes, y R^2 representa un grupo etilo.

2. El compuesto aminosilánico según la reivindicación 1, que es bis(etilamino)diciclopentilsilano o bis(etilamino)diisopropilsilano.

3. Un componente catalítico para la polimerización de olefinas representado mediante la siguiente fórmula (2),



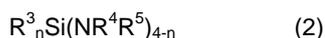
10 en la que R^3 representa un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^4 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^5 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^5 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 y R^5 se pueden enlazar para formar un anillo; n es 0 o un número entero de 1 a 3; y al menos uno de los grupos NR^4R^5 es un grupo amino secundario.

20 4. El componente catalítico para la polimerización de olefinas según la reivindicación 3, en el que, en la fórmula (2), n es 2; R^3 es un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 12 átomos de carbono o un grupo cicloalquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 es un átomo de hidrógeno; y R^5 es un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 3 átomos de carbono.

25 5. El componente catalítico para la polimerización de olefinas según la reivindicación 3, en el que, en la fórmula (2), n es 1; R^3 es un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 12 átomos de carbono o un grupo cicloalquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 es un átomo de hidrógeno; y R^5 es un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 3 átomos de carbono.

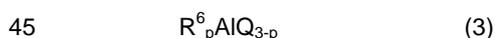
6. El componente catalítico para la polimerización de olefinas según la reivindicación 3, en el que, en la fórmula (2), n es 0; dos de los cuatro grupos NR^4R^5 son grupos perhidroquinolino o grupos perhidroisoquinolino, o uno de los cuatro grupos NR^4R^5 es un grupo amino secundario en el que el R^4 es un átomo de hidrógeno.

30 7. Un catalizador para la polimerización de olefinas formado de un compuesto aminosilánico como componente esencial, que se representa mediante la siguiente fórmula (2),



35 en la que R^3 representa un grupo alquilo ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^3 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^4 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^5 representa un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene 1 a 20 átomos de carbono, un grupo cicloalquilo o un derivado del mismo, un grupo vinilo, un grupo arilo, o un grupo aralquilo, siendo dos o más R^5 , que pueden estar presentes, iguales o diferentes; R^4 y R^5 se pueden enlazar para formar un anillo; n es 0 o un número entero de 1 a 3; y al menos uno de los grupos NR^4R^5 es un grupo amino secundario.

8. Un catalizador para la polimerización de olefinas formado a partir de (A) un componente catalítico sólido que comprende magnesio, titanio, halógeno, y un compuesto dador de electrones; (B) un compuesto de organoaluminio representado mediante la siguiente fórmula (3),



en la que R^6 representa un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, Q representa un átomo de hidrógeno o un átomo de halógeno, y p representa un número real que satisface la fórmula $0 < p \leq 3$; y (C) un componente catalítico según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 6.

50 9. El catalizador para la polimerización de olefinas según la reivindicación 8, en el que el componente catalítico sólido (A) se prepara poniendo en contacto (a) un compuesto de magnesio, (b) un compuesto de haluro de titanio tetravalente, y (c) un compuesto dador de electrones.

10. Un procedimiento para producir un polímero olefínico, que comprende polimerizar olefinas en presencia del catalizador para la polimerización de olefinas según la reivindicación 8 ó 9.

11. El procedimiento para producir un polímero olefínico según la reivindicación 10, en el que las olefinas son propileno.

Figura 1

(A) Componente de metal de transición

(a) Compuesto de magnesio

(b) Compuesto de haluro de titanio tetravalente

(c) Compuesto dador de electrones

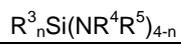
Contacto

(B) Componente de organoaluminio



$$0 < p \leq 3$$

(C) Compuesto aminosilánico



Olefina