

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 560**

21 Número de solicitud: 201530755

51 Int. Cl.:

C10G 50/02 (2006.01)

C07F 17/00 (2006.01)

C07C 2/22 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

29.05.2015

30 Prioridad:

30.05.2014 EP 14170548

43 Fecha de publicación de la solicitud:

30.11.2015

71 Solicitantes:

**TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY
(100.0%)**

**Zone Industrielle C
7181 - Seneffe (Feluy) BE**

72 Inventor/es:

**WELLE, Alexandre;
WASSENAAR, Jeroen y
SLAWINSKI, Martine**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

54 Título: **Uso de un catalizador de metaloceno para producir una polialfa-olefina**

57 Resumen:

Uso de un catalizador de metaloceno para producir una polialfa-olefina.

La invención se refiere al uso, en una reacción de oligomerización llevada a cabo en presencia de hidrógeno y a una temperatura elevada, de un catalizador racémico de metaloceno puenteado, un compuesto de metaloceno (A) que está representado por medio de la fórmula $R(Cp_1)(Cp_2) M X_1 X_2$ en la que R es un grupo puenteante alquileno C_1-C_{20} ; Cp_1 y Cp_2 son anillos tetrahidroindenilo sustituidos o no sustituidos iguales o diferentes, en los que si están sustituidos, las sustituciones pueden ser independientes y/o estar ligadas para formar estructuras multicíclicas; M es un metal de transición seleccionado entre el grupo que consiste en titanio, circonio y hafnio; X_1 y X_2 son de forma independiente hidrógeno, halógeno, radicales hidruro, radicales hidrocarbilo, radicales hidrocarbilo sustituidos, radicales halocarbilo, radicales halocarbilo sustituidos, radicales sililcarbilo, radicales sililcarbilo sustituidos, radicales germilcarbilo, radicales germilcarbilo sustituidos; o ambos X_1 y X_2 se unen y enlazan al átomo metálico para formar un anillo de metalociclo que contiene de 3 a 20 átomos de carbono; para la producción de polialfa-olefinas.

ES 2 552 560 A2

DESCRIPCIÓN

Uso de un catalizador de metaloceno para producir una polialfa-olefina

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al uso de un catalizador racémico de metaloceno puenteado para producir polialfaolefinas (PAO).

10 **Antecedentes de la invención**

Las polialfaolefinas (PAO) comprenden una clase de hidrocarburos fabricados por medio de oligomerización catalítica de olefinas tales como alfaolefinas C₂-C₂₀. PAO han logrado importancia en el mercado de aceites lubricantes ya que se pueden usar como reserva de base útil para lubricantes sintéticos. Teniendo presente esta aplicación, generalmente los esfuerzos de investigación se han centrado en fluidos que exhiben viscosidades útiles en un amplio intervalo de temperatura, tal como un índice de viscosidad (VI) mejorado. El índice de viscosidad es un número empírico que indica la tasa de cambio de la viscosidad de un aceite dentro de un intervalo concreto de temperatura. Normalmente, resulta deseable un índice de viscosidad elevado ya que el aceite tiene una viscosidad más elevada a temperatura elevada, lo que se traduce en una mejor lubricación y mejor protección de los elementos de la máquina que se encuentran en contacto. El índice de viscosidad (VI) se calcula de acuerdo con ISO 2009.

Los procesos para producir PAO son conocidos en la técnica. La oligomerización de PAO en presencia de catalizadores de metaloceno se ha descrito por ejemplo en el documento WO02/14384. El presente documento divulga el uso de catalizadores de CpFlu para la oligomerización de PAO. Los catalizadores de CpFlu son catalizadores de metaloceno que incorporan una estructura de ciclopentadienilo-fluorenilo. Los ejemplos comparativos J y K van destinados al uso de catalizadores racémicos de metaloceno puenteado tales como dicloruro de rac-etilbis(indenil)circonio o dicloruro de rac-dimetilsilil-bis(2-metil-indenil)circonio en combinación con metilalumoxano (MAO) a 40 °C (a 200 psi de hidrógeno o 1 mol de hidrógeno) para producir polideceno isotáctico para el que se ha presentado un KV₁₀₀ de 702 cSt, y un índice de viscosidad de 296; o para producir polideceno para el que se ha presentado un KV₁₀₀ de 1624 y un índice de viscosidad de 341, respectivamente.

En diversas aplicaciones es preferible obtener unas PAO con una baja viscosidad cinemática a 100 °C (KV₁₀₀). De este modo, se buscan PAO con bajo valor de KV₁₀₀ combinado con un buen índice de viscosidad. Dicho compromiso se puede lograr para favorecer la producción de 11-octildocosano en la fracción de trímero. De hecho, la presencia de este componente resulta beneficiosa para la propiedad de fluido, ya que permite mejores valores viscosimétricos (KV₁₀₀ e índice de viscosidad). El documento WO2007/011459 divulga la oligomerización de alfa-olefina para dar lugar a PAO que contienen 11-octildocosano en la fracción de trímero. Entre otros, se divulga el uso de dicloruro de rac-dimetilsililbis(tetrahidroindenil)circonio en un proceso de oligomerización sin la adición de hidrógeno durante la etapa de oligomerización. También se divulga la obtención de oligómeros con elevado grado de enlaces insaturados. No obstante, no se divulga la obtención de oligómeros con viscosidad cinemática KV₁₀₀ de como máximo 10 cSt medida de acuerdo con ASTM D445 a 100 °C junto con un índice de viscosidad de más de 160.

Otro problema encontrado en la técnica anterior consiste en llevar a cabo las reacciones de oligomerización con una buena actividad de catalizador. De hecho, se ha observado que la generación de productos con baja viscosidad cinemática viene acompañada de una pérdida de actividad del catalizador.

De este modo, existe la necesidad de producir PAO que tengan buenos valores viscosimétricos (es decir, un buen compromiso entre viscosidad cinemática e índice de viscosidad) junto con una buena actividad de catalizador.

50 **Sumario**

El uso de acuerdo con la invención va destinado a un catalizador de metaloceno de sitio único para producir, con buena actividad de catalizador, una polialfa-olefina (PAO) a temperatura elevada en presencia de hidrógeno, presentando el PAO una baja viscosidad cinemática y un elevado índice de viscosidad. Esta PAO comprende dímero, trímero, tetrámero y, opcionalmente, productos oligoméricos. Se define un catalizador de metaloceno de sitio único como un catalizador que contiene un centro metálico individual.

El uso de acuerdo con la invención va destinado a un catalizador racémico de metaloceno puenteado formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B) en un proceso para producir polialfaolefinas (PAO) que comprende las etapas de:

- poner en contacto, en presencia de hidrógeno, un monómero y el catalizador de metaloceno formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B), a una temperatura de 80 °C hasta 150 °C;
- recuperar un efluente que contiene polialfa-olefinas (PAO)

en el que el compuesto de metaloceno (A) viene representado por medio de la fórmula



5 en la que

- R es un grupo puenteante de alquileo C_1-C_{20} ;
- Cp_1 y Cp_2 son anillos tetrahidroindenilo sustituidos o no sustituidos iguales o diferentes, en los que si están sustituidos, las sustituciones pueden ser independientes y/o estar ligadas para formar estructuras multicíclicas;
- M es un metal de transición seleccionado entre el grupo que consiste en titanio, circonio y hafnio;
- 10 - X_1 y X_2 son de forma independiente hidrógeno, halógeno, radicales hidruro, radicales hidrocarbilo, radicales hidrocarbilo sustituidos, radicales halocarbilo, radicales halocarbilo sustituidos, radicales sililcarbilo, radicales sililcarbilo sustituidos, radicales germilcarbilo, radicales germilcarbilo sustituidos; o ambos X_1 y X_2 se unen y enlazan al átomo metálico para formar un anillo de metalacilo que contiene de 3 a 20 átomos de carbono.

15 Descripción detallada de la invención

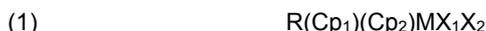
Antes de describir el presente uso de acuerdo con la invención, debe entenderse que la presente invención no está limitada a los métodos, componentes, o dispositivos particulares descritos, de forma que los métodos a lograr, los componentes y los dispositivos, por supuesto, pueden variar. También debe entenderse que no se pretende que la terminología usada en la presente memoria sea limitante, ya que el alcance de la presente invención viene determinado únicamente por las reivindicaciones adjuntas.

La referencia a "una realización" a lo largo de la presente memoria descriptiva significa que se incluye una característica o estructura particular descrita con respecto a la realización, en al menos una realización de la presente invención. De este modo, las apariciones de las frases "en una realización" o "en otra realización" en diversos puntos a lo largo de la presente memoria descriptiva no necesariamente se refieren a la misma realización, pero puede ocurrir que así sea. Además, las características y estructuras particulares se pueden combinar de cualquier manera con tal de que no sean obviamente incompatibles, como resulta evidente para la persona experta en la técnica a partir de la presente divulgación, en una o más realizaciones. Además, aunque algunas realizaciones descritas en la presente memoria incluyen algunas, pero no todas, las características incluidas en otras realizaciones, se entiende que las combinaciones de características de realizaciones diferentes están dentro del alcance de la invención, y forman diferentes realizaciones, como se comprende en la técnica. Por ejemplo, en las siguientes reivindicaciones, se pueden usar cualesquiera realizaciones reivindicadas en cualquier combinación.

35 Catalizador

Los catalizadores de metaloceno útiles de acuerdo con la invención están formados por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B).

40 Los compuestos de metaloceno útiles (A) están puenteados y pueden estar sustituidos o no sustituidos. Los compuestos de metaloceno útiles (A) son racémicos y están representados por medio de la fórmula



45 en la que

- R es un grupo puenteante de alquileo C_1-C_{20} ;
- Cp_1 y Cp_2 son anillos tetrahidroindenilo sustituidos o no sustituidos iguales o diferentes, en los que si están sustituidos, las sustituciones pueden ser independientes y/o estar ligadas para formar estructuras multicíclicas;
- M es un metal de transición seleccionado entre el grupo que consiste en titanio, circonio y hafnio;
- 50 - X_1 y X_2 son de forma independiente hidrógeno, halógeno, radicales hidruro, radicales hidrocarbilo, radicales hidrocarbilo sustituidos, radicales halocarbilo, radicales halocarbilo sustituidos, radicales sililcarbilo, radicales sililcarbilo sustituidos, radicales germilcarbilo, radicales germilcarbilo sustituidos; o ambos X_1 y X_2 se unen y enlazan al átomo metálico para formar un anillo de metalacilo que contiene de 3 a 20 átomos de carbono.

55 En una realización, en el compuesto de metaloceno (A), R es un grupo puenteante de alquileo C_1-C_{20} , R está preferentemente seleccionado entre el grupo que consiste en metileno ($-CH_2-$), etileno ($-CH_2-CH_2-$), metilmetileno ($-CH(CH_3)-$), 1-metil-etileno ($-CH(CH_3)-CH_2-$), n-propileno ($-CH_2-CH_2-CH_2-$), 2-metilpropileno ($-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-$), 3-metilpropileno ($-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-$), n-butileno ($-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-$), 2-metilbutileno ($-CH_2-CH(CH_3)-CH_2-CH_2-$), 4-metilbutileno ($-CH_2-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-$), pentileno y sus isómeros de cadena, hexileno y sus isómeros de cadena, heptileno y sus isómeros de cadena, octileno y sus isómeros de cadena, nonileno y sus isómeros de cadena, decileno y sus isómeros de cadena, undecileno y sus isómeros de cadena, dodecileno y sus isómeros de cadena. Más preferentemente, R es etileno.

60 En otra realización, en el compuesto de metaloceno (A), M es circonio.

65

En una realización preferida, el compuesto de metaloceno (A) está seleccionado entre etilen bis(tetrahidroindenil)circonio dimetilo racémico y dicloruro de etilen bis(tetrahidroindenil)circonio racémico. Preferentemente, el compuesto de metaloceno (A) es etilen bis(tetrahidroindenil)circonio dimetilo racémico.

5 Se puede seleccionar un componente de activador (B) útil entre alumoxano o activadores iónicos. Preferentemente, el componente de activador es un activador iónico.

10 En una realización, el componente de activador (B) es un alumoxano seleccionado entre metilalumoxano, metil alumoxano modificado, etilalumoxano, isobutilalumoxano o cualquiera de sus combinaciones. Preferentemente, el componente de activador (B) es metilalumoxano (MAO).

15 Generalmente, el activador de alumoxano es un compuesto oligomérico que contiene subunidades -Al (R1)-O-, en las que R1 es un grupo alquilo C₁-C₂₀ que es cíclico o lineal. Los activadores de alumoxano se conocen bien por parte del experto en la técnica, y su método de preparación se describe, por ejemplo, en el documento EP 0 279 586. Cuando se usa un alumoxano o alumoxano modificado, la proporción molar de activador/catalizador (es decir, la proporción de Al/Zr) varía preferentemente de 10 a 3.000, más preferentemente de 50 a 2.000 y del modo más preferido de 100 a 1.500.

20 En otra realización, el componente de activador (B) es un activador iónico seleccionado entre tetraquis(perfluorofenil)borato de dimetilanilinio, tetraquis(perfluorofenil)borato de trifenilcarbonio, tetraquis(perfluorofenil)aluminato de dimetilanilinio o cualquiera de sus combinaciones. Preferentemente, el activador iónico es tetraquis(perfluorofenil)borato de dimetilanilinio. Cuando se usa un activador iónico, la proporción molar de activador/catalizador varía de 0,5 a 4; preferentemente de 0,8 a 1,2.

25 Se puede usar el activador iónico en combinación con un co-activador que es trialkilaluminio, o un alumoxano tal como metilalumoxano. Preferentemente, el co-activador es un trialkilaluminio seleccionado entre tri-etil aluminio (TEAL), tri-iso-butil aluminio (TIBAL), tri-metil aluminio (TMA) y metil-metil-etil aluminio (MMEAL), más preferentemente el co-activador es tri-iso-butil aluminio (TIBAL). Cuando se usa un co-activador, la proporción molar de co-activador/catalizador varía preferentemente de 10 a 1000, preferentemente de 50 a 500, más preferentemente de 100 a 400.

30 La activación del catalizador de metaloceno se logra por medio de la combinación del compuesto de metaloceno (A) con el componente de activador (B) ya sea de forma simultánea o en cualquier secuencia y con cualquier intervalo de tiempo entre ellos y ya sea en presencia o ausencia del(de los) monómero(s) de olefina e hidrógeno. Preferentemente, el catalizador de metaloceno activado se prepara por adelantado y posteriormente se introduce en el reactor de oligomerización con el(los) monómero(s) de olefina en presencia de hidrógeno.

Monómeros de olefina

40 El uso del catalizador de metaloceno de acuerdo con la invención es en la oligomerización de olefinas C₂ a C₂₀, preferentemente C₆ a C₁₄. Los monómeros de olefina preferidos pueden ser uno o más seleccionados entre 1-hexeno, 1-hepteno, 1-octeno, 1-noneno, 1-deceno- 1-dodeceno, 1-undeceno y 1-tetradeceno. Con preferencia, el monómero es 1-deceno. La oligomerización de acuerdo con la invención es una homo-oligomerización o una co-oligomerización, preferentemente la oligomerización es una homo-oligomerización. En una realización, la olefina es 1-deceno y las polialfa-olefinas (PAO) obtenidas son una mezcla de dímeros, trímeros, tetrámeros y pentámeros (y especies superiores) de 1-deceno.

Proceso de oligomerización

50 Se pueden usar en los procesos de oligomerización, tal como oligomerización en bloque, disolución y suspensión, y los tipos de reactor usados para las oligomerizaciones catalizadas por metaloceno en la invención. En una realización preferida, el(los) monómero(s) de olefina se pone(n) en contacto con el compuesto de metaloceno y el componente de activador de la fase de disolución o fase en bloque, preferentemente, en modo por lotes.

55 De acuerdo con la invención, la temperatura del reactor usado es de 50 °C a 200 °C, preferentemente de 70 °C a 160 °C, más preferentemente de 80 °C a 150 °C, incluso más preferentemente de 100 °C a 130 °C.

60 En una realización preferida, la presión parcial de hidrógeno en el reactor es de 0,1 a 20 bar, preferentemente de 1 a 6 bar.

En otra realización, el tiempo de reacción del catalizador de metaloceno en el reactor es de 2 min a 5 horas, preferentemente de 5 min a 3 horas, más preferentemente de 30 min a 2,5 horas.

65 En otra realización, los disolventes o diluyentes están presentes en el reactor. Si están presentes, los disolventes o diluyentes están seleccionados entre hidrocarburos de cadena lineal y ramificada tales como butanos, pentanos, hexanos, heptanos, octanos y similares, hidrocarburos cíclicos y alicíclicos tales como ciclopentano, ciclohexano,

cicloheptano, metil-ciclopentano, metilciclohexano, metilcicloheptano y similares, y compuestos aromáticos con sustitución de alquilo tales como tolueno, xileno y similares y sus mezclas.

5 En una realización preferida, se lleva a cabo una etapa para desarrollar la reacción de hidrogenación antes de recuperar un efluente que contiene la polialfa-olefina (PAO). Dicha etapa se lleva a cabo usando un catalizador de hidrogenación.

10 En otra realización, el catalizador de hidrogenación está seleccionado entre níquel sobre un soporte de kieselguhr, o platino o paladio sobre un soporte de alúmina, o cobalto-molibdeno sobre un soporte de alúmina, preferentemente el catalizador de hidrogenación es paladio sobre un soporte de alúmina.

En otra realización, el tiempo de reacción del catalizador de hidrogenación en el reactor es de 2 min a 10 horas, preferentemente de 30 min a 5 horas.

15 En otra realización, la reacción de hidrogenación se lleva a cabo con una proporción de H₂/monómero de al menos 100 ppm, y preferentemente por debajo de 600 ppm.

20 En otra realización, la reacción de hidrogenación se lleva a cabo a una temperatura que varía de 50 °C a 200 °C, preferentemente de 60 °C a 150 °C, más preferentemente de 70 °C a 140 °C, incluso más preferentemente de 80 °C a 120 °C.

En otra realización, la reacción de hidrogenación se lleva a cabo a una presión de hidrógeno que varía de 5 a 50 bar, preferentemente de 10 a 40 bar, más preferentemente de 15 a 25 bar.

25 La reacción de oligomerización se puede operar en modo por lotes, en el que todos los componentes se añaden a un reactor y se permite la reacción hasta un grado de conversión, ya sea conversión parcial o total. Posteriormente, se desactiva el catalizador por cualquier medio posible, tal como exposición al aire o agua, o por medio de la adición de alcoholes o disolventes que contienen agentes desactivadores. La oligomerización también se puede llevar a
30 cabo en una operación semi-continua, en la cual se añaden los suministros y los componentes del sistema de catalizador de forma continua y simultánea al reactor para mantener una proporción constante de componente de sistema de catalizador con respecto a olefina(s) en el suministro. Cuando se añaden todos los suministros y los componentes de catalizador, se permite el avance de la reacción hasta una etapa pre-determinada. Posteriormente, la reacción se vuelve discontinua por medio de la desactivación del catalizador de la misma forma que se ha descrito para la operación por lotes. También se puede llevar a cabo la oligomerización en una operación continua, en la cual
35 se añaden, de forma continua y simultánea, los suministros y los componentes del sistema de catalizador al reactor para mantener una proporción constante de sistema de catalizador y suministros. Se extrae de forma continua el producto de reacción a partir del reactor, como en el caso de una operación de reactor de tanque agitado continuo (CSTR).

40 Se puede llevar a cabo un proceso de oligomerización en disolución por lotes normal en primer lugar introduciendo el monómero de olefina, preferentemente 1-deceno, ya sea solo o en combinación con un disolvente de hidrocarburo opcional, por ejemplo hexano, en un reactor de tanque agitado. Si se desea la co-oligomerización, se añade, simultánea o secuencialmente, el monómero de olefina líquida adicional, por ejemplo 1-octeno, con el otro
45 monómero. El reactor se lleva hasta la temperatura deseada, por ejemplo de 80 °C a 150 °C, y posteriormente se introduce una cantidad medida de hidrógeno en el reactor de tanque agitado. Si se desea la copolimerización con un monómero gaseoso, a continuación se rocía un suministro monomérico en el interior de la fase líquida, bien en combinación con, o por separado de, el suministro de hidrógeno. Llevando a cabo la reacción de oligomerización en presencia de hidrógeno, se rebaja la viscosidad cinemática de la polialfa-olefina producida, en comparación con la viscosidad cinemática obtenida en la misma reacción de oligomerización en ausencia de hidrógeno.

50 Una vez que se establecen las condiciones deseadas, se añade el catalizador de metaloceno, en las cantidades requeridas, a la fase líquida del reactor. Se controla la tasa de oligomerización por medio de la concentración de catalizador y monómero(s) de olefina presente(s) o añadido(s) durante la oligomerización. En una realización, no se añade nada al reactor durante la reacción de oligomerización. En otra realización, se mantiene la presión inicial del
55 reactor por medio de un flujo constante de hidrógeno, gas inerte, monómero(s) gaseoso(s) o una de sus combinaciones. El tiempo de reacción en el reactor es, por ejemplo, de 1 hora a 3 horas. A continuación, se desactiva el catalizador por medios convencionales, tales como por ejemplo la introducción de isopropanol en el reactor.

60 El catalizador de hidrogenación, preferentemente el paladio sobre un soporte de alúmina, se introduce posteriormente en el reactor. El tiempo de reacción en el reactor es, por ejemplo, de 2 horas a 4 horas. A continuación, se despresuriza el reactor y se recupera un efluente que contiene las polialfa-olefinas. La presión de hidrógeno, la concentración de catalizador de hidrogenación y/o el tiempo de reacción son parámetros cuyo valor se puede aumentar con el fin de completar la reacción de hidrogenación. Se pueden usar PAO hidrogenadas tal y como
65 se han obtenido o se pueden destilar de forma adicional o se pueden separar para el componente deseado si fuese necesario. Por ejemplo, se puede aislar la fracción C30 por medio de destilación usando ASTMD2892 bajo presión

parcial de 0,5 mm Hg como corte que tiene un intervalo equivalente de temperatura de ebullición atmosférica de 350 a 440 °C.

5 Las polialfa-olefinas obtenidas por medio del proceso de oligomerización tienen una combinación mejorada de peso molecular (Mw), distribución de peso molecular (Mw/Mn), viscosidad cinemática (KV_{100}) e índice de viscosidad (VI).

Oligómeros

10 Para los fines de la divulgación, el término oligómero se refiere a composiciones que tienen de 2 a 75 unidades mer y el término polímero se refiere a composiciones que tienen 76 o más unidades mer. Un mer se define como una unidad de un oligómero que originalmente se corresponde con la(s) olefina(s) usada(s) en la reacción de oligomerización o polimerización. Por ejemplo, el mer de polideceno sería deceno.

15 Las propiedades de producto, incluyendo el peso molecular y Mw/Mn, se analizaron por medio de cromatografía de permeabilidad de gel (GPC) usando tetrahidrofurano (THF) como disolvente y poliestireno como patrón de calibración. Se usó 1,3,5-triclorobenceno (TCB) como disolvente para determinar los pesos moleculares de PAO de elevada viscosidad.

20 En otra realización, las polialfa-olefinas obtenidas por medio del uso de acuerdo con la invención preferentemente tienen un Mw de 30.000 Da o menos; preferentemente de 200 a 30.000 Da; preferentemente de 500 a 10.000 Da; preferentemente de 800 a 7.000 Da y más preferentemente de 1.000 a 4.000 Da.

25 En otra realización, las polialfa-olefinas obtenidas por medio del uso de acuerdo con la invención preferentemente tienen un valor de Mw/Mn mayor de 1 y menor de 5, preferentemente menor de 4, preferentemente menor de 3, más preferentemente menor de 2,5.

El valor de Mw está correlacionado con la viscosidad cinemática a 100 °C en cSt para los fluidos preparados en la presente invención usando 1-deceno como suministro por medio de las siguientes relaciones:

- 30
- si $Mw > 2000$ Da: $KV_{100} \text{ Calc (cSt)} = (0,0239 \times Mw) - 49,581$; y
 - si $1500 \text{ Da} < Mw < 2000$ Da: $KV_{100} \text{ Calc (cSt)} = (0,0079 \times Mw) - 5,5342$.

35 A menos que se indique lo contrario, la viscosidad cinemática se mide de acuerdo con ASTM D445 a 100 °C y no se calcula a partir de Mw.

En otra realización, las polialfa-olefinas obtenidas por medio del uso de acuerdo con la invención preferentemente tienen una viscosidad cinemática a 100 °C de 2 a 50 cSt, preferentemente de 3 a 30 cSt, más preferentemente de 3 a 10 cSt, medida de acuerdo con ASTM D445 a 100 °C.

40 Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran la invención.

Ejemplos

45 El compuesto de metaloceno (A) empleado en estos ejemplos es el siguiente:

- catalizador A: rac-etilenbis(tetrahidroindenil)circonio dimetilo
- catalizador B: dicloruro de bis(ciclopentadienil)circonio
- catalizador C: dicloruro de difenilmetilen(ciclopentadienil-9-fluorenil)circonio
- catalizador D: dicloruro de isopropiliden-2-(2-metilindenil)-2-(3-terc-butilciclopentadienil)circonio
- 50 • catalizador E: dicloruro de rac-dimetilsilil-bis[2-metil-4-fenilindenil]-circonio

El catalizador A cumple con la invención, mientras que los catalizadores B y E son comparativos.

55 El 1-deceno usado para todos los experimentos se adquirió en TCI o Acros con una pureza de más de un 94 % y 13 X tamices moleculares y tamices moleculares de 3 angstrom purificados de forma adicional disponibles en Sigma-Aldrich®. Los tamices moleculares se secaron a 200 °C durante al menos 16 horas antes de su uso.

60 Normalmente, los disolventes o los diluyentes se pre-tratan de la misma forma que las olefinas de suministro, es decir, se purificaron sobre tamices moleculares de 3 angstrom y 13 X tamices moleculares disponibles en Sigma-Aldrich®. Se secaron los tamices moleculares a 200 °C durante al menos 16 horas antes de su uso.

65 Se llevó a cabo GPC en polialfa-olefinas de baja viscosidad (< 100 cSt) obtenidas por medio de oligomerizaciones catalizadas por metaloceno (mPAO) a 35 °C en THF (condiciones de poliestireno). Se determinaron los pesos moleculares de mPAO de alta viscosidad a 135 °C en TCB. Se llevó a cabo la viscosidad cinemática a 100 °C de acuerdo con ASTM D445.

Ejemplos 1-8

Se llevaron a cabo reacciones de oligomerización en un reactor de autoclave de 20 ml con agitador magnético, un controlador de temperatura y entradas para el suministro de nitrógeno, hidrógeno.

Se activó el catalizador con MAO con una proporción molar de activador/catalizador Al/Zr = 1000.

Se secó el reactor a 130 °C con nitrógeno durante una hora y posteriormente se enfrió hasta 110 °C antes de su uso. A continuación, se llenó el reactor con argón o nitrógeno, con 20 ml de una solución de 1-deceno en ciclohexano, comprendiendo la solución un 47,5 % en peso de 1-deceno con respecto al peso total de la solución antes de la introducción de los componentes de los catalizadores. Se lleva el reactor rápidamente hasta la temperatura deseada y cuando sea necesario, se añade hidrógeno a una presión determinada. La concentración de catalizador de metalloceno es de 10-20 μM con respecto a la solución de oligomerización. Transcurridos 60-90 minutos, se introdujeron 1 ml de isopropanol en el reactor para desactivar el catalizador. Se retiraron los residuos del monómero por medio de destilación a vacío.

Los resultados se muestran y se comentan en las siguientes tablas.

Tabla 1. Oligomerización de 1-deceno - Influencia de la estructura de catalizador

	Ej. 1	Ej. 2 (comp)	Ej. 3 (comp)
Temperatura (°C)	80	80	80
Catalizador	A	B	C
Concentración de catalizador (μM)	15	15	15
Activador	MAO	MAO	MAO
Presión H_2 (bar)	5	5	5
Tiempo de reacción (min)	75	75	75
Actividad ($\text{kg Lube mmol}^{-1} \text{Zr h}^{-1}$)	11,6	5,2	21,4
Mw (Da)	3.245	ND	27.693
Mw/Mn	1,6	ND	2,3
KV 100 Calc (cSt)	28	ND	612

ND = no determinado

Se convirtió el peso molecular determinado por medio de GPC en una viscosidad cinemática a 100 °C usando las siguientes relaciones empíricas: si $\text{Mw} > 2000 \text{ Da}$ entonces $\text{KV } 100 \text{ Calc (cSt)} = (0,0239 \times \text{Mw}) - 49,581$; si $1500 < \text{Mw} < 2000 \text{ Da}$ entonces $\text{KV } 100 \text{ Calc (cSt)} = (0,0079 \times \text{Mw}) - 5,5342$.

A partir de la Tabla 1, se puede observar que el catalizador B tiene menos actividad que el catalizador A a la misma presión de hidrógeno. El peso molecular del producto del Ej. 2 no se determinó debido a la baja actividad del Catalizador B. El Catalizador C muestra elevada viscosidad incluso en presencia de hidrógeno en el reactor de oligomerización. No obstante, el catalizador C no permite la obtención de polialfa-olefinas en el intervalo deseado de viscosidad cinemática a 100 °C.

Se usa hidrógeno para regular el peso molecular que es proporcional a la viscosidad cinemática. Se puede observar a partir de los resultados (Tabla 2) que la adición de hidrógeno tiene como resultado un aumento de la actividad del catalizador que es más pronunciada para el catalizador D que para el catalizador A. No obstante, con el catalizador D no se alcanza una baja viscosidad cinemática a 100 °C por debajo de 50 cSt. La adición de hidrógeno al reactor también tiene como resultado la hidrogenación de 1-deceno, de modo que el uso de hidrógeno como agente de transferencia para el catalizador de metalloceno se tiene que limitar con el fin de evitar niveles elevados de hidrogenación de la materia prima.

Tabla 2. Oligomerización de 1-deceno - Influencia de presión de hidrógeno

	Ej. 4 (comp)	Ej. 1	Ej. 5	Ej. 6 (comp)	Ej. 7 (comp)	Ej. 8 (comp)
Temperatura	80	80	80	80	80	80
Catalizador	A	A	A	D	D	D
Concentración de catalizador (μM)	15	15	15	15	15	15
Activador	MAO	MAO	MAO	MAO	MAO	MAO
Presión H_2 (bar)	0	5	15	0	5	15
Tiempo de reacción (min)	75	75	75	75	75	75

Actividad (kg Lube mmol ⁻¹ Zr h ⁻¹)	11,7	11,6	18,3	10,4	16,2	27,3
Mw (Da)	6.294	3.245	3.414	8.056	5.065	5.683
Mw/Mn	1,7	1,6	2	2,1	2,1	2,3
KV 100 Calc (cSt)	101	28	32	143	71	86
% en peso de C10 hidrogenado	ND	ND	31,5	ND	ND	14,0

Se determina el contenido de C10 hidrogenado por medio de GC en un cromatógrafo HP6890 usando una columna capilar HP5 apolar (30 m x 250 μm x 0,25 μm). Se solubilizaron las muestras en diclorometano antes de la inyección de 1 μl. Flujo de columna: 1,2 ml/min (MS); 1,5 ml/min (FID).

Temperatura de inyector: 280 °C; flujo de división 50 ml/min. Programa de rampa: isoterma de comienzo a 50 °C, posteriormente rampa desde 50 hasta 300 °C a 10 °C/min. Isoterma a 300 °C durante 50 min. Detector de masas: 26-800 impacto electrónico para la identificación. Detector FID: 250 °C para la cuantificación.

Ejemplos 9 y 10

Se usa el mismo procedimiento que para los ejemplos 1 a 8 exceptuando que se añade 1-deceno puro (no en solución en ciclohexano).

A partir de la Tabla 3 se puede observar que una temperatura de oligomerización elevada tiene como resultado la formación de mPAO de baja viscosidad. No obstante, el catalizador E no permite la obtención de mPAO que muestren una baja viscosidad cinemática a 100 °C (es decir, por debajo de 30 cSt) en las mismas condiciones. Debido a que ambos catalizadores A y E son catalizadores racémicos con metaloceno puenteado, estos ejemplos ilustran además las diferencias en los productos obtenidos que resultan de la selección del catalizador.

Tabla 3. Oligomerización de 1-deceno - Influencia de la temperatura

	Ej. 1	Ej. 9	Ej. 10 (comp)
Temperatura (°C)	80	120	120
Catalizador	A	A	E
Activador	MAO	MAO	MAO
Presión H ₂ (bar)	5	5	5
Actividad (kg Lube mmol ⁻¹ Zr h ⁻¹)	11,6	ND	ND
Mw (Da)	3.245	1.986	6.341
Mw/Mn	1,6	2,7	3,3
KV 100 Calc (cSt)	28	10,15	102

A partir de la Tabla 3 se puede observar que la temperatura de oligomerización más elevada tiene como resultado la formación de mPAO de viscosidad más baja. No obstante, el catalizador E no permite la obtención de mPAO que muestren baja viscosidad cinemática a 100 °C (es decir, por debajo de 30 cSt) en las mismas condiciones. Ya que ambos catalizadores A y E son catalizadores racémicos con metaloceno puenteado, estos ejemplos además ilustran las diferencias en los productos obtenidos resultantes de la selección del catalizador.

Ejemplo 11 a 14

Se llevaron a cabo las reacciones de oligomerización en un reactor de autoclave de 0,95 litros con un agitador, un controlador de temperatura y entradas para el suministro de nitrógeno, hidrógeno y 1-deceno.

Se secó el reactor a 130 °C con nitrógeno durante una hora y posteriormente se enfrió hasta 110 °C antes de su uso. Posteriormente, se llenó el reactor bajo argón o nitrógeno, con 350 ml de 1-deceno y el volumen deseado de hidrógeno. También se introdujo triisobutilaluminio (TiBAI) en forma de neutralizante de impurezas en una cantidad de 2 ml (10 % en peso/peso en n-hexano). Se llevó el reactor hasta la temperatura y presión deseadas antes de la introducción de los componentes de los catalizadores. Se comenzó la oligomerización tras la adición de catalizador de metaloceno a una concentración de 20-32 μM con respecto a la solución de oligomerización. Transcurridos 120 min, se introdujeron 5 ml de isopropanol en el reactor para desactivar el catalizador. Tras la oligomerización, se hidrogenó el producto bruto a 50 bar de H₂ y 100 °C en presencia de 0,5 g de Pd/Al₂O₃ durante 4 horas. Se retiraron los residuos de monómero por medio de destilación a vacío.

Para los ejemplos 11 y 12, el activador fue MAO usado con una proporción molar de Al/Zr = 1000.

Para los ejemplos 13 y 14, el activador fue DMAB/TiBAI usado con una proporción molar de B/Zr = 1,0 y Al/Zr = 200.

- 5 Los resultados de la Tabla 4 muestran que la actividad del catalizador se puede mejorar de forma adicional por medio del uso de un activador iónico en lugar de un alumoxano. No obstante, en el caso de usar un activador iónico, una temperatura elevada aumenta el contenido de dímero de manera más pronunciada que para un activador de alumoxano. Por tanto, preferentemente, los activadores iónicos se usan junto con una temperatura de oligomerización por debajo de 130 °C.

10

Tabla 4. Oligomerización de 1-deceno - Influencia del activador

	Ej. 11	Ej. 12	Ej. 13	Ej. 14
Temperatura (°C)	120	140	120	140
Catalizador	A	A	A	A
Concentración de catalizador (μM)	26	26	26	26
Activador	MAO	MAO	DMAB/TiBAI	DMAB/TiBAI
Proporción H ₂ / monómero (ppm) ⁽¹⁾	410	220	110	320
Actividad (kg Lube mmol ⁻¹ Zr h ⁻¹)	14,8	11,5	17,5	18,5
Productividad (kg Lube g ⁻¹ cat)	66,8	52	80,9	85,4
Rendimiento % ⁽²⁾	90	73	71	74
% C20 ⁽³⁾	29,0	38,7	29,0	57,2
Mw (Da)	1.369	1.340	1.203	605
Mw/Mn	2,3	2,0	1,3	1,6
KV 100 (cSt)	6,8	6,0	5,5	2,6
KV 40 (cSt)	33,5	27,5	24,9	8,5
Índice de viscosidad	168	170	164	140

⁽¹⁾ Se calcula la proporción de H₂/monómero en % en moles

⁽²⁾ Rendimiento determinado sin hidrogenación tras la retirada de volátiles por medio de destilación a 100 °C y 1 mbar.

⁽³⁾ Contenido de dímero en el producto final determinado por medio de cromatografía de gases.

15

Ejemplo 15

20

Se llevaron a cabo las reacciones de oligomerización en un reactor de autoclave de 8 litros con un agitador, un controlador de temperatura y entradas para el suministro de nitrógeno, hidrógeno y 1-deceno.

25

Se añadieron 75 ppm de TiBAI como neutralizante. Se activó el catalizador con DMAB usado con una proporción molar de B/Zr = 1.

30

Se secó el reactor a 130 °C con nitrógeno durante una hora y posteriormente se enfrió hasta 110 °C antes de su uso. A continuación, se llenó el reactor con argón o nitrógeno, con 3500 ml de 1-deceno. Se llevó el reactor hasta la temperatura deseada y se introdujo la cantidad deseada de hidrógeno antes de la introducción de los componentes de catalizador. Se comenzó la oligomerización tras la adición del catalizador de metalloceno a una concentración de 17 μM con respecto a la solución de oligomerización. Transcurridos 120 min, se introdujeron 5 ml de isopropanol en el reactor para desactivar el catalizador. Se llevó a cabo la reacción de hidrogenación usando paladio sobre alúmina a 20 bar de hidrógeno a 100 °C durante 4 horas. El catalizador de hidrogenación fue paladio de 5 % sobre gamma alúmina, adquirido en Alfa Aesar.

35

Se aisló la fracción C30 por medio de destilación usando ASTM D2892 bajo presión parcial de 0,5 mm de Hg como corte que tenía un intervalo equivalente de temperatura de ebullición atmosférica de 350 a 440 °C. La fracción C30 resultante contiene una mezcla que comprende 9-metil-11-octilhenicosano y 11-octildocosano.

40

Tabla 5. Resultados en los oligómeros

	Ej. 13	Ej. 15
Temperatura (°C)	120	110
Catalizador	A	A

Activador	DMAB/TiAl	DMAB/TiAl
Proporción H ₂ / monómero (ppm) ⁽¹⁾	110	414
% en peso de conversión ⁽²⁾	87	92
% de C30 en el material convertido ⁽²⁾	26,5	23,8
% en peso de 11-octildocosano en la fracción C30 ⁽⁴⁾	ND	9
Insaturación ⁽³⁾ - % en moles de olefinas trisustituidas en la fracción C30	ND	21
Insaturación ⁽³⁾ - % en moles de vinilideno en la fracción C30	ND	68
Insaturación ⁽³⁾ - % en moles de fracción de olefinas 1,2-sustituidas	ND	11
KV 100 (cSt)	5,5	3,5
Índice de viscosidad	164	182

ND = no determinado

⁽¹⁾ Se calcula la proporción de H₂/monómero en % en peso.

⁽²⁾ Se determinó el % en peso de conversión y el % de C30 en el material convertido usando destilación simulada de acuerdo con ASTM 2887.

⁽³⁾ Se determinaron las insaturaciones por medio de un método RMN 1H.

⁽⁴⁾ Determinado por medio de RMN 1H tras el aislamiento de la fracción C30 usando destilación de acuerdo con ASTM D2892

5

10

15

Se llevó a cabo el análisis de RMN 1H (usado para medir disustituciones-1,2) en condiciones tales que la intensidad de señal del espectro fuera directamente proporcional al número total de átomos de hidrógeno que contribuyen en la muestra. Dichas condiciones se conocen bien por parte de la persona experta e incluyen el tiempo de relajación suficiente. En la práctica, se obtiene la intensidad de una señal a partir de su integral, es decir, el área correspondiente. Se adquirieron los datos usando varias decenas o cientos de barridos por cada espectro, a una temperatura de 25 °C. Se preparó la muestra por medio de la solución de 150 a 300 mg de fracción C30 en 2,5 ml de cloroformo deuterado, seguido de la adición de 2 gotas de tetrametilsilano (TMS) como patrón interno.

20

Se referencian desplazamientos químicos con respecto a la señal del patrón interno TMS, al que se asigna un valor de 0,0 ppm. La región olefínica comprende la señal desde la parte insaturada de la fracción C30 y se usa para determinar la composición de la fracción C30 a partir de las resonancias de metilo ramificado.

Se asignan las señales 1H observadas a partir de la región olefínica de acuerdo con la publicación de Kim, Il.; Zhou, J-M. y Chung, H. *Journal of polymer science: Part A: Polymer Chemistry* **2000**, 38, 1687-1697. Se presentan las asignaciones de desplazamientos químicos en la tabla siguiente.

25

Se pueden normalizar los valores integrales de acuerdo con multiplicidad de protón para proporcionar el porcentaje de moléculas de cada clase de olefina.

Tipo de olefina	Intervalo de desplazamiento químico	Número de protones
Vinilo (CH=CH₂)	5,7-5,9	1
Vinilo (CH=CH₂)	4,8-5,3	2
1,2-disustituido (CH=CH)	5,3-5,6	2
Trisustituido (CH=C)	4,85-5,3	1
Vinilideno (todas las forma, CH₂=C)	4,6-4,85	2

30

Se usaron olefinas 1,2-disustituidas en muestras C30 no hidrogenadas para determinar la cantidad de 11-octildocosano en muestras hidrogenadas en forma de olefinas C30 1,2-disustituidas que conduce a 11-octildocosano tras la hidrogenación.

35

Sorprendentemente, el uso del catalizador de metalloceno de acuerdo con la invención en presencia de hidrógeno tiene un buena selectividad inesperada frente a oligómeros C30, es decir, un % de material convertido C30 de más de un 20 % en peso. Este resultado se acopla a un contenido inesperado de 11-octildocosano en la fracción C30, es decir, el contenido de 11-octildocosano de la fracción C30 es de al menos un 9 % en peso con respecto al peso total de la fracción C30, y un contenido inesperado de insaturaciones.

40

El documento WO2007/011459 demuestra la importancia de la selección del catalizador para obtener las propiedades deseadas. Los ejemplos proporcionados se refieren a la reacción de oligomerización en ausencia de hidrógeno. Únicamente los ejemplos comparativos 1 a 4 del documento WO2007/011459 se producen en presencia de hidrógeno durante la etapa de oligomerización. Estos ejemplos comparativos muestran que el contenido de 11-octildocosano en la fracción C30 se encuentra por debajo de 8 % en moles y que KV₁₀₀ está por encima de 50 cSt. -

- 5 Se llevaron a cabo los Ejemplos 30 a 33 del documento WO2007/011459 con catalizador de dicloruro de rac-dimetilsililbis(tetrahidroindenil)circonio en ausencia de hidrógeno durante la etapa de oligomerización. La ausencia de hidrógeno en el Ejemplo 33 permite un elevado grado de insaturación y un contenido de 11-octildocosano en la fracción C30 más elevado que en los ejemplos comparativos 1 a 4. Se lleva a cabo el Ejemplo 30 a 126 °C y muestra un contenido de un 8,4 % en peso de 11-octildocosano en la fracción C30, un KV 100 de 15,86 cSt y un valor de VI de 169. Se lleva a cabo el Ejemplo 31 a 100 °C y muestra un contenido de un 11,3 % en peso de 11-octildocosano en la fracción C30, un valor KV 100 de 37,56 cSt y un valor de VI de 183.
- 10 De este modo, la obtención, de acuerdo con la invención, de un contenido de al menos un 9 % en peso de 11-octildocosano en la fracción C30 junto con un KV₁₀₀ por debajo de 5 cSt y un valor de VI de aproximadamente 180, en el ejemplo 15 (llevado a cabo a 110 °C), resulta inesperado a partir de la química conocida con anterioridad.
- 15 Los resultados de insaturación también fueron inesperados. En el documento WO2007/011459, se llevaron a cabo los ejemplos 33 y 76 en ausencia de hidrógeno y tienen un contenido de un 10 a un 17 % en moles de los dobles enlaces de insaturación que son olefinas trisustituidas, en comparación con un 52 % en moles de olefinas trisustituidas obtenidas en el Ejemplo comparativo 4 llevado a cabo en presencia de hidrógeno. Sorprendentemente, el ejemplo 15 de la invención tiene un contenido de únicamente un 21 % en moles de olefinas trisustituidas en PAO obtenido en presencia de hidrógeno durante la etapa de oligomerización. Se puede llevar a cabo una observación similar con respecto a las olefinas 1,2-disustituidas. El Ejemplo 15 de la invención tiene un contenido de un 11 % en moles obtenido en presencia de hidrógeno. Los Ejemplos 33 y 76 del documento WO2007/011459, en los cuales no se añade hidrógeno al reactor, tienen un contenido de olefinas 1,2-disustituidas de un 11,6 y un 19 % en moles, en contraste con el ejemplo comparativo 4, en el que se llevó a cabo la oligomerización bajo presión de hidrógeno de 200 psi y tiene un contenido de olefinas 1,2-disustituidas de únicamente un 7 % en moles.
- 20
- 25 Haciendo referencia ahora a la productividad del catalizador, el uso de la invención permite la obtención de más de 80 kg Lube g⁻¹ cat (véase Ejemplos de la invención 13 y 14), mientras que la productividad de dicloruro de rac-dimetilsililbis(tetraindenil)circonio junto con un activador iónico que se describe en los ejemplos 39 y 40 del documento WO2007/011459 únicamente alcanza 18 kg Lube g⁻¹ cat.
- 30 De este modo, el uso de acuerdo con la invención ofrece por tanto un compromiso mejorado entre las propiedades estructurales de PAO que tiene como resultado unos mejores valores viscosimétricos (es decir, buen compromiso entre viscosidad cinemática e índice de viscosidad) junto con una actividad mejorada del catalizador.

REIVINDICACIONES

1. El uso de un catalizador racémico de metaloceno puenteado formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B) en un proceso para producir polialfa-olefinas (PAO), que comprende las etapas de:

- poner en contacto, en presencia de hidrógeno, un monómero de olefina y el catalizador de metaloceno formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B), a una temperatura de 80 °C a 150 °C;
- recuperar un efluente que contiene polialfa-olefinas (PAO)

en donde el compuesto de metaloceno (A) viene representado por medio de la fórmula



en la que

- R es un grupo puenteante de alquileo C₁-C₂₀;
- Cp₁ y Cp₂ son anillos tetrahidroindenilo sustituidos o no sustituidos iguales o diferentes, en los que si están sustituidos, las sustituciones pueden ser independientes y/o estar ligadas para formar estructuras multicíclicas;
- M es un metal de transición seleccionado entre el grupo que consiste en titanio, circonio y hafnio;
- X₁ y X₂ son de forma independiente hidrógeno, halógeno, radicales hidruro, radicales hidrocarbilo, radicales hidrocarbilo sustituidos, radicales halocarbilo, radicales halocarbilo sustituidos, radicales sililcarbilo, radicales sililcarbilo sustituidos, radicales germilcarbilo, radicales germilcarbilo sustituidos; o ambos X₁ y X₂ se unen y enlazan al átomo metálico para formar un anillo de metalacilo que contiene de 3 a 20 átomos de carbono.

2. El uso de la reivindicación 1 en el que, en el compuesto de metaloceno (A), R es etileno.

3. El uso de las reivindicaciones 1 o 2 en el que, en el compuesto de metaloceno (A), M es circonio.

4. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto de metaloceno (A) está seleccionado entre etilen bis(tetrahidroindenil)circonio dimetilo racémico y dicloruro de etilen bis(tetrahidroindenil)circonio racémico, preferentemente el compuesto de metaloceno (A) es etilen bis(tetrahidroindenil)circonio dimetilo racémico.

5. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el componente de activador (B) es un alumoxano seleccionado entre metilalumoxano, metil alumoxano modificado, etilalumoxano, isobutilalumoxano o cualquiera de sus combinaciones, preferentemente el componente de activador (B) es metilalumoxano (MAO).

6. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el componente de activador (B) es un activador iónico seleccionado entre tetraquis(perfluorofenil)borato de dimetilanilinio, tetraquis(perfluorofenil)borato de trifenilcarbonio, tetraquis(perfluorofenil)aluminato de dimetilanilinio o cualquiera de sus combinaciones, preferentemente, el activador iónico es tetraquis(perfluorofenil)borato de dimetilanilinio.

7. El uso de la reivindicación 6, en el que el componente de activador (B) es un activador iónico usado en combinación con un co-activador que es un trialkilaluminio seleccionado entre tri-etil aluminio (TEAL), tri-iso-butil aluminio (TIBAL), tri-metil aluminio (TMA) y metil-metil-etil aluminio (MMEAL), más preferentemente el co-activador es tri-iso-butil aluminio (TIBAL).

8. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la etapa de contacto, en presencia de hidrógeno, de un monómero de olefina y el catalizador de metaloceno formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B), se lleva a cabo con una proporción de H₂/monómero de al menos 100 ppm, y preferentemente por debajo de 600 ppm.

9. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la etapa de contacto, en presencia de hidrógeno, de un monómero de olefina y el catalizador de metaloceno, formado por un compuesto de metaloceno (A) y un componente de activador (B), se lleva a cabo a una temperatura de 100 °C a 130 °C.

10. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en el que la etapa de llevar a cabo la reacción de hidrogenación se desarrolla con un catalizador de hidrogenación seleccionado entre níquel sobre un soporte de kieselguhr, o platino o paladio sobre un soporte de alúmina, o cobalto-molibdeno sobre un soporte de alúmina, preferentemente el catalizador de hidrogenación es paladio sobre un soporte de alúmina.

11. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el uso se lleva a cabo en un reactor en un modo por lotes.

12. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que se lleva a cabo una etapa para desarrollar la reacción de hidrogenación antes de recuperar un efluente que contiene polialfa-olefina (PAO).

13. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en el que el monómero es 1-deceno.