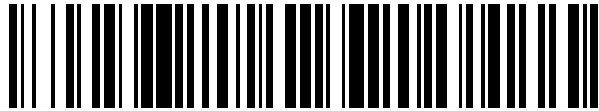


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 572**

51 Int. Cl.:

C08F 8/04 (2006.01)
B01J 31/22 (2006.01)
B01J 37/04 (2006.01)
B01J 31/14 (2006.01)
B01J 31/12 (2006.01)
B01J 31/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.10.2013 PCT/JP2013/078596**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.05.2014 WO14065283**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.10.2013 E 13848476 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.09.2017 EP 2913348**

54 Título: **Procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación y composición catalítica para hidrogenación**

30 Prioridad:

24.10.2012 JP 2012235006
24.10.2012 JP 2012235009

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.11.2017

73 Titular/es:

ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (100.0%)
1-105, Kanda Jinbocho
Chiyoda-ku, Tokyo 101-8101, JP

72 Inventor/es:

ARAKI, YOSHIFUMI;
SASAYA, EIJI y
NITTA, KATSUNORI

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 643 572 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

Procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación y composición catalítica para hidrogenación

5 Sector técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación y a una composición catalítica para hidrogenación.

10 Antecedentes técnicos

De forma convencional, en general, un catalizador de un sistema heterogéneo y un catalizador de un sistema homogéneo son conocidos como un catalizador para hidrogenación que se utilizará en la etapa de hidrogenar un compuesto olefínico.

15 Aunque el catalizador del sistema heterogéneo, generalmente, se utiliza ampliamente en la industria, el catalizador del sistema heterogéneo tiene menor actividad que la del último catalizador del sistema homogéneo y presenta el problema de ser económicamente ineficiente, dado que se requiere que los catalizadores del sistema heterogéneo se utilicen en una gran cantidad para una reacción de hidrogenación deseada, y la reacción es a una temperatura elevada y una presión alta.

20 Por otro lado, dado que una reacción de hidrogenación que utiliza el catalizador del sistema homogéneo, generalmente, tiene lugar en un sistema homogéneo, el catalizador del sistema homogéneo tiene características de una actividad más elevada, requiere una menor cantidad de catalizador utilizado, y es capaz de hidrogenación a una temperatura más baja y una presión más baja que el catalizador del sistema heterogéneo. Sin embargo, el catalizador del sistema homogéneo presenta las desventajas de que la preparación de los catalizadores es compleja, la estabilidad del propio catalizador es baja, las reproducibilidades son malas, y tiene a producirse reacciones secundarias. Además, el catalizador del sistema homogéneo presenta también el problema de que no se obtiene suficiente actividad de hidrogenación cuando se hidrogena un doble enlace insaturado olefínico sustituido con alquilo que tiene un impedimento estérico.

25 Por consiguiente, actualmente existe una fuerte necesidad del desarrollo de un catalizador de hidrogenación que presente una actividad elevada y que pueda manipularse fácilmente.

30 Por otro lado, para un polímero que contiene un doble enlace insaturado olefínico, aunque el doble enlace insaturado se utiliza ventajosamente en vulcanización y similares, debido a este doble enlace, el polímero también presenta desventajas respecto a mala estabilidad, tal como resistencia al calor y resistencia a la oxidación. Dicha desventaja respecto a mala estabilidad mejora sustancialmente hidrogenando el polímero para eliminar los dobles enlaces insaturados en la cadena polimérica.

35 Sin embargo, cuando se hidrogena el polímero, en comparación con la hidrogenación de un compuesto de bajo peso molecular, el polímero se ve afectado más fácilmente por la viscosidad del sistema de reacción, el impedimento estérico de la cadena polimérica y similares, lo que hace la hidrogenación más difícil. Además, existe el problema de que es difícil eliminar físicamente todo el catalizador, después de que la hidrogenación ha terminado. Por lo tanto, existe el problema de causar obstrucción del filtro a una extrusora utilizada en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados.

40 Tal como se ha descrito anteriormente, ha habido durante mucho tiempo un problema para obtener una composición catalítica para hidrogenación que sea económicamente eficiente por no necesitar utilizarse en una gran cantidad, tenga una elevada estabilidad en almacenamiento, pueda mostrar suficiente actividad de hidrogenación incluso cuando se hidrogenen dobles enlaces insaturados olefínicos que tienen un impedimento estérico, y tenga un bajo grado de obstrucción del filtro en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados.

45 Las bibliografías de patente 1 y 2 dan a conocer un procedimiento de hidrogenación de un compuesto olefínico utilizando una combinación de un compuesto de titanoceno específico y un alquililitio; las bibliografías de patente 3 y 4 dan a conocer un procedimiento de hidrogenación de un (co)polímero insaturado olefínico que utiliza una combinación de un compuesto de metaloceno, con aluminio orgánico, zinc orgánico, magnesio orgánico y similares; y las bibliografías de patente 5 y 6 dan a conocer un procedimiento de hidrogenación de un polímero vivo que contiene grupos insaturados olefínicos utilizando una combinación de un compuesto de titanoceno específico y un alquililitio.

50 Además, la bibliografía de patente 7 da a conocer un procedimiento de hidrogenación de un doble enlace olefínico en un polímero que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos utilizando una combinación de un compuesto de titanoceno específico y un alcoxilitio. Este procedimiento requiere un compuesto metálico orgánico caro diferente de

alcoxilitio como reductor.

Además, la bibliografía de patente 8 da a conocer un procedimiento de hidrogenación de un polímero que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos utilizando una combinación de un compuesto de titanoceno específico, un compuesto de olefina y un reductor.

Además, la bibliografía de patente 9 da a conocer un procedimiento de hidrogenación de un compuesto de olefina que utiliza una combinación de un compuesto de metaloceno que tiene un grupo pentametilciclopentadienilo, que se forma sustituyendo los cinco hidrógenos de un grupo ciclopentadienilo con grupos metilo, y un reductor.

Aún adicionalmente, las bibliografías de patente 10 y 11 dan a conocer un procedimiento de hidrogenación de un compuesto de olefina utilizando una composición catalítica para hidrogenación que comprende un compuesto de titanoceno específico, un reductor, un polímero que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos y un compuesto polar.

Aún más, la bibliografía de patente 12 da a conocer un procedimiento de hidrogenación de un compuesto de olefina utilizando una composición catalítica para hidrogenación que comprende un compuesto de metaloceno específico y un compuesto seleccionado entre un monómero de dieno conjugado, un compuesto acetilénico y un monómero acetilénico.

Lista de citas

Bibliografía de patente

Bibliografía de patente 1: patente japonesa abierta a inspección pública No. 61-33132
 Bibliografía de patente 2: patente japonesa abierta a inspección pública No. 1-53851
 Bibliografía de patente 3: patente japonesa abierta a inspección pública No. 61-28507
 Bibliografía de patente 4: patente japonesa abierta a inspección pública No. 62-209103
 Bibliografía de patente 5: patente japonesa abierta a inspección pública No. 61-47706
 Bibliografía de patente 6: patente japonesa abierta a inspección pública No. 63-5402
 Bibliografía de patente 7: patente japonesa abierta a inspección pública No. 1-275605
 Bibliografía de patente 8: patente japonesa abierta a inspección pública No. 2-172537
 Bibliografía de patente 9: patente japonesa abierta a inspección pública No. 4-96904
 Bibliografía de patente 10: patente japonesa abierta a inspección pública No. 08-33846
 Bibliografía de patente 11: patente japonesa abierta a inspección pública No. 08-41081
 Bibliografía de patente 12: patente japonesa abierta a inspección pública No. 2004-269665

El documento JP H08-27216 A da a conocer sistemas catalíticos que comprenden un titanoceno, un agente reductor, un polímero que contiene enlaces olefínicos y un alcohol.

Los documentos US 2009/173665 A1, US 8.080.506 B2 y US 2010/255185 A1 dan a conocer la aplicación de fuerza de cizalladura en procesos de mezcla.

Características de la invención

Problema técnico

Sin embargo, en todas las técnicas de la técnica anterior descritas anteriormente, aún no se han alcanzado propiedades suficientes, tales como actividad de hidrogenación, estabilidad en almacenamiento y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción.

Por consiguiente, es un objetivo de la presente invención dar a conocer un procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación, que sea capaz de hidrogenar compuestos que contienen dobles enlaces insaturados olefínicos (incluyendo polímeros que contienen dobles enlaces insaturados olefínicos) con una ventaja económica, y que tenga una excelente estabilidad en almacenamiento, actividad de hidrogenación elevada, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados.

Solución al problema

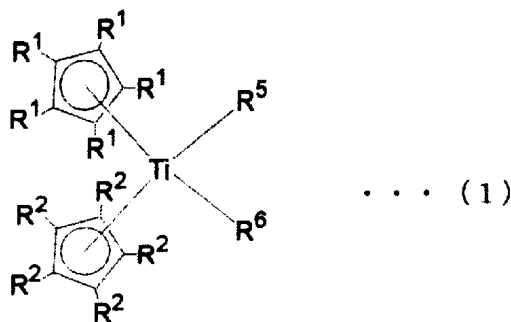
Como resultado de exhaustivos estudios para resolver los problemas de las técnicas de la técnica anterior, los inventores de la presente invención han descubierto que los problemas en las técnicas de la técnica anterior descritas anteriormente pueden resolverse produciendo una composición catalítica para hidrogenación que contiene un compuesto de titanoceno predeterminado (A), un compuesto que contiene un elemento metálico predeterminado (B) y un compuesto insaturado (C), en condiciones predeterminadas, completando de este modo la presente invención.

Concretamente, la presente invención es de la siguiente manera.

[1] Un procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación, en el que:

5

(A): un compuesto de titanoceno representado por la siguiente fórmula general (1):



10

en la que R^5 y R^6 representan un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno, un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo ariloxi, un grupo alcoxi, un grupo halógeno, y un grupo carbonilo, y pueden ser iguales o diferentes, y R^1 y R^2 representan un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno y un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y pueden ser iguales o diferentes,

15

siempre que R^1 y R^2 no sean todos hidrógeno o todos grupos hidrocarburo que tiene de 1 a 12 carbonos;

(B): un compuesto definido adicionalmente, a continuación, que contiene, como mínimo, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende los elementos Li, Na, K, Mg, Zn, Al y Ca; y

(C): un compuesto insaturado definido adicionalmente, a continuación, y en el que una relación de masas de (C) con respecto a (A) ((C)/(A)) se establece en un intervalo de 0,1 a 8; y

20

el procedimiento comprende:

una etapa de aplicación de fuerza de aplicar una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más a, como mínimo, el componente (A); y

una etapa de mezclar los componentes (A), (B) y (C).

25

[2] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según el punto [1] anterior, en el que la relación de masas de (C) con respecto a (A) ((C)/(A)) se establece en un intervalo de 0,1 a 4.

[3] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según el punto [1] anterior, en el que

30

(C) es un polímero insaturado (C1) que tiene una fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos de 0,25 a 1,0, y

la relación de masas de (C1) y (A) ((C1)/(A)) se establece en un intervalo de 0,3 a 8.

35

[4] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de los puntos [1] a [3] anteriores, que comprende:

la etapa de mezclar después (A) y (B), después de la etapa de aplicación de fuerza.

40

[5] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según el punto [4] anterior, que comprende:

la etapa de mezclar después de que se añade (B) a una mezcla de (A) y (C), después de la etapa de aplicación de fuerza.

45

[6] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según el punto [5] anterior, comprende:

la etapa de mezclar (A), (B) y (C) después de que se añade (B) a la mezcla de (A) y (C), después de o durante la etapa de aplicación de fuerza de aplicar una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más se aplica a una mezcla de (A) y (C).

50

[7] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de los puntos [1] a [6] anteriores, que comprende, además, una etapa de mezclar un compuesto polar (D), en el que una relación de masas de (D) y (A) ((D)/(A)) se establece en un intervalo de 0,01 a 2.

55

[8] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de los puntos

[1] a [7] anteriores, que comprende, además, una etapa de mezclar un compuesto polar (D), en el que una relación de masas de (D) y (A) ((D)/(A)) se establece en un intervalo de 0,01 a 1.

[9] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación según cualquiera de los puntos [1] a [8] anteriores, en el que (B) es un compuesto de litio orgánico.

[10] El procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de los puntos [1] a [9] anteriores, en el que se utiliza un polímero de dieno conjugado, o un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático como el compuesto insaturado (C).

[11] Una composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de los puntos [1] a [10] anteriores.

Efectos ventajosos de la invención

Según la presente invención, se puede dar a conocer un procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación que tiene una actividad de hidrogenación elevada tanto en la fase inicial de producción como después del almacenamiento de la misma, excelente estabilidad en almacenamiento, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados.

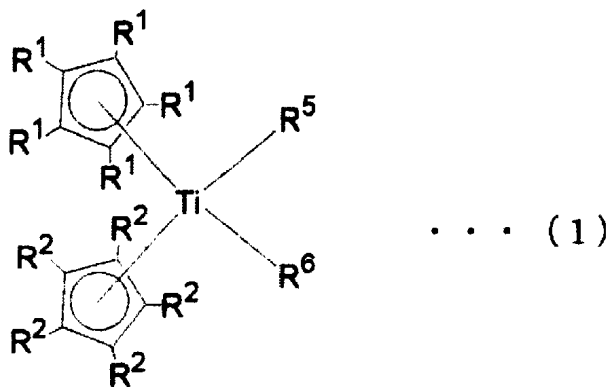
Descripción de realizaciones

Una realización para llevar a cabo la presente invención (denominada en lo sucesivo "presente realización") se describirá en detalle, a continuación. La presente realización descrita, a continuación, es un ejemplo para describir la presente invención. La presente invención no está limitada al siguiente contenido, y puede modificarse apropiadamente dentro del alcance de la misma.

[Procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación]

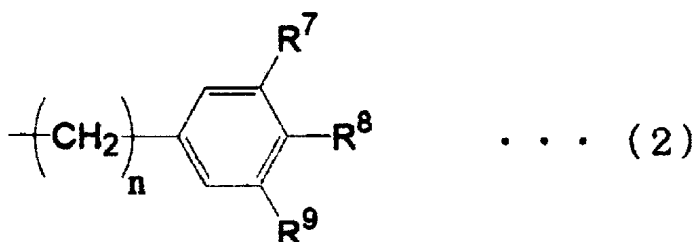
El procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización comprende utilizar:

un compuesto de titanoceno (A) representado por la siguiente fórmula general (1), siguiendo (B) y (C):



en la que R⁵ y R⁶ representan un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno, un grupo hidrocarburo, un grupo ariloxi, un grupo alcoxi, un grupo halógeno y un grupo carbonilo, y pueden ser iguales o diferentes, y R¹ y R² representan un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno y un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y pueden ser iguales o diferentes, siempre que R¹ y R² no sean todos hidrógeno o todos grupos hidrocarburo que tienen de 1 a 12 átomos de carbono.

En la fórmula (1), el grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono representados por R¹, R², R⁵ y R⁶ incluye, por ejemplo, un sustituyente representado por la siguiente fórmula general (2):



en la que R⁷ a R⁹ representan hidrógeno o un grupo hidrocarburo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, siempre que, como mínimo, uno de R⁷ a R⁹ sea hidrógeno; y n = 0 o 1.

- 5 (B): un compuesto que contiene, como mínimo, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende los elementos Li, Na, K, Mg, Zn, Al y Ca; y
(C): un compuesto insaturado.

10 El procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización comprende a etapa de aplicación de fuerza de aplicar una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más a, como mínimo, (A), y una etapa de mezclar (A), (B) y (C).

En primer lugar, se describirán componentes utilizados para producir una composición catalítica para hidrogenación de interés.

15 (Componente (A): compuesto de titanoceno)

Los ejemplos del componente (A): un compuesto de titanoceno incluye, aunque sin limitarse a los mismos, dihidruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dihidruro de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dihidruro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dihidruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dimetiltitanio, propilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dimetiltitanio, metilciclopentadienil)dietiltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)dietiltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dietiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dietiltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, butilciclopentadienil)di-sec-butiltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)dihexiltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)dihexiltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dihexiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dihexiltitanio, propilciclopentadienil)dihexiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dihexiltitanio, metilciclopentadienil)diociltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)diociltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)diociltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)diociltitanio, dimetóxido de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dimetóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dimetóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dimetóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dimetóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, dietóxido de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dietóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dietóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dietóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dietóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, dipropóxido de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dipropóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dipropóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dipropóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dipropóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, dibutóxido de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dibutóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dibutóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dibutóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dibutóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(m-tolil)titanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di(m-tolil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(m-tolil)titanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di(m-tolil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(m-tolil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, butilciclopentadienil)di(m,p-xilil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(4-etilfenil)titanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di(4-etilfenil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(4-etilfenil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(4-etilfenil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(4-hexilfenil)titanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)di(4-hexilfenil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(4-hexilfenil)titanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di(4-hexilfenil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(4-hexilfenil)titanio, difluoruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, difluoruro de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, difluoruro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, difluoruro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, difluoruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, dibromuro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dibromuro de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, dibromuro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dibromuro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dibromuro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, diyoduro de bis(η (5)-

metilciclopentadienil)titanio, diyoduro de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, diyoduro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, diyoduro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, diyoduro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, cloruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)metiltitanio, cloruro de bis(η (5)-di-1,3-metilciclopentadienil)metiltitanio, cloruro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)metiltitanio, cloruro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)metiltitanio, cloruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)metiltitanio, cloruro etóxido de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, cloruro etóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, cloruro etóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, cloruro etóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, cloruro fenóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, cloruro fenóxido de bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio, cloruro fenóxido de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, cloruro fenóxido de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, cloruro fenóxido de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)dibenciltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)dibenciltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dibenciltitanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)dibenciltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dibenciltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)dicarboniltitanio, bis(η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)dicarboniltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dicarboniltitanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)dicarboniltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dicarboniltitanio.

Estos compuestos pueden utilizarse solos como una clase o en combinación de dos clases o más.

El compuesto de titanoceno que tiene estos grupos ciclopentadienilo sustituidos con un grupo alquilo no está limitado a los ejemplos descritos anteriormente. También pueden utilizarse, preferentemente, compuestos de titanoceno diferentes de los descritos anteriormente que tienen dos, tres o cuatro sustituyentes de grupo alquilo en el anillo de ciclopentadienilo.

Utilizando los diversos tipos de compuestos de titanoceno descritos anteriormente, una composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento de producción de la presente realización hidrogena el doble enlace insaturado olefínico del compuesto olefínico (un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos; en lo sucesivo también denominado simplemente un "compuesto de olefina"), y la composición catalítica para hidrogenación también es excelente en resistencia al calor.

Especialmente, para obtener una composición catalítica para hidrogenación, que tiene una elevada actividad de hidrogenación de un doble enlace insaturado olefínico de un polímero de dieno conjugado, o un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático, y que es capaz de hidrogenar el doble enlace insaturado en un amplio intervalo de temperatura, los ejemplos preferentes utilizados como componente (A): un compuesto de titanoceno incluye dicloruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-etilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-propilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)dimetiltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-etilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-propilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)difeniltitanio.

Además, desde la perspectiva de ser manipulados de forma estable al aire, los ejemplos preferentes utilizados como componente (A): un compuesto de titanoceno incluyen dicloruro de bis(η (5)-metilciclopentadienil)titanio, dicloruro de bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)titanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)difeniltitanio, bis(η (5)-metilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio y bis(η (5)-n-butilciclopentadienil)di(p-tolil)titanio.

El compuesto de titanoceno descrito anteriormente como componente (A) puede sintetizarse, por ejemplo, haciendo reaccionar un compuesto halógeno de titanoceno tetravalente que tiene un grupo ciclopentadienilo que tiene un sustituyente alquilo con un arillitio.

La estructura del compuesto de titanoceno sintetizado puede identificarse utilizando espectros de $^1\text{H-RMN}$ y EM.

((B): Compuesto que comprende, como mínimo, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende los elementos Li, Na, K, Mg, Zn, Al y Ca)

El compuesto (B) (también denominado en lo sucesivo un "compuesto (B)", un "componente (B)", un "componente de (B)" o "(B)"), es capaz de reducir el componente (A) descrito anteriormente y se selecciona entre el grupo que comprende compuestos de litio orgánicos, compuestos de sodio orgánicos, compuestos de potasio orgánicos, compuestos de zinc orgánicos, compuesto de magnesio orgánicos, compuestos de aluminio orgánicos, compuestos de calcio orgánicos, hidruros de metales alcalinos (alcalinotérreos), hidruros que contienen dos o más clases de metal seleccionado entre Li, Na, K, Mg, Zn, Al, y Ca; complejos sintetizados haciendo reaccionar de antemano un compuesto de metal alcalino orgánico descrito anteriormente con un compuesto de aluminio orgánico, y complejos (complejos "ato") sintetizados haciendo reaccionar de antemano un compuesto de magnesio orgánico.

Estos compuestos pueden utilizarse solos como una clase, o en combinación de dos clases o más.

Los ejemplos del compuesto de litio orgánico como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, metililitio, etililitio, n-propililitio, isopropililitio, n-butililitio, sec-butililitio, isobutililitio, t-butililitio, n-pentililitio, n-hexililitio, fenililitio, ciclopentadienililitio, m-tolililitio, p-tolililitio, xililitio, dimetilaminolilitio, dietilaminolilitio, metoxililitio, etoxililitio, n-propoxililitio, isopropoxililitio, n-butoxililitio, sec-butoxililitio, t-butoxililitio, pentiloxililitio, hexiloxililitio, heptiloxililitio, octiloxililitio, fenoxililitio, 4-metil fenoxililitio, benciloxililitio, 4-metil benciloxililitio.

Además, como componente (B), también puede utilizarse un compuesto de fenolato de litio obtenido haciendo reaccionar un estabilizante fenólico con los diversos tipos descritos anteriormente de litio orgánico.

Los ejemplos del estabilizante fenólico incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, 1-oxi-3-metil-4-isopropil benceno, 2,6-di-t-butilfenol, 2,6-di-t-butil-4-etilfenol, 2,6-di-t-butil-p-cresol, 2,6-di-t-butil-4-n-butilfenol, 4-hidroximetil-2,6-di-t-butilfenol, butil hidroxianisol, 2-(1-metilciclohexil)-4,6-dimetilfenol, 2,4-dimetil-6-t-butilfenol, 2-metil-4,6-dinonilfenol, 2,6-di-t-butil- α -dimetil amino-p-cresol, metilen-bis-(dimetil-4,6-fenol), 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-t-butilfenol), 2,2'-metilen-bis-(4-metil-6-ciclohexilfenol), 2,2'-metilen-bis-(4-etil-6-t-butilfenol), 4,4'-metilen-bis-(2,6-di-t-butilfenol), 2,2'-metilen-bis-(6- α -metil-bencil-p-cresol).

Un ejemplo particularmente preferente del estabilizante fenólico es 2,6-di-t-butil-4-metilfenoxi litio obtenido sustituyendo con -OLi, el grupo hidroxilo de 2,6-di-t-butil-p-cresolmetilfenoxi litio que es el más común entre los ejemplos específicos descritos anteriormente del estabilizante fenólico.

Además, los ejemplos del compuesto de litio orgánico utilizado como componente (B) también incluyen compuestos de silicio litio orgánicos, tales como trimetilsilil litio, dietilmetilsilil litio, dimetiletilsilil litio, trietilsilil litio y trifenilsilil litio, además, de los compuestos descritos anteriormente.

Los ejemplos del compuesto de sodio orgánico utilizados como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, metil sodio, etil sodio, n-propil sodio, isopropil sodio, n-butil sodio, sec-butil sodio, isobutil sodio, t-butil sodio, n-pentil sodio, n-hexil sodio, fenil sodio, ciclopentadienil sodio, m-tolil sodio, p-tolil sodio, xilil sodio y naftaleno de sodio.

Los ejemplos del compuesto de potasio orgánico utilizado como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, metil potasio, etil potasio, n-propil potasio, isopropil potasio, n-butil potasio, sec-butil potasio, isobutil potasio, t-butil potasio, n-pentil potasio, n-hexil potasio, trfenilmetil potasio, fenil potasio, feniletil potasio, ciclopentadienil potasio, m-tolil potasio, p-tolil potasio, xilil potasio y naftaleno de potasio.

Los ejemplos del compuesto de magnesio orgánico utilizado como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, dimetil magnesio, dietil magnesio, dibutil magnesio, etilbutil magnesio, bromuro de metil magnesio, cloruro de etil magnesio, bromuro de etil magnesio, cloruro de etil magnesio, bromuro de fenil magnesio, cloruro de fenil magnesio, cloruro de t-butil magnesio y bromuro de t-butil magnesio.

Aunque el componente (B) también puede utilizarse como un iniciador de polimerización aniónica viva de un compuesto de dieno conjugado y/o un compuesto hidrocarburo vinilaromático, cuando un compuesto de olefina, que es la diana a hidrogenar, es un polímero de dieno conjugado, o un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático (un polímero vivo), que tiene un extremo activo de un metal contenido en el componente (B), dicho extremo activo también actúa como el componente (B).

Los ejemplos del compuesto de zinc orgánico utilizado como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, dietilzinc, bis(η (5)-ciclopentadienil)zinc y difenilzinc.

Los ejemplos del compuesto de aluminio orgánico utilizado como componente (B) incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, trimetil aluminio, trietil aluminio, triisobutil aluminio, trifenil aluminio, cloruro de dietil aluminio, cloruro de dimetil aluminio, dicloruro de etil aluminio, sesquicloruro de metil aluminio, sesquicloruro de etil aluminio, hidruro de dietil aluminio, hidruro de diisobutil aluminio, trifenil aluminio y tri(2-etilhexil)aluminio, dicloruro de (2-etilhexil)aluminio, metil aluminoxano y etil aluminoxano.

Además de estos, también pueden utilizarse hidruros de metales alcalinos (alcalinotérreos), tales como hidruro de litio, hidruro de potasio, hidruro de sodio e hidruro de calcio; e hidruros que contienen dos o más tipos de metales, tales como hidruro de sodio aluminio, hidruro de potasio aluminio, hidruro de diisobutil sodio aluminio, hidruro de tri(t-butoxi)aluminio, hidruro de trietil sodio aluminio, hidruro de diisobutil sodio aluminio, hidruro de trietil sodio aluminio, hidruro de trietoxi sodio aluminio e hidruro de trietil litio aluminio, como componente (B).

Además, un complejo sintetizado haciendo reaccionar de antemano el compuesto de metal alcalino orgánico descrito anteriormente con el compuesto de aluminio orgánico, un complejo sintetizado haciendo reaccionar de antemano el compuesto de metal alcalino orgánico con el compuesto de magnesio orgánico (complejo "ato") y similares también pueden utilizarse como componente (B).

Desde la perspectiva de una actividad de hidrogenación elevada, el compuesto metálico orgánico y el compuesto que contiene metal como componente (B) son, preferentemente, compuestos que contienen Li o Al.

- 5 Los ejemplos preferentes del compuesto que contiene Li o Al incluyen trietil aluminio, triisobutil aluminio, sec-butil litio y n-butil litio.

Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación de una composición catalítica para hidrogenación en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, un compuesto de litio orgánico es más preferente.

((C): Compuesto insaturado)

- 15 (C), es decir un compuesto insaturado (en lo sucesivo denominado también "(C) un compuesto insaturado," un "componente de (C)", un "componente (C)", o "(C)") es un compuesto que tiene, como mínimo, un grupo insaturado en una molécula del mismo.

En la presente realización, desde la perspectiva de la capacidad de hidrogenar un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos con ventaja económica, y la capacidad de producir un polímero que tiene excelente estabilidad en almacenamiento, buenas propiedades de alimentación, y excelente ausencia de color mediante una etapa de hidrogenación, el componente (C) que es un compuesto insaturado es, preferentemente, un polímero insaturado (C1) (en lo sucesivo también denominado "(C1) un polímero insaturado, un "componente de (C1)", un "componente (C1)", o "(C1)"), que tiene una fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos de 0,25 a 1,0.

Además, tal como se describe más adelante, desde la perspectiva de la capacidad de hidrogenar un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos (incluyendo un polímero que contiene un doble enlace insaturado olefínico) con ventaja económica, y la capacidad de producir un polímero que tiene excelente estabilidad en almacenamiento, buenas propiedades de alimentación, y excelente ausencia de color mediante una etapa de hidrogenación, el componente (C) que es un compuesto insaturado también es, preferentemente, un compuesto insaturado (C2) descrito en más detalle, a continuación, (en lo sucesivo denominado "(C2) un compuesto insaturado", un "componente de (C2)", un "componente (C2)", o "(C2)") que tiene un peso molecular de 400 o menos que tiene uno o más grupos insaturados en una molécula del mismo.

El componente (C) que es un compuesto insaturado puede producirse utilizando el monómero predeterminado descrito después, y el componente (C1) que es un polímero insaturado puede producirse polimerizando el monómero predeterminado descrito después.

- 40 Los ejemplos del monómero descrito anteriormente incluyen un dieno conjugado y, generalmente, incluyen un dieno conjugado que tiene de 4 a aproximadamente 12 hidrocarburos.

Los ejemplos del monómero incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetilbutadieno, 1,3-pentadieno, 2-metil-1,3-pentadieno, 1,3-hexadieno, 4,5-dietil-1,3-octadieno y 3-butil-1,3-octadieno.

Estos pueden polimerizarse solos o copolimerizarse en combinaciones de dos o más. Entre estos, 1,3-butadieno e isopreno son preferentes debido a que pueden producir el componente (C1) a una escala industrialmente grande y se manipulan de forma relativamente fácil. Los homopolímeros o copolímeros formados de estos monómeros, tales como polibutadieno, poliisopreno, y un copolímero de butadieno/isopreno, son preferentes.

Además, también puede utilizarse un polímero obtenido polimerizando simplemente norbornadieno, ciclopentadieno, 2,3-dihidrodiclopentadieno, y un producto sustituido con alquilo de los mismos o copolimerizando dos o más de estas sustancias en combinación.

Desde la perspectiva de aumentar la fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales, el componente (C1) que es un polímero insaturado es, preferentemente, un polímero de dieno conjugado, o un copolímero formado del dieno conjugado descrito anteriormente y un compuesto vinilaromático.

- 60 Los ejemplos del compuesto vinilaromático incluyen estireno, t-butilestireno, α -metilestireno, p-metilestireno, divinilbenceno, 1,1-difeniletileno, y N,N-dietil-p-aminoetilrestireno. Entre otros, el estireno es particularmente preferente.

Los ejemplos más preferentes del copolímero específico incluyen un copolímero de butadieno/estireno y un copolímero de isopreno/estireno.

Estos copolímeros pueden estar en cualquier forma, tal como aleatoria, de bloque, de bloque en forma de estrella, de bloque de sección decreciente y similares, y no están particularmente limitados.

5 Cuando el componente (C1) que es un polímero insaturado es un copolímero formado de un dieno conjugado y un compuesto vinilaromático, la cantidad del compuesto vinilaromático enlazado es, preferentemente, el 70% en masa o menos.

10 El componente (C1) que es un polímero insaturado puede tener un grupo funcional, tal como un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo amino o un grupo epoxi.

15 Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, manipulación, propiedades de alimentación y estabilidad en almacenamiento de la composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, el peso molecular promedio en número del componente (C1) que es un polímero insaturado es, preferentemente, más de 400, y más preferente 500 o más, y desde la perspectiva de manipulación es, preferentemente, 1.000.000 o menos.

El peso molecular promedio en número del componente (C1) es, más preferentemente, 500 o más 20.000 o menos, aún más preferentemente, 800 o más y 15.000 o menos y, de forma más preferente, 1.000 o más y 10.000 o menos.

20 El peso molecular promedio en número del componente (C1) (un valor en términos de poliestireno) puede medirse mediante CPG (cromatografía de permeación en gel).

25 Debe observarse que la expresión "buenas propiedades de alimentación" se refiere a cuando se alimenta una composición catalítica para hidrogenación mediante una tubería predeterminada, después de almacenar la composición catalítica durante cierto periodo de tiempo en un entorno predeterminado, la capacidad para mantener de forma continua un estado de alimentación suave sin obstrucción de la tubería.

Además, la expresión "buena manipulación" se refiere a una baja viscosidad cuando está en solución, elevadas propiedades de mezcla y velocidad de transferencia, y baja susceptibilidad de adherencia al equipo, la tubería, etc.

30 Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, la manipulación (rebajar la viscosidad de una solución), y estabilidad en almacenamiento respecto a propiedades de alimentación, de la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, la fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos es, preferentemente, de 0,25 a 1,0 en el componente (C1) que es un polímero insaturado.

40 La fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en el contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos se define como $X = Y/Z$, en la que "la fracción de un doble enlace insaturado olefínico de las cadenas laterales basándose en doble enlace insaturado olefínico total" representa X, [el número de dobles enlaces carbono/carbono insaturados olefínicos de las cadenas laterales de un polímero componente], y representa Y, y [el número total de dobles enlaces carbono/carbono insaturados olefínicos de un polímero componente] representa Z,

El valor de X está, preferentemente, en un intervalo de 0,25 a 1,0.

50 Este intervalo de valor significa que, cuando se utiliza polibutadieno como un ejemplo específico del componente (C1) que es un polímero insaturado, la fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales (enlaces 1,2) basándose en un contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos (enlace 1,4 cis, enlace 1,4 trans, y enlace 1,2) está en un intervalo de 0,25 a 1 (del 25 al 100% molar).

55 La X descrita anteriormente está, más preferentemente, en un intervalo de 0,40 a 1,0, aún más preferentemente, en un intervalo de 0,50 a 0,95 y, de forma más preferente, en un intervalo de 0,60 a 0,95.

60 La X descrita anteriormente que es la fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos puede medirse utilizando RMN.

La relación de masas del componente (C1) descrito anteriormente (un compuesto insaturado) respecto al componente (A) descrito anteriormente (un compuesto de titanoceno), (C1)/(A) es, preferentemente, 0,1 o más y 8 o menos.

65 Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, manipulación y estabilidad en almacenamiento respecto a propiedades de alimentación, de la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento

de producción de la presente realización, la relación de masas del componente (C1) descrito anteriormente (un polímero insaturado) respecto al componente (A) descrito anteriormente (un compuesto de titanoceno), (C1)/(A) es, preferentemente, 0,1 o más, y más preferente 0,3 o más. Desde la perspectiva de estabilidad en almacenamiento respecto a propiedades de alimentación, eficiencia económica y, además, supresión del amarilleamiento de un polímero hidrogenado que ha sido hidrogenado con la composición catalítica para hidrogenación, la relación de masas ((C1)/(A)) es, preferentemente, 8 o menos, más preferentemente, 4 o menos, aún más preferentemente, 3 o menos y, de forma más preferente, 2 o menos.

La relación de masas de (C1) respecto a (A) ((C1)/(A)) está, más preferentemente, en un intervalo de 0,4 a 5, aún más preferentemente, en un intervalo de 0,5 a 3 y, de forma más preferente, en un intervalo de 0,7 a 2.

Además, desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, manipulación (baja viscosidad), y estabilidad en almacenamiento respecto a propiedades de alimentación, de la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, el contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos (mol) de las cadenas laterales en el componente (C1) como un todo que es un polímero insaturado por mol de componente (A) que es un compuesto de titanoceno es, preferentemente, 0,3 mol o más, y desde la perspectiva de la supresión del amarilleamiento del polímero es, preferentemente, 30 mol o menos. Además, está, más preferentemente, en un intervalo de 0,5 mol a 20 mol, aún más preferentemente, en un intervalo de 1,0 mol a 15 mol y, de forma más preferente, en un intervalo de 2,0 mol a 12 mol.

En la presente realización, desde la perspectiva de la capacidad de hidrogenar un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados olefínicos (incluyendo un polímero que contiene un doble enlace insaturado olefínico) con ventaja económica, y la capacidad de producir un polímero que tiene excelente estabilidad en almacenamiento, buenas propiedades de alimentación, y excelente ausencia de color mediante una etapa de hidrogenación, tal como se ha descrito anteriormente, un compuesto (C2) (en lo sucesivo también denominado "(C2) un compuesto insaturado", un "componente de (C2)", un "componente (C2)", o "(C2)") que tiene un peso molecular de 400 o menos y tiene uno o más grupos insaturados en una molécula del mismo, se selecciona entre el grupo que comprende mirceno, isopreno, 1,7-octadieno y un polímero producido polimerizando un monómero seleccionado entre dienos conjugados que tienen un hidrocarburo que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, monoterpeneo, compuestos vinilaromáticos, norbornadieno, ciclopentadieno, ciclohexadieno, 2,3-dihidrodiciclopentadieno o acetilenos, también puede utilizarse, preferentemente, como componente (C) que es un compuesto insaturado.

Desde la perspectiva de propiedades de alimentación después del almacenamiento de la composición catalítica para hidrogenación, el componente (C2) tiene un peso molecular de 400 o menos, y el peso molecular es, preferentemente, 300 o menos, más preferentemente, 200 o menos y, de forma más preferente, 150 o menos.

El componente (C2) que es un compuesto insaturado puede producirse polimerizando un monómero predeterminado seleccionado entre dienos conjugados que, generalmente, tienen de 4 a aproximadamente 12 hidrocarburos, tales como 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetilbutadieno, 1,3-pentadieno, 2-metil-1,3-pentadieno, 1,3-hexadieno, 4,5-dietil-1,3-octadieno o 3-butil-1,3-octadieno, monoterpeneo, un compuesto vinilaromático, norbornadieno, ciclopentadieno, ciclohexadieno, 2,3-dihidrodiciclopentadieno, y acetilenos.

Estos compuestos pueden utilizarse solos como una clase, o dos clases o más de estos compuestos pueden utilizarse en combinación y también pueden copolimerizarse entre sí.

Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación de una composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización en la fase inicial de producción y después del almacenamiento del mismo, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, la cantidad de grupos insaturados en el compuesto insaturado (C2) tiene un intervalo preferente.

Específicamente, desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación de una composición catalítica para hidrogenación en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, la cantidad de grupos insaturados en 1 mol del componente (C2) es, preferentemente, 2 mol o más. Por otro lado, desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación y las propiedades de alimentación de una composición catalítica para hidrogenación en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, y supresión del amarilleamiento del polímero de un compuesto de olefina hidrogenada, está en un intervalo de 5 mol o menos. La cantidad de grupos insaturados en 1 mol del componente (C2) está, más preferentemente, en un intervalo de 2 mol o más y 4 mol o menos, aún más preferentemente, en un intervalo de 2 mol o más y 3 mol o menos y, de forma adicionalmente preferente, 3 mol.

La cantidad de grupos insaturados en el (C2) puede medirse utilizando RMN.

Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, manipulación y estabilidad en almacenamiento respecto a las propiedades de alimentación de la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, la relación de masas entre el componente (C2) (un compuesto insaturado) y el componente (A) (un compuesto de titanoceno) ((C2)/(A)) es, preferentemente, 0,1 o más. Por otro lado, desde la perspectiva de estabilidad en almacenamiento respecto a las propiedades de alimentación, eficiencia económica y, además, supresión del amarilleamiento de un polímero hidrogenado que ha sido hidrogenado con la composición catalítica para hidrogenación descrita anteriormente, la relación de masas ((C2)/(A)) es, preferentemente, 8,0 o menos.

Desde la perspectiva de la actividad de hidrogenación, manipulación, estabilidad en almacenamiento respecto a las propiedades de alimentación, y eficiencia económica de la composición catalítica para hidrogenación producida, y la supresión del amarilleamiento de un polímero hidrogenado, la relación de masas de (C2) y (A) (= (C2)/(A)) está, preferentemente, en un intervalo de 0,1 a 8, más preferentemente, en un intervalo de 0,1 a 4, aún más preferentemente, en un intervalo de 0,5 a 3 y, de forma más preferente, en un intervalo de 1,0 a 2,5.

Tal como se ha descrito anteriormente, utilizando un compuesto insaturado (C2) que tiene un peso molecular de 400 o menos como un compuesto insaturado (C), la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización tiene excelente estabilidad en almacenamiento, buenas propiedades de alimentación, y excelentes propiedades de alimentación incluso después del almacenamiento de la misma.

Además, estableciendo la cantidad de grupos insaturados en (C2) en el intervalo descrito anteriormente basándose en la relación molar de (C2) respecto al componente (A), la cantidad de hidrógeno añadida a aquellos diferentes de los dobles enlaces insaturados olefinicos en el polímero como una diana a hidrogenar puede reducirse, y como resultado, puede obtenerse una actividad de hidrogenación elevada.

(Componente (D): compuesto polar)

Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada en la fase inicial de producción y después del almacenamiento, y la reducción de la obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, es preferente añadir adicionalmente el siguiente componente (D) que es un compuesto polar (en lo sucesivo también denominado un "compuesto polar (D)", un "componente de (D)", o "D") en el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización.

El componente (D) que es un compuesto polar es un compuesto que tiene N, O o S. Los ejemplos del componente (D) incluyen un compuesto de alcohol, un compuesto de éter, un compuesto de tioéter, un compuesto de cetona, un compuesto de sulfóxido, un compuesto de ácido carboxílico, un compuesto de carboxilato, un compuesto de aldehído, un compuesto de lactama, un compuesto lactona, un compuesto de amina, un compuesto de amida, un compuesto de nitrilo, un compuesto de epoxi y un compuesto de oxima.

A continuación, se proporciona ejemplos específicos de estos compuestos polares.

Los ejemplos del compuesto de alcohol incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, alcoholes monohídricos, tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, alcohol n-butílico, alcohol sec-butílico, alcohol isobutílico, alcohol terc-butílico, alcohol n-amílico, alcohol iso-amílico, alcohol hexílico y un isómero del mismo, alcohol heptílico y un isómero del mismo, alcohol octílico y un isómero del mismo, alcohol caprílico, alcohol nonílico y un isómero del mismo, alcohol decílico y un isómero del mismo, alcohol bencílico, fenol, cresol y 2,6-di-terc-butyl-p-cresol, y alcoholes dihídricos, tales como etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, pentil glicol, hexil glicol, heptil glicol, y glicoles que son isómeros de estos alcoholes. Además, también puede utilizarse un alcohol trihídrico, tal como glicerina, o compuestos de alcohol que tienen otro grupo funcional en una única molécula del mismo, tales como etanolamina o alcohol glicidílico.

Los ejemplos del compuesto de éter incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, éter dimetílico, éter dietílico, éter di-n-propílico, éter diisopropílico, éter di-n-butílico, éter di-sec-butílico, éter difenílico, éter metiletílico, éter etilbutílico, éter butilvinílico, anisol, éter etilfenílico, éter dimetílico de etilenglicol, éter dietílico de etilenglicol, éter dibutílico de etilenglicol, éter dimetílico de dietilenglicol, éter dietílico de dietilenglicol, furano, tetrahidrofurano, α -metoxitetrahidrofurano, pirano, tetrahidropirano y dioxano .

Además, también puede utilizarse un compuesto que tiene otro grupo funcional en una molécula del mismo, tal como ácido tetrahidrofurancarboxílico.

Los ejemplos del compuesto de tioéter incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, sulfuro de dimetilo, sulfuro de dietilo, sulfuro de di-n-butilo, sulfuro de di-sec-butilo, sulfuro de di-terc-butilo, sulfuro de difenilo, sulfuro de metil etilo, sulfuro de etil butilo, tioanisol, sulfuro de etil fenilo, tiofeno y tetrahidrotiofeno.

Los ejemplos del compuesto de cetona incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, acetona, dietil cetona, di-n-propil cetona, diisopropil cetona, di-n-butil cetona, di-sec-butil cetona, di-terc-butil cetona, benzofenona, metil etil cetona, acetofenona, bencil fenil cetona, propiofenona, ciclopentanona, ciclohexanona, diacetilo, acetilacetona y benzoilacetona.

5 Los ejemplos del compuesto de sulfóxido incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, dimetil sulfóxido, dietil sulfóxido, tetrametilen sulfóxido, pentametilen sulfóxido, difenil sulfóxido, dibencil sulfóxido y p-tolil sulfóxido.

10 Los ejemplos del compuesto de ácido carboxílico incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, ácidos monobásicos, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido caproico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido ciclohexilpropiónico, ácido ciclohexilcaproico, ácido benzoico, ácido fenilacético, ácido o-toluico, ácido m-toluico, ácido p-toluico, ácido acrílico y ácido metacrílico; ácidos dibásicos, tales como ácido oxálico, ácido maleico, ácido malónico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido sebácico, ácido itacónico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftálico y ácido difénico; ácidos polibásicos, tales como ácido trimelítico, ácido piromelítico; y los derivados de los mismos. Además, por ejemplo, también puede utilizarse un compuesto que tiene otro grupo funcional en una única molécula del mismo, tal como ácido hidroxibenzoico.

20 Los ejemplos del carboxilato incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, ésteres formados a partir de ácidos monobásicos, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido caproico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido ciclohexilpropiónico, ácido ciclohexilcaproico, ácido benzoico, ácido fenilacético, ácido o-toluico, ácido m-toluico, ácido p-toluico, ácido acrílico y ácido metacrílico, o ácidos dibásicos, tales como ácido oxálico, ácido maleico, ácido malónico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido sebácico, ácido itacónico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftálico y ácido difénico, con alcoholes, tales como alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol propílico, alcohol n-butílico, alcohol sec-butílico, alcohol isobutílico, alcohol terc-butílico, alcohol n-amílico, alcohol iso-amílico, alcohol hexílico y un isómero del mismo, alcohol heptílico y un isómero del mismo, alcohol octílico y un isómero del mismo, alcohol caprílico, alcohol nonílico y un isómero del mismo, alcohol decílico y un isómero del mismo, alcohol bencilico, fenol, cresol y alcohol glicidílico; y β -cetoésteres, tales como acetoacetato de metilo y acetoacetato de etilo.

30 Los ejemplos del compuesto de lactona incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, β -propiolactona, δ -valerolactona, ϵ -caprolactona, y compuestos de lactona correspondientes a los siguientes ácidos.

35 Concretamente, los ejemplos del ácido incluyen ácido 2-metil-3-hidroxi propiónico, ácido 3-hidroxi nonanoico o 3-hidroxi pelargónico, ácido 2-dodecil-3-hidroxi propiónico, ácido 2-ciclopentil-3-hidroxi propiónico, ácido 2-n-butil-3-ciclohexil-3-hidroxi propiónico, ácido 2-fenil-3-hidroxi tridecanoico, 2-(2-etilciclopentil)-3-hidroxi propiónico, ácido 2-metil fenil-3-hidroxi propiónico, ácido 3-bencil-3-hidroxi propiónico, ácido 2,2-dimetil-3-hidroxi propiónico, ácido 2-metil-5-hidroxi valérico, ácido 3-ciclohexil-5-hidroxi valérico, ácido 4-fenil-5-hidroxi valérico, ácido 2-heptil-4-ciclopentil-5-hidroxi valérico, ácido 3-(2-ciclohexil etil)-5-hidroxi valérico, ácido 2-(2-fenil etil)-4-(4-ciclohexil bencil)-5-hidroxi valérico, ácido bencil-5-hidroxi valérico, ácido 3-etil-5-isopropil-6-hidroxi caproico, ácido 2-ciclopentil-4-hexil-6-hidroxi caproico, ácido 2-ciclopentil-4-hexil-6-hidroxi caproico, ácido 3-fenil-6-hidroxi caproico, ácido 3-(3,5-dietil-ciclohexil)-5-etil-6-hidroxi caproico, 4-(3-fenil-propil)-6-hidroxi caproico, ácido 2-bencil-5-isobutil-6-hidroxi caproico, ácido 7-fenil-6-hidroxi octoenoico, ácido 2,2-di(1-ciclohexenil)-5-hidroxi-5-heptenoico, ácido 2,2-dipropenil-5-hidroxi-5-heptenoico, ácido 2,2-dimetil-4-propenil-3-hidroxi-3,5-heptadienoico.

45 Los ejemplos del compuesto de amina incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, metilamina, etilamina, isopropilamina, n-butilamina, sec-butilamina, terc-butilamina, n-amilamina, sec-amilamina, terc-amilamina, n-hexilamina, n-heptilamina, anilina, bencilamina, o-anisidina, m-anisidina, p-anisidina, α -naftilamina, dimetilamina, dietilamina, di-n-propilamina, diisopropilamina, di-n-butilamina, di-sec-butilamina, diisobutilamina, di-terc-butilamina, di-n-amilamina, diisoamilamina, dibencilamina, N-metilamina, N-etilamina, N-etil-o-toluidina, N-etil-m-toluidina, N-etil-p-toluidina, trietilamina, tri-n-propilamina, tri-n-butilamina, tri-n-amilamina, triisoamilamina, tri-n-hexilamina, tribencilamina, trifenil metilamina, N,N-dimetil bencilamina, N,N-dimetilamina, N,N-dietilamina, N,N-dietil-o-toluidina, N,N-dietil-m-toluidina, N,N-dietil-p-toluidina, N,N-dimetil- α -naftilamina, N,N,N',N'-tetrametil etilendiamina, N,N,N',N'-tetraetil etilendiamina, pirrolidina, piperidina, N-metilpirrolidina, N-metilpiperidina, piridina, piperazina, 2-acetilpiridina, N-bencilpiperazina, quinolina, morfolina.

60 El compuesto de amida descrito anteriormente es un compuesto que tiene, como mínimo, un enlace $-C(=O)-N<$ o $-C(=S)-N<$ en una molécula del mismo. Los ejemplos del compuesto de amida incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, N,N-dimetilformamida, N-dimetilacetamida, N-metilpirrolidona, acetamida, propionamida, benzamida, acetanilida, benzanilida, N-metilacetanilida, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetil-N,N'-(p-dimetilamino)benzamida, N-etilen-N-metil-8-quinolin carboxiamida, N,N-dimetil nicotinamida, N,N-dimetil metaacrilamida, N-metilftalimida, N-fenilftalimida, N-acetil- ϵ -caprolactama, N,N,N',N'-tetrametilftalimida, 10-acetilfenoxazina, 3,7-bis (dimetilamino)-10-benzoilfenotiazina, 10-acetilfenotiazina, 3,7-bis(dimetilamino)-10-benzoilfenotiazina, N-etil-N-metil-8-quinolin carboxiamida, y también, compuestos de urea lineales, tales como N,N'-dimetilurea, N,N'-dietilurea, N,N'-dimetiletilurea, N,N,N',N'-tetrametilurea, N,N-dimetil-N',N'-dietilurea y N,N-dimetil-N',N'-difetilurea.

- 5 Los ejemplos del compuesto de nitrilo incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, monóxido de 1,3-butadieno, óxido de 1,3-butadieno, óxido de 1,2-butileno, óxido de 2,3-butileno, óxido de ciclohexeno, 1,2-epoxiciclododecano, 1,2-epoxidecano, 1,2-epoxieicosano, 1,2-epoxiheptano, 1,2-epoxihexadecano, 1,2-epoxihexadecano, 1,2-epoxioctadecano, 1,2-epoxioctano, éter diglicídico de etilenglicol, 1,2-epoxitetradecano, óxido de hexametileno, óxido de isobutileno, 1,7-octadieno epóxido, óxido de 2-fenil propileno, óxido de propileno, óxido de trans-estilbena, óxido de estireno, 1,2-polibutadieno epoxilado, aceite de linaza epoxilado, éter glicídico metílico, éter glicídico n-butílico, éter glicídico alílico, metacrilato de glicídico, acrilato de glicídico.
- 10 Los ejemplos del compuesto de oxima incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, acetoxima, metil etil cetona oxima, dietil cetona oxima, acetofenona oxima, benzofenona oxima, bencil fenil cetona oxima, ciclohexanona oxima, ciclohexanona oxima, y benzaldehído oxima.
- 15 El componente (D) descrito anteriormente que es un compuesto polar puede utilizarse solo como una clase o en combinaciones de dos o más clases.
- 20 Como dicho compuesto polar, es preferente un compuesto polar que no tenga hidrógeno activo. Entre otros, un compuesto de amina y un compuesto de éter son más preferentes, y un compuesto de amina es aún más preferente.
- 25 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada de una composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, la relación de masas del componente (D) y el componente (A) ((D)/(A)) es, preferentemente, de 0,01 o más. Por otro lado, desde la perspectiva de estabilidad en almacenamiento o eficiencia económica, la relación de masas ((D)/(A)) es, preferentemente, 2 o menos.
- 30 La relación de masas del componente (D) y el componente (A) ((D)/(A)) está, más preferentemente, en un intervalo de 0,01 a 1, aún más preferentemente, en un intervalo de 0,015 a 0,50, más preferentemente, en un intervalo de 0,020 a 0,30 y, todavía más preferentemente, en un intervalo de 0,015 a 0,30.
- (Procedimiento de mezcla)
- 35 En el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, se mezclan el componente (A), el componente (B) y el componente (C), y opcionalmente el componente (D), descritos anteriormente y, opcionalmente, utilizando un disolvente predeterminado.
- 40 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, en el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, se aplica una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más, como mínimo, al componente (A). Esta etapa se denomina una "etapa de aplicación de fuerza" en la presente memoria descriptiva.
- 45 <Etapa de aplicación de fuerza>
- 50 En la etapa de aplicación de fuerza descrita anteriormente, los ejemplos de un aparato para aplicar una fuerza de cizalladura incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, un agitador, un homogeneizador que incluye equipo de emulsificación, y una bomba.
- 55 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada o un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, la velocidad de cizalladura se ajusta a 1.000 (1/s) o más, y es, preferentemente, 3.000 (1/s) o más y, de forma más preferente, 10.000 (1/s) o más.
- 60 La expresión "velocidad de cizalladura" utilizada en el presente documento significa una velocidad de cizalladura en un sitio en el que la velocidad de cizalladura del aparato descrito anteriormente utilizado para aplicar una fuerza de cizalladura se vuelve el máximo.
- 65 Por ejemplo, la velocidad de cizalladura (V_s) de un dispositivo que comprende un rotor (parte de rotación) que gira a una velocidad constante y un estator (parte fija) se obtiene dividiendo la velocidad periférica (V_u) del rotor por un hueco mínimo (d) entre el rotor y el estator (V_s (1/s) = V_u/d).
- En general, la velocidad periférica de un rotor aumenta a medida que el punto de medición de la velocidad se acerca al lado externo del rotor. Por lo tanto, si el hueco (d) es constante independiente del lugar en el dispositivo, un valor obtenido dividiendo la velocidad periférica del lado más externo del rotor por el hueco (d) se define como una

velocidad de cizalladura en la presente realización.

5 En términos de actividad de hidrogenación elevada y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, el tiempo requerido para la aplicación de dicha fuerza de cizalladura es, preferentemente, 5 minutos o más y dentro del plazo de 72 horas, más preferentemente, 20 minutos o más y dentro del plazo de 48 horas y, de forma más preferente, dentro del plazo de 2 a 24 horas.

10 Si el componente (A) es un sólido, es preferente triturar finamente el sólido aplicando una fuerza de cizalladura al mismo.

15 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada de una composición catalítica para hidrogenación en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, es preferente mezclar el componente (A) con el componente (B) después de que se ha aplicado una fuerza de cizalladura al componente (A).

20 Cuando se añade componente (B) al componente (A) que es un sólido, el diámetro medio de partícula del componente (A) es, preferentemente, 100 μm o menos, desde la perspectiva de actividad de hidrogenación y obstrucción de filtros en una extrusora. El diámetro medio de partícula del componente (A) es, más preferentemente, 50 μm o menos, aún más preferentemente, 30 μm o menos y, de forma más preferente, 15 μm o menos.

25 El estado del componente (A) en el momento de la aplicación de una fuerza de cizalladura no está particularmente limitado. Puede ser cualquiera de un estado líquido, un estado mixto sólido-líquido, y un estado sólido. Desde la perspectiva de manipulación, el estado del componente (A) es, preferentemente, un estado líquido o un estado mixto sólido-líquido.

30 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada de una composición catalítica para hidrogenación en la fase inicial de producción y después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, más preferentemente, comprende una etapa de mezcla después de añadir el componente (B) a una mezcla del componente (A) y el componente (C).

35 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada de una composición catalítica para hidrogenación tanto en la fase inicial de producción como después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento del acabado de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, más preferentemente, comprende una etapa de mezclar el componente (A), el componente (B), el componente (C) y el componente (D) después de añadir el componente (B) a una mezcla del componente (A) y el componente (C), después de o durante la etapa de aplicación de fuerza.

45 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada de una composición catalítica para hidrogenación tanto en la fase inicial de producción como después del almacenamiento de la misma, y un bajo grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un compuesto que contiene dobles enlaces insaturados hidrogenados, el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente realización, más preferentemente, comprende una etapa de mezclar el componente (A), el componente (B), el componente (C) y el componente (D) después de añadir el componente (B) a una mezcla del componente (A), el componente (C) y el componente (D), después de o durante la etapa de aplicación de fuerza.

50 La composición catalítica para hidrogenación se ha preparado anteriormente en un tanque de catalizador que es diferente de un sistema de reacción que contiene una diana a hidrogenar, y puede introducirse, a continuación, en el sistema de reacción en el que la diana a hidrogenar está presente, tal como se describe más adelante. Como alternativa, pueden introducirse ingredientes individuales de la composición catalítica para hidrogenación en el sistema de reacción, por separado.

55 Dado que la composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento de producción de la presente realización es excelente en estabilidad en almacenamiento, se utiliza adecuadamente en un procedimiento de preparación de la composición catalítica para hidrogenación en un tanque de catalizador diferente y, a continuación, introduciéndolo en un sistema de reacción.

60 En un caso en el que la diana a hidrogenar es un polímero de dieno conjugado o un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático, en el que el polímero o el copolímero se ha producido mediante polimerización aniónica viva utilizando un metal alcalino orgánico o un metal alcalinotérreo orgánico como un iniciador, el extremo activo del polímero o copolímero también puede utilizarse parcial o totalmente, tal como el componente (B) descrito anteriormente cuando los ingredientes de una composición catalítica para hidrogenación se

introducen en un sistema de reacción para la etapa de hidrogenación.

Además, antes de la hidrogenación y después de la polimerización de un polímero o un copolímero como una diana a hidrogenar, el extremo activo puede estar parcial o completamente desactivado.

5 Cuando los ingredientes de la composición catalítica para hidrogenación se introducen, cada uno por separado, en un sistema de reacción, si un exceso de desactivador para el extremo activo de un polímero o copolímero como una diana a hidrogenar está presente en el sistema de reacción, también puede considerarse que dicho desactivador es el componente (D) o una parte del componente (D).

10 En tal caso, se calcula la relación de masas descrita anteriormente del componente (D) respecto al componente (A) ((D)/(A)), estimando dicho exceso de desactivador como componente (D).

15 Cuando una composición catalítica para hidrogenación se produce por adelantado en un tanque de catalizador que es diferente de un sistema de reacción en el que está presente una diana a hidrogenar, la atmósfera puede ser una atmósfera inerte o una atmósfera de hidrógeno.

20 La temperatura aplicada a la producción o el almacenamiento de la composición catalítica para hidrogenación está, preferentemente, en un intervalo de -50°C a 50°C y, más preferentemente, de -20°C a 30°C.

El tiempo requerido para la producción de la composición catalítica para hidrogenación es diferente dependiendo de la temperatura de producción. En condiciones de una temperatura de producción de 25°C, es de varios minutos a 60 días y, preferentemente, de 1 minuto a 20 días.

25 Cuando la composición catalítica para hidrogenación se produce por adelantado en un tanque de catalizador que es diferente de un sistema de reacción en el que una diana a hidrogenar está presente, si el componente (A), el componente (B), el componente (C) y el componente (D) que constituyen la composición catalítica para hidrogenación se utilizan en forma de una solución preparada disolviendo estos componentes en un disolvente orgánico inactivo, es manipulada fácilmente, y, de este modo, es preferente.

30 El disolvente orgánico inactivo utilizado en el caso en el que los componentes se utilizan en forma de una solución es, preferentemente, un disolvente que no reacciona con ninguna forma asociada con la reacción de hidrogenación. Es, preferentemente, el mismo disolvente que el utilizado en la reacción de hidrogenación.

35 Cuando la composición catalítica para hidrogenación se produce por adelantado en un tanque de catalizador que es diferente de un sistema de reacción en el que está presente una diana a hidrogenar, la composición catalítica para hidrogenación producida es transferida a un reactor de hidrogenación (tanque de hidrogenación) en el que está contenida la diana a hidrogenar. Desde la perspectiva de la consecución de actividad de hidrogenación elevada, esta operación se lleva a cabo, preferentemente, en una atmósfera de hidrógeno.

40 Desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada y supresión del amarilleamiento de un polímero hidrogenado, la temperatura aplicada a la transferencia de la composición catalítica para hidrogenación es, preferentemente, una temperatura de -30°C a 100°C y, de forma más preferente, -10°C a 50°C.

45 Además, desde la perspectiva de actividad de hidrogenación elevada, la composición catalítica para hidrogenación se añade, preferentemente, a la diana a hidrogenar, inmediatamente antes del inicio de la reacción de hidrogenación.

50 Con respecto a la relación de mezcla de componentes individuales necesarios para mostrar actividad de hidrogenación elevada y selectividad de hidrogenación, la relación del número de moles de metal del componente (B) con respecto al número de moles de metal (Ti) del componente (A) (en lo sucesivo denominada una "relación molar de Metal (B)/Metal (A)") está, preferentemente, en un intervalo de aproximadamente 20 o menos.

55 Determinando la relación de mezcla del componente (A) respecto al componente (B) de modo que la relación molar de Metal (B)/Metal (A) esté en un intervalo de 0,5 a 10, se puede mejorar la actividad de hidrogenación de la composición catalítica para hidrogenación. De este modo, la relación molar descrita anteriormente es la más preferente.

60 Cuando la diana a hidrogenar es un polímero vivo obtenido mediante polimerización aniónica viva, el extremo vivo actúa como reductor. De este modo, cuando un polímero que tiene un extremo activo vivo se hidrogena, desde la perspectiva de conseguir la relación molar óptima de Metal (B)/Metal (A) descrita anteriormente, y llevar a cabo una reacción de hidrogenación estable durante un periodo de tiempo más largo, el extremo activo vivo se desactiva, más preferentemente, con diversos compuestos que tiene hidrógeno o halógeno activo.

65 Los ejemplos del compuesto descrito anteriormente que tienen hidrógeno activo incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, agua, alcoholes, tales como metanol, etanol, n-propanol, n-butanol, sec-butanol, t-butanol, 1-pentanol, 2-

pentanol, 3-pentanol, 1-hexanol, 2-hexanol, 3-hexanol, 1-heptanol, 2-heptanol, 3-heptanol, 4-heptanol, octanol, nonanol, decanol, undecanol, alcohol laurílico, alcohol alílico, ciclohexanol, ciclopentanol y alcohol bencílico, y fenoles, tales como fenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, p-alilfenol, 2,6-di-t-butil-p-cresol, xilenol, dihidroantraquinona, dihidroxicoumarina, 1-hidroxiantraquinona, alcohol m-hidroxibencílico, resorcinol y leucoaurina.

5 Además, los ejemplos del ácido incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, ácidos carboxílicos orgánicos, tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido isoacético, ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido de decalina, ácido mirístico, ácido esteárico, ácido behénico y ácido benzoico.

10 Además, los ejemplos del compuesto que tienen halógeno incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, cloruro de bencilo, cloruro (bromuro) de trimetilsililo, cloruro (bromuro) de t-butilsililo, cloruro (bromuro) de metilo, cloruro (bromuro) de etilo, cloruro (bromuro) de propilo y cloruro (bromuro) de n-butilo.

Estos ácidos pueden utilizarse solos como una clase o en combinación de dos clases o más.

15 [Composición catalítica para hidrogenación]

Tal como se ha descrito anteriormente, una composición catalítica para hidrogenación puede obtenerse utilizando un compuesto de titanoceno (A), un compuesto (B) que contiene, como mínimo, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende los elementos Li, Na, K, Mg, Zn, Al y Ca, y un compuesto insaturado (C), aplicando una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más, como mínimo, al componente (A), y mezclando (A), (B) y (C).

25 [Procedimiento de hidrogenación utilizando la composición catalítica para hidrogenación]

La composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización puede utilizarse en una etapa de hidrogenar productos a hidrogenar, que son todos compuestos que tienen un doble enlace insaturado olefínico.

30 La composición catalítica para hidrogenación puede aplicarse, por ejemplo, a polímeros de bajo peso molecular que contienen, como mínimo, un doble enlace insaturado olefínico en una molécula del mismo, incluyendo: olefinas alifáticas, tales como etileno, propileno, buteno, penteno, hexeno, hepteno, octeno, o un isómero de los mismos; olefinas alicíclicas, tales como ciclopenteno, metilciclopenteno, ciclopentadieno, ciclohexeno, metilciclohexeno, o ciclohexadieno; monómeros, tales como estireno, butadieno o isopreno; y ácidos grasos insaturados y derivados de los mismos, y oligómeros líquidos insaturados.

Además, la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización también puede aplicarse a la hidrogenación selectiva de un doble enlace insaturado olefínico en un polímero de dieno conjugado o en un copolímero formado de un dieno conjugado y un monómero de olefina.

40 La expresión "hidrogenación selectiva" utilizada en el presente documento significa que un doble enlace insaturado olefínico en una parte de dieno conjugado de un polímero de dieno conjugado o de un copolímero formado de un dieno conjugado y un monómero de olefina se hidrogena selectivamente. Por ejemplo, esto significa que un doble enlace carbono-carbono en el anillo aromático no está sustancialmente hidrogenado cuando se utiliza un compuesto vinilaromático como dicho monómero de olefina.

Un producto hidrogenado selectivamente del doble enlace insaturado olefínico de un polímero de dieno conjugado o de un copolímero formado de un dieno conjugado y un monómero de olefina es industrialmente útil como un cuerpo elástico o un cuerpo elástico termoplástico.

50 Si el producto a hidrogenar descrito anteriormente es un polímero de dieno conjugado o un copolímero formado de dieno conjugado, el dieno conjugado puede ser, generalmente, un dieno conjugado que tiene de 4 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Los ejemplos del dieno conjugado incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, 1,3-pentadieno, 2-metil-1,3-pentadieno, 1,3-hexadieno, 4,5-dietil-1,3-octadieno y 3-butil-1,3-octadieno.

Desde la perspectiva de obtener un cuerpo elástico que se desarrolla de forma industrialmente ventajosa y es excelente en propiedades físicas, entre estos dienos conjugados, son preferentes 1,3-butadieno e isopreno.

60 La microestructura de la parte de butadieno incluye un enlace 1,2 y un enlace 1,4 (cis + trans). La composición catalítica para hidrogenación de la presente realización puede hidrogenar cuantitativamente ambos de ellos.

Además, en la parte de isopreno, se encuentran enlaces insaturados olefínicos en las cadenas laterales de un enlace 1,2 y un enlace 3,4 y en la cadena principal de un enlace 1,4 (cis + trans). La composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento de producción de la presente realización puede hidrogenar cuantitativamente ambos de ellos.

La estructura y la tasa de hidrogenación de un compuesto con la composición catalítica para hidrogenación de la presente realización pueden identificarse utilizando 1H-RMN.

5 Según el procedimiento de hidrogenación que utiliza la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, el enlace 1,2 y el enlace 1,4 en la parte de butadieno y las cadenas laterales del enlace 1,2 y el enlace 3,4 de la parte de isopreno puede ser hidrogenado de forma particularmente selectiva.

10 Cuando se selecciona 1,3-butadieno como un ingrediente principal de un polímero de dieno conjugado hidrogenado con la composición catalítica para hidrogenación, la cantidad de un enlace 1,2 como una microestructura de una parte unitaria de butadieno en una diana a hidrogenar es, preferentemente, el 8% o más, más preferentemente, el 20% o más y, de forma más preferente, del 30% al 80%, con el fin de permitir que la elasticidad de un elastómero muestra, en particular, a una temperatura que varía entre una baja temperatura a temperatura ambiente.

15 Además, cuando se selecciona isopreno como un ingrediente principal de un polímero de dieno conjugado en una diana a hidrogenar, que se hidrogena con la composición catalítica para hidrogenación, la cantidad de un enlace 1,4 como microestructura de una parte unitaria de isopreno en la diana a hidrogenar es, preferentemente, el 50% o más y, más preferentemente, el 75% o más, por la misma razón que la descrita anteriormente.

20 Con el fin de permitir que la composición catalítica para hidrogenación muestre suficientemente el efecto de hidrogenar selectivamente solo el doble enlace insaturado en una unidad de dieno conjugado de una diana a hidrogenar, y con el fin de obtener un cuerpo elástico o un cuerpo elástico termoplástico que es útil industrialmente y altamente valioso, es preferente utilizar un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo aromático sustituido con vinilo como una diana a hidrogenar.

25 Los ejemplos de un hidrocarburo vinilaromático que es copolimerizable con un dieno conjugado incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, estireno, terc-butilestireno, α -metilestireno, p-metilestireno, divinilbenceno, 1,1-difeniletileno, N,N-dimetil-p-aminoetilestireno y N,N-dietil-p-aminoetilestireno. En particular, desde la perspectiva de la facilidad de polimerización y eficiencia económica, son preferentes estireno y α -metilestireno.

30 Los ejemplos preferentes del copolímero descrito anteriormente formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo aromático sustituido con vinilo incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, un copolímero de butadieno/estireno, un copolímero de isopreno/estireno, y un copolímero de butadieno/isopreno/estireno, dado que copolímeros hidrogenados industrialmente valiosos pueden obtenerse a partir de estos copolímeros. Dicho copolímero de un dieno conjugado y un hidrocarburo aromático sustituido con vinilo puede ser cualquiera de un copolímero aleatorio, un copolímero de bloques, un copolímero de bloques de sección decreciente y similares, y por lo tanto, el tipo del copolímero no está particularmente limitado.

35 Cuando la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización se utiliza en condiciones de hidrogenación preferentes descritas más adelante, la hidrogenación de un doble enlace carbono-carbono (anillo aromático) de una unidad de hidrocarburo aromático sustituido con vinilo en dicho copolímero no tiene lugar sustancialmente.

40 La reacción de hidrogenación, en la que se utiliza la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, se lleva a cabo, preferentemente, permitiendo que una diana a hidrogenar entre en contacto con hidrógeno en una solución preparada disolviendo una diana a hidrogenar en un disolvente orgánico inactivo.

45 La expresión "disolvente orgánico inactivo" utilizada en el presente documento significa un disolvente que no reacciona con ninguna forma asociada con la reacción de hidrogenación.

50 Los ejemplos de dicho disolvente orgánico inactivo incluyen, aunque sin limitarse a los mismos, hidrocarburos alifáticos, tales como n-pentano, n-hexano, n-heptano y n-octano; hidrocarburos alicíclicos, tales como ciclohexano, cicloheptano y cicloheptano; y éteres, tales como éter dietílico y tetrahydrofurano. Estos disolventes se pueden utilizar solos como un solo tipo o en forma de una mezcla de dos o más tipos de disolventes.

55 Además, también pueden utilizarse hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno y etil benceno, solamente en un caso en el que un doble enlace aromático no se hidrogena en las condiciones de hidrogenación seleccionadas.

60 La reacción de hidrogenación se lleva a cabo, generalmente, reteniendo la solución descrita anteriormente que contiene una diana a hidrogenar a una temperatura predeterminada en una atmósfera de hidrógeno o inerte, añadiendo una composición catalítica para hidrogenación a la solución mientras se agita o no se agita, e introduciendo, a continuación, hidrógeno gaseoso para comprimirla a una presión predeterminada. La expresión "atmósfera inerte" utilizada en el presente documento significa una atmósfera que no reacciona con ninguna forma

asociada con la reacción de hidrogenación, tal como nitrógeno, helio, neón o argón. La atmósfera de aire o atmósfera de oxígeno no es preferente porque oxida una composición catalítica para hidrogenación, causando de este modo desactivación de la composición catalítica para hidrogenación.

5 Dado que la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización es excelente en estabilidad en almacenamiento, se utiliza, preferentemente, en un procedimiento de hidrogenación que implica suministrar de forma continua una diana a hidrogenar y una composición catalítica para hidrogenación a un reactor en el que se lleva a cabo una reacción de hidrogenación (hidrogenación continua).

10 Además, la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización también puede utilizarse en un procedimiento de hidrogenación de tipo discontinuo.

15 La cantidad de la composición catalítica para hidrogenación añadida en la etapa de hidrogenación es, preferentemente, de 0,001 a 20 mmol por 100 g de una diana a hidrogenar, en términos de la cantidad molar de componente (A).

20 Si la cantidad de la composición catalítica para hidrogenación añadida se establece en este intervalo de cantidad de aditivo, es posible hidrogenar de forma preferencial un doble enlace insaturado olefínico, cuando la diana a hidrogenar es un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo aromático sustituido con vinilo. De este modo, la hidrogenación del doble enlace de un anillo aromático en el copolímero no tiene lugar sustancialmente. De este modo, puede realizarse selectividad de hidrogenación extremadamente elevada.

25 Incluso si la cantidad de la composición catalítica para hidrogenación añadida es mayor de 20 mmol por 100 g de una diana a hidrogenar, en términos de la cantidad molar de componente (A), la reacción de hidrogenación puede llevarse a cabo. Sin embargo, la utilización de una cantidad innecesaria de composición catalítica para hidrogenación es económicamente ineficiente y, además, dado que necesita operaciones complicadas, tales como la retirada de la composición catalítica para hidrogenación y descalcificación después de la reacción de hidrogenación, es desventajosa para la etapa.

30 La cantidad de la composición catalítica para hidrogenación utilizada para hidrogenar cuantitativamente el doble enlace insaturado de una unidad de dieno conjugado de un polímero en las condiciones seleccionadas puede ser, preferentemente, de 0,01 a 5 mmol por 100 g de una diana a hidrogenar, en términos de la cantidad molar de componente (A).

35 En la reacción de hidrogenación, se introduce, preferentemente, hidrógeno gaseoso en un tanque de reacción de hidrogenación.

40 La reacción de hidrogenación se lleva a cabo, más preferentemente, en agitación, y de este modo, al hidrógeno introducido se le permite de forma suficientemente rápida entrar en contacto con la diana a hidrogenar.

La reacción de hidrogenación se lleva a cabo, generalmente, en un intervalo de temperatura de 0°C a 200°C.

45 Si la temperatura es menor de 0°C, la velocidad de hidrogenación se vuelve lenta, y de este modo, dado que se requiere una gran cantidad de composición catalítica para hidrogenación, no es económicamente eficiente. Por otro lado, si la temperatura es mayor que 200°C, reacciones secundarias, descomposición y gelatinización se producen fácilmente en combinación con la reacción de hidrogenación, y también, es posible que la composición catalítica para hidrogenación se desactive. Como resultado, la actividad de hidrogenación disminuye desfavorablemente.

50 Un intervalo de temperatura más preferente es de 20°C a 180°C.

La presión de hidrógeno utilizada en la reacción de hidrogenación es, preferentemente, de 1 a 100 kgf/cm².

55 Si la presión de hidrógeno es menor de 1 kgf/cm², la velocidad de hidrogenación se vuelve lenta, y de este modo, la tasa de hidrogenación se vuelve insuficiente. Si la presión de hidrógeno es mayor de 100 kgf/cm², la reacción de hidrogenación está casi completa al mismo tiempo que el aumento de presión, y da como resultado de forma desfavorable reacciones secundarias o gelatinización indeseables.

60 Una presión de hidrógeno más preferente aplicada a la hidrogenación es de 2 a 30 kgf/cm², y una presión de hidrógeno óptima se selecciona basándose en la correlación con la cantidad de la composición catalítica para hidrogenación añadida, etc. Sustancialmente, es preferente que se seleccione una presión de hidrógeno más elevada para llevar a cabo la reacción de hidrogenación, a medida que la cantidad descrita anteriormente de la composición catalítica para hidrogenación disminuye.

65 Además, el tiempo requerido para la reacción de hidrogenación es, generalmente, de varios segundos a 50 horas.

El tiempo de reacción de hidrogenación y la presión de hidrogenación se seleccionan apropiadamente en los intervalos descritos anteriormente, dependiendo de una tasa de hidrogenación deseada.

5 Mediante la etapa de hidrogenación descrita anteriormente, puede obtenerse cualquier tasa de hidrogenación deseada dependiendo de fines a partir del doble enlace insaturado olefínico de un compuesto de olefina, y a partir de los dobles enlaces insaturados olefínicos de un copolímero de dieno conjugado y un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático.

10 Después de que la reacción de hidrogenación se ha llevado a cabo utilizando la composición catalítica para hidrogenación producida mediante el procedimiento de producción de la presente realización, un producto hidrogenado puede separarse fácilmente de una solución que contiene el producto hidrogenado mediante medios químicos o físicos, tales como destilación o precipitación.

15 En particular, cuando la diana a hidrogenar es un polímero, un residuo de composición catalítica para hidrogenación puede retirarse de la solución polimérica obtenida después de la reacción de hidrogenación, según sea necesario, y el polímero hidrogenado puede separarse, a continuación, de la solución.

20 Los ejemplos del procedimiento de separación incluyen un procedimiento que comprende añadir un disolvente polar que sirve como disolvente malo para el polímero hidrogenado, tal como acetona o alcohol, a la solución de reacción después de la hidrogenación para precipitar el polímero hidrogenado y, a continuación, recuperarlo, un procedimiento que comprende añadir la solución de reacción después de la hidrogenación a agua hirviendo mientras se agita y, a continuación, destilar para recuperar el polímero hidrogenado junto con el disolvente, y un procedimiento que comprende calentar directamente la solución de reacción para eliminar por destilación el disolvente.

25

Ejemplos

30 En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle por medio de los siguientes ejemplos específicos y ejemplos comparativos. Sin embargo, estos ejemplos no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

En primer lugar, a continuación, se describirán procedimientos llevados a cabo en los ejemplos y los ejemplos comparativos.

35 [Procedimiento de evaluación]

<Tasa de hidrogenación>

40 Se llevó a cabo hidrogenación de tipo discontinuo en los ejemplos 1 a 18, ejemplos 21 a 34, ejemplos comparativos 1 a 8, y ejemplos comparativos 11 a 13, mientras que se llevó a cabo hidrogenación continua en los ejemplos 19, 20, 35 y 36, y ejemplos comparativos 9, 10, 14 y 15.

45 En todos los ejemplos y los ejemplos comparativos, se añadió una composición catalítica para hidrogenación, de modo que la cantidad de Ti se volvió de 150 ppm basándose la solución polimérica a hidrogenar descrita posteriormente y, a continuación, se llevó a cabo una reacción de hidrogenación a una presión de hidrogenación de 5 kgf/cm² a una temperatura de 90°C y un tiempo de retención de 30 minutos. La tasa de hidrogenación obtenida se midió usando RMN, tal como se describe más adelante.

50 Después de la producción de una composición catalítica para hidrogenación, se evaluaron tanto un caso en el que se utilizó inmediatamente después de la producción (fase inicial) como un caso en el que se utilizó después de que había sido almacenado a 30°C durante 30 días.

55 Se consideró que una tasa de hidrogenación más elevada era mejor, y la tasa de hidrogenación que fue del 99,5% o más se evaluó como ⊙, la tasa de hidrogenación que fue del 99,0% o más y menor del 99,5% se evaluó como ○, la tasa de hidrogenación que fue del 97,0% o más y menor del 99,0% se evaluó como Δ, y la tasa de hidrogenación que fue menor del 97% se evaluó como x.

(RMN: procedimiento de medición de la tasa de hidrogenación)

60 La tasa de hidrogenación de grupos insaturados en un dieno conjugado se midió utilizando análisis del espectro de resonancia magnética nuclear (RMN) en las siguientes condiciones.

65 Después de la reacción de hidrogenación, el producto de reacción se precipitó en una gran cantidad de metanol para recuperar un polímero hidrogenado, y seguidamente, el polímero hidrogenado se sometió a extracción con acetona y secado al vacío y, a continuación, se llevó a cabo medición de 1H-RMN.

Aparato de medición: JNM-LA400 (fabricado por JEOL)

Disolvente: cloroformo deuterado

Muestra de medición: muestras obtenidas antes y después de la hidrogenación del polímero a hidrogenar descrito posteriormente

5 Concentración de muestra: 50 mg/ml

Frecuencia de medición: 400 MHz

Estándar de desplazamiento químico: TMS (tetrametilsilano)

Retardo del pulso: 2,904 segundos

Número de barridos: 64

10 Anchura del pulso: 45°

Temperatura de medición: 26°C

<Obstrucción de filtros en la extrusora>

15 Se añadieron 0,3 partes en masa de octadecil-3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil)propionato como estabilizante a 100 partes en masa de un polímero hidrogenado que había sido sometido a una reacción de hidrogenación con una composición catalítica para hidrogenación inmediatamente después de la producción de la misma (fase inicial), que se había utilizado en la medición descrita anteriormente de una tasa de hidrogenación.

20 Una mezcla α -(p-nonilfenil)- ω -hidroxipoli(oxietileno) de fosfato de dihidrodieno y fosfato de monohidrodieno (en la que la unidad de oxietileno de poli(oxietileno) fue de 9 a 10 como un valor medio) se añadió como agente de desmenuzamiento a agua para separación, dando como resultado una concentración de 20 ppm. Seguidamente, la separación se llevó a cabo a una temperatura de 90°C a 98°C, y el disolvente se retiró, a continuación.

25 Después de la retirada del disolvente del tanque, la concentración del polímero en suspensión después de la separación descrita anteriormente en el tanque fue de aproximadamente el 5% en masa.

Posteriormente, la suspensión que fue una dispersión acuosa del polímero similar a grumos obtenido anteriormente se suministró a un tamiz de rotación, y se obtuvieron grumos hidratados con un contenido de agua de aproximadamente el 45% en masa. Estos grumos hidratados se suministraron a un dispositivo de escurrido de agua de tipo extrusora de tornillo único para obtener un polímero deshidratado.

30 Seguidamente, un polímero obtenido anteriormente (polímero hidrogenado) se suministró a una extrusora ventilada de doble tornillo, y se extruyó a una temperatura del cilindro de 220°C, a un número de rotaciones del tornillo de 200 rpm, a una presión de ventilación de aproximadamente 200 mmHg (presión absoluta) y, a continuación, se secó.

35 Durante esta operación, dado que el tiempo requerido hasta que un filtro de malla 200 equipado en la sección de la punta de la extrusora se obstruya y la presión se vuelva 20 kgf/cm² o más fue prolongado, se determinó que era económicamente favorable, y la obstrucción del filtro se evaluó, a continuación, según los siguientes estándares.

40 El periodo de tiempo que fue de 3 horas o más se evaluó como excelente \odot ,
el periodo de tiempo que fue de 2 horas o más y menos de 3 horas se evaluó como bueno \circ ,
el periodo de tiempo que fue de 1 hora o más y menos de 2 horas se evaluó como justo Δ , y
el periodo de tiempo que fue de menos de 1 hora se evaluó como malo \times .

45 Los componentes constitucionales de una composición catalítica para hidrogenación producida en cada uno de los ejemplos y los ejemplos comparativos se describirán, a continuación.

[Componente (A)]

50 ((A-1): Síntesis de bis(η (5)-ciclopentadienil)di(p-tolil)titanio) (ejemplo de referencia)

Se añadieron 200 mililitros de éter anhidro a un matraz de tres bocas equipado con un agitador, un embudo de decantación y un condensador de reflujo (en lo sucesivo también denominado "dispositivo").

55 El dispositivo se secó con helio seco, y 17,4 g (2,5 mol) de un trozo de alambre de litio se cortó, a continuación, y se dejó caer en el matraz. Seguidamente, se añadió una solución de 300 ml de éter y 171 g (1 mol) de p-bromotolueno en una pequeña cantidad gota a gota al matraz a temperatura ambiente, y la cantidad de solución en éter de p-bromotolueno se le añadió gradualmente a reflujo.

60 Después de la reacción, la solución de reacción se filtró en una atmósfera de helio, para obtener una solución de p-tolil litio incolora transparente.

65 A un matraz de tres bocas de 2 l equipado con un agitador y un embudo de decantación, que había sido sustituido con helio seco, se añadieron 99,6 g (0,4 mol) de dicloruro de bis(η (5)-ciclopentadienil)titanio y 500 ml de éter

anhidro.

La solución en éter sintetizada anteriormente de p-tolil litio se añadió gota a gota al matraz descrito anteriormente a temperatura ambiente en agitación durante aproximadamente 2 horas.

5 Seguidamente, la mezcla de reacción se separó por filtración en el aire, y una parte insoluble se lavó, a continuación, con diclorometano. El filtrado se reunió con la solución de lavado, y el disolvente se retiró, a continuación, a presión reducida.

10 El residuo se disolvió en una pequeña cantidad de diclorometano y, a continuación, se añadió éter de petróleo a la solución para llevar a cabo la recristalización.

15 El cristal obtenido se separó por filtración, y el filtrado se concentró de nuevo, a continuación. De este modo, las operaciones descritas anteriormente se llevaron a cabo repetidamente para obtener bis($\eta(5)$ -ciclopentadienil)di(p-tolil)titanio.

El rendimiento fue del 87%.

20 El cristal obtenido tenía una forma de aguja naranja-amarillo, y la solubilidad en tolueno y ciclohexano era alta. El cristal tenía un punto de fusión de 145°C y un valor de análisis elemental: C, 80,0, H, 6,7, Ti, 13,3.

((A-2): Síntesis de bis($\eta(5)$ -ciclopentadienil)di(fenil)titanio) (ejemplo de referencia)

25 Se utilizaron 157 gramos (1 mol) de bromobenceno en lugar del p-bromotolueno utilizado en el (A-1) descrito anteriormente. Aparte de esta excepción, las mismas condiciones que aquellas en el (A-1) descrito anteriormente se aplicaron para sintetizar fenil litio.

30 Utilizando el fenil litio, se obtuvo bis($\eta(5)$ -ciclopentadienil)titanio difenilo mediante la misma etapa que aquella en el (A-1) descrito anteriormente. La cantidad producida fue 120 g (rendimiento: 90%). El cristal obtenido tenía una forma de aguja naranja-amarilla, y la solubilidad en tolueno y ciclohexano fue ligeramente alta. El cristal tenía un punto de fusión de 147°C y valor de análisis elemental: C, 79,5, H, 6,1, Ti, 14,4.

((A-3): Síntesis de bis($\eta(5)$ -ciclopentadienil)di(3,4-xilil)titanio) (ejemplo de referencia)

35 Se utilizó 4-bromo-o-xileno (1 mol) en lugar del p-bromotolueno utilizado en el (A-1) descrito anteriormente. Aparte de esta excepción, se aplicaron las mismas condiciones que aquellas en el (A-1) descrito anteriormente para sintetizar bis($\eta(5)$ -ciclopentadienil)di(3,4-xilil)titanio. El rendimiento fue del 83%. El cristal obtenido tenía una forma de aguja amarilla, y la solubilidad en tolueno y ciclohexano era elevada. El cristal tenía un punto de fusión de 155°C y valor de análisis elemental: C, 80,6, H, 7,2, Ti, 12,2.

40 ((A-4): dicloruro de bis($\eta(5)$ -1,3-dimetilciclopentadienil)titanio)

Se utilizó un producto obtenido mediante recristalización de un reactivo fabricado por NIHON FINE CHEMICAL Co., Ltd. en diclorometano.

45 [Componente (B)]

(B-1): se utilizó directamente trietil aluminio; solución en hexano (fabricada por Tosoh Akzo Corp.).

50 (B-2): sec-butil litio; solución en hexano (fabricado por KANTO CHEMICAL CO., INC.) se separó por filtración en una atmósfera inerte, y se utilizó una parte transparente amarilla.

[Componente (C)]

55 (C-PB): se utilizó polibutadieno (Ricon 142, fabricado por Ricon; la relación del contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de cadenas laterales basándose en el contenido total de dobles enlaces insaturados olefínicos fue de 0,55, y el peso molecular promedio en número fue de 4.000).

(C-1): Mirceno

(C-2): Isopreno

60 (C-3): 1,7-Octadieno

[Componente (D)]

(D-1): Tetrahidrofurano

(D-2): N,N,N',N'-tetrametiletilendiamina

65

[Ejemplos 1 a 20] y [ejemplos comparativos 1 a 10]

Se produjo una composición catalítica para hidrogenación de la siguiente manera.

5 En los ejemplos 1 a 15, ejemplos 18 a 20 y ejemplos comparativos 1 a 10, el componente (A), el componente (C) y el componente (D) se mezclaron a la relación mostrada en la tabla 1, a continuación. Seguidamente, utilizando el dispositivo descrito anteriormente, se aplicó una fuerza de cizalladura a la mezcla obtenida durante 2 horas en las condiciones descritas, a continuación, y el componente (B) se añadió, a continuación, a la mezcla de reacción, seguido por la aplicación de una fuerza de cizalladura durante 30 minutos.

10 En el ejemplo 16, el componente (A) se mezcló con el componente (C) a la relación mostrada en la tabla 1, a continuación. Seguidamente, utilizando el dispositivo descrito anteriormente, se aplicó una fuerza de cizalladura a la mezcla obtenida durante 2 horas en las condiciones descritas, a continuación, y el componente (B) se añadió, a continuación, a la mezcla de reacción, seguido por la aplicación de una fuerza de cizalladura durante 30 minutos. Seguidamente, el componente (D) se añadió a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó durante 30 minutos.

15 En el ejemplo 17, se aplicó la relación mostrada en la tabla 1, a continuación, y una fuerza de cizalladura se aplicó al componente (A) durante 2 horas utilizando el dispositivo descrito anteriormente en las condiciones descritas, a continuación. Seguidamente, el componente (B) se añadió a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó, a continuación, durante 30 minutos. Seguidamente, el componente (C) y el componente (D) se añadieron a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó, a continuación, durante 30 minutos.

(Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en los ejemplos 1 a 4, 7, y 9 a 20)

25 Homogeneizador: Homo Mixer MARKII (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)
Producción: 1,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)
Número de rotaciones: 1.200 rpm, tasa de cizalladura: 3.500 (1/s)

30 (Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en el ejemplo 5)

Homogeneizador: Homo Mixer MARKII (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)
Producción: 1,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)
Número de rotaciones: 12.000 rpm, tasa de cizalladura: 35.000 (1/s)

35 (Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en los ejemplos 6 y 8)

Dispersante de emulsificación: CAVITRON CD1010 (Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd., marca comercial, 7,5 kW)

40 Producción: 100 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)
Número de rotaciones: 5.000 rpm, tasa de cizalladura: 51.600 (1/s)

(Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en los ejemplos comparativos 1 a 10)

45 Dispersante de emulsificación: Homo Disper (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)
Producción: 2,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)
Número de rotaciones: 600 rpm, tasa de cizalladura: 126 (1/s)

[Ejemplos 21 a 36] y [ejemplos comparativos 11 a 15]

50 Una composición catalítica para hidrogenación se produjo de la siguiente manera.

55 En los ejemplos 21 a 28, ejemplos 31 a 36 y ejemplos comparativos 11 a 15, el componente (A), el componente (C) y el componente (D) se mezclaron a la relación mostrada en la tabla 2, a continuación. Seguidamente, utilizando el dispositivo descrito anteriormente, se aplicó una fuerza de cizalladura a la mezcla obtenida durante 2 horas en las condiciones descritas, a continuación, y el componente (B) se añadió, a continuación, a la mezcla de reacción, seguido por la aplicación de una fuerza de cizalladura durante 30 minutos.

60 En el ejemplo 29, el componente (A) se mezcló con el componente (C) a la relación mostrada en la tabla 2, a continuación. Seguidamente, utilizando el dispositivo descrito anteriormente, se aplicó una fuerza de cizalladura a la mezcla obtenida durante 2 horas en las condiciones descritas, a continuación, y el componente (B) se añadió, a continuación, a la mezcla de reacción, seguido por la aplicación de una fuerza de cizalladura durante 30 minutos. Seguidamente, el componente (D) se añadió a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó durante 30 minutos.

65 En el ejemplo 30, se aplicó la relación mostrada en la tabla 2, a continuación, y una fuerza de cizalladura se aplicó al

componente (A) durante 2 horas utilizando el dispositivo descrito anteriormente en las condiciones descritas, a continuación. Seguidamente, el componente (B) se añadió a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó, a continuación, durante 30 minutos. Seguidamente, el componente (C) y el componente (D) se añadieron a la mezcla de reacción, y una fuerza de cizalladura se le aplicó, a continuación, durante 30 minutos.

5 (Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en los ejemplos 21 a 23, 25, y 27 a 36)

Homogeneizador: Homo Mixer MARKII (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)

Producción: 1,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)

10 Número de rotaciones: 1.200 rpm, tasa de cizalladura: 3.500 (1/s)

(Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en el ejemplo 24)

Homogeneizador: Homo Mixer MARKII (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)

15 Producción: 1,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)

Número de rotaciones: 12.000 rpm, tasa de cizalladura: 35.000 (1/s)

(Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en el ejemplo 26)

20 Dispersante de emulsificación: CAVITRON CD1010 (Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd., marca comercial, 7,5 kW)

Producción: 100 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)

Número de rotaciones: 5.000 rpm, tasa de cizalladura: 51.600 (1/s)

25 (Dispositivo y condiciones para aplicar fuerza de cizalladura, utilizados en los ejemplos comparativos 11 a 15)

Dispersante de emulsificación: Homo Disper (PRIMIX, marca comercial, 0,2 kW)

Producción: 2,5 kg de una solución de ciclohexano que contenía el 4% en masa del componente (A)

30 Número de rotaciones: 600 rpm, tasa de cizalladura: 126 (1/s)

[Polímero a hidrogenar]

Un polímero a hidrogenar se produjo de la siguiente manera.

35 (Polimerización de copolímero de bloques de estireno-butadieno-estireno)

Se añadieron 400 kg de ciclohexano, 15 kg de monómero de estireno, 110 g de n-butil litio y 2,5 kg de tetrahidrofurano a un autoclave, y la mezcla se polimerizó, a continuación, en agitación a 60°C durante 3 horas. Posteriormente, se añadieron 70 kg de monómero 1,3-butadieno a la mezcla de reacción, y la mezcla obtenida de este modo se polimerizó, a continuación, a 60°C durante 3 horas.

40

Finalmente, se añadieron 15 kg de monómero de estireno a la mezcla de reacción, y la mezcla obtenida de este modo se polimerizó, a continuación, a 60°C durante 3 horas.

45 El extremo activo se desactivó con agua.

El copolímero de estireno-butadieno-estireno obtenido fue un copolímero de bloques completo, y el contenido de estireno fue del 30% en masa, el contenido del enlace 1,2-vinilo de una unidad de butadieno fue del 45% molar, y el peso molecular promedio en peso medido utilizando CPG (peso molecular en términos de poliestireno) fue de aproximadamente 60.000.

50

El contenido de estireno descrito anteriormente y el contenido del enlace 1,2-vinilo de la unidad de butadieno se midieron utilizando RMN, que se había utilizado en la medición descrita anteriormente de una tasa de hidrogenación.

55 Los resultados de evaluación respecto a la tasa de hidrogenación de cada polímero y obstrucción de filtros en una extrusora se muestran en las siguientes tabla 1 y tabla 2.

Los ejemplos 1-6, 9, 10, 12-17, 19, 21-24, 27-33 y 35 son ejemplos de referencia.

[Tabla 1]

		Composición catalítica para hidrogenación										Resultados de la evaluación		
		(A)		(B)		(C)		(D)		Tasa de cizalladura (1/s)		Tasa de hidrogenación		Obstrucción de filtros en la extrusora
		Tipo	(mmol)	Tipo	(mmol)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)	Tasa de cizalladura (1/s)	Fase inicial	Después de 30 días		
Ejemplo	1	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	-	3.500	○	Δ	Δ	
	2	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	○	○	○	
	3	A-2	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	○	○	○	
	4	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	○	○	○	
	5	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	35.000	⊙	○	⊙	
	6	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	51.600	⊙	○	⊙	
	7	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	⊙	○	○	
	8	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	51.600	⊙	○	⊙	
	9	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	⊙	○	⊙	
	10	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,2	3.500	⊙	○	○	
	11	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	3.500	⊙	○	⊙	
	12	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	○	⊙	
	13	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	⊙	⊙	
	14	A-2	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	⊙	⊙	
	15	A-3	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	⊙	⊙	
	16	A-3	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	○	⊙	
	17	A-3	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	○	○	
	18	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	⊙	⊙	
	19	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	○	○	○	
	20	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	3.500	⊙	○	⊙	

[Tabla 1] Continuación

		Composición catalítica para hidrogenación										Resultados de la evaluación		
		(A)		(B)		(C)		(D)		Tasa de cizalladura (1/s)	Tasa de hidrogenación		Obstrucción de filtros en la extrusora	
		Tipo	(mmol)	Tipo	(mmol)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)		Fase inicial	Después de 30 días		
Ejemplo comparativo	1	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	126	o	Δ	x	
	2	A-2	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	126	o	Δ	x	
	3	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	126	o	Δ	x	
	4	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-PB	4	D-2	0,5	126	o	Δ	x	
	5	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	o	o	x	
	6	A-2	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	o	o	x	
	7	A-3	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	o	o	x	
	8	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	x	x	x	
	9	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	Δ	x	x	
	10	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-PB	2	D-2	0,2	126	x	x	x	

[Tabla 2]

	Composición catalítica para hidrogenación										Tasa de cizalladura (1/s)	Resultados de la evaluación		
	(A)		(B)		(C)		(D)		Tasa de hidrogenación			Obstrucción de filtros en la extrusora		
	Tipo	(mmol)	Tipo	(mmol)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)	Tipo	Relación de masas respecto a(A) (-)	Fase inicial	Después de 30 días				
Ejemplo	21	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	-	-	o	Δ	o		
	22	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	o	o		
	23	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	o	o		
	24	A-3	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	⊙		
	25	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	o	o		
	26	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	o		
	27	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	4	0,5	0,5	o	Δ	o		
	28	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	⊙		
	29	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	o		
	30	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	o	o		
	31	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-2	2	0,5	0,5	o	Δ	o		
	32	A-1	0,015	B-2	0,0375	C-3	2	0,5	0,5	o	o	⊙		
	33	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	o		
	34	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	⊙		
	35	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	Δ	o		
	36	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	⊙	o	o		
Ejemplo comparativo	11	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	-	-	Δ	x	x		
	12	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	Δ	x		
	13	A-4	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	o	Δ	x		
	14	A-1	0,015	B-1	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	Δ	Δ	x		
	15	A-4	0,015	B-2	0,0375	C-1	2	0,5	0,5	x	x	x		

Debe observarse que los componentes (A) ((A-1) a (A-4)), los componentes (B) ((B-1) y (B-2)), los componentes (C) ((C-PB) y (C-1) a (C-3)), y los componentes (D) ((D-1) y (D-2)) en la tabla 1 y la tabla 2 son los siguientes.

Componentes (A)

- 5
 (A-1): Bis(η (5)-ciclopentadienil)di(p-tolil)titanio
 (A-2): Bis(η (5)-ciclopentadienil)di(fenil)titanio
 (A-3): Bis(η (5)-ciclopentadienil)di(3,4-xilil)titanio
 (A-4): dicloruro de bis (η (5)-1,3-dimetilciclopentadienil)titanio

Componentes (B)

- (B-1): Trietil aluminio
 (B-2): sec-Butil litio

Componentes (C)

- (C-PB): Polibutadieno
 (C-1): Mirceno
 (C-2): Isopreno
 (C-3): 1,7-Octadieno

Componentes (D)

- (D-1): Tetrahidrofurano
 (D-2): N,N,N',N'-tetrametiletilendiamina

Se descubrió que, cuando se utilizaron las composiciones catalíticas para hidrogenación producidas en los ejemplos 1 a 36, estas composiciones tenían actividad de hidrogenación elevada, y el grado de obstrucción de filtros en una extrusora en el momento de la producción de un polímero hidrogenado podría reducirse.

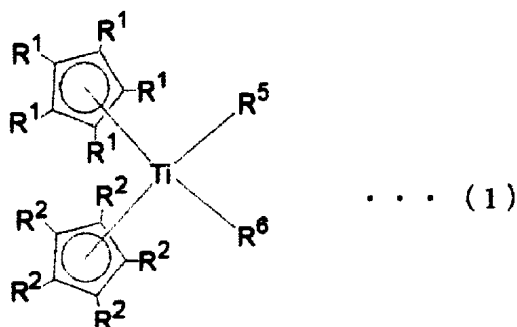
Aplicabilidad industrial

La composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación de la presente invención tiene aplicabilidad industrial como una composición catalítica para hidrogenación, que se utiliza en una etapa de hidrogenación para producir un compuesto polimérico hidrogenado utilizado como modificador para polipropileno o polietileno.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir una composición catalítica para hidrogenación, en el que:

5 (A): un compuesto de titanoceno representado mediante la siguiente fórmula general (1):



10 (en la que R^5 y R^6 representan, cada uno, un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno, un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo ariloxi, un grupo alcoxi, un grupo halógeno y un grupo carbonilo, y pueden ser iguales o diferentes; y R^1 y R^2 representan un grupo seleccionado entre el grupo que comprende hidrógeno y un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, y pueden ser iguales o diferentes;

15 siempre que R^1 y R^2 no sean todos hidrógeno o todos grupos hidrocarburo que tienen de 1 a 12 átomos de carbono;

(B): un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende compuestos de litio orgánicos, compuestos de sodio orgánicos, compuestos de potasio orgánicos, compuestos de zinc orgánicos, compuesto de magnesio orgánicos, compuestos de aluminio orgánicos, compuestos de calcio orgánicos, hidruros de metales alcalinos (alcalinotérreos), hidruros que contienen dos o más clases de metal seleccionado entre Li, Na, K, Mg, Zn, Al, y Ca; complejos sintetizados haciendo reaccionar de antemano un compuesto de metal alcalino orgánico descrito anteriormente con un compuesto de aluminio orgánico, y complejos (complejos "ato") sintetizados haciendo reaccionar de antemano un compuesto de metal alcalino orgánico descrito anteriormente con un compuesto de magnesio orgánico, en el que dicho compuesto (B) tiene la capacidad de reducir el compuesto de titanoceno (A); y

25 (C): un compuesto insaturado

en el que (C) es un polímero insaturado (C1) que tiene una fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos total de 0,25 a 1,0 o el (C) es un compuesto insaturado (C2) que tiene un peso molecular de 400 o menos y se selecciona entre el grupo que comprende mirceno, isopreno, 1,7-octadieno y un polímero producido polimerizando un monómero seleccionado entre dienos conjugados que tienen un hidrocarburo que tiene de 4 a 12 átomos de carbono, monoterpeneo, compuestos vinilaromáticos, norbornadieno, ciclopentadieno, ciclohexadieno, 2,3-dihidrodiciclopentadieno o acetilenos, y en el que una relación de masas de (C) con respecto a (A) ((C)/(A)) se establece en un intervalo de 0,1 a 8; y

el procedimiento comprende:

35 una etapa de aplicación de fuerza de aplicar una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más a, como mínimo, (A); y una etapa de mezclar (A), (B) y (C).

40 2. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según la reivindicación 1, en el que una relación de masas de (C) con respecto a (A) ((C)/(A)) se establece en un intervalo de 0,1 a 4.

3. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que

45 (C) es un polímero insaturado (C1) que tiene una fracción de un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de las cadenas laterales basándose en un contenido de dobles enlaces insaturados olefínicos de 0,25 a 1,0, y una relación de masas de (C1) con respecto a (A) ((C1)/(A)) se establece en un intervalo de 0,3 a 8.

4. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende:

50 la etapa de mezclar (A) y (B) después de la etapa de aplicación de fuerza.

5. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según la reivindicación 4, que comprende:

55

la etapa de mezclar después de que se añade (B) a una mezcla de (A) y (C), después de la etapa de aplicación de fuerza.

5 6. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según la reivindicación 5, que comprende:

la etapa de mezclar (A), (B) y (C) después de que se añade (B) a la mezcla de (A) y (C), después de o durante la etapa de aplicación de fuerza de aplicar una fuerza de cizalladura a una velocidad de cizalladura de 1.000 (1/s) o más a una mezcla de (A) y (C).

10 7. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende, además, una etapa de mezclar un compuesto polar (D), en el que una relación de masas de (D) con respecto a (A) ((D)/(A)) se establece en un intervalo de 0,01 a 2.

15 8. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende, además, una etapa de mezclar un compuesto polar (D), en el que una relación de masas de (D) y (A) ((D)/(A)) se establece en un intervalo de 0,01 a 1.

20 9. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que (B) es un compuesto de litio orgánico.

25 10. Procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se utiliza un polímero de dieno conjugado, o un copolímero formado de un dieno conjugado y un hidrocarburo vinilaromático como el compuesto insaturado (C).

11. Composición catalítica para hidrogenación obtenida mediante el procedimiento para producir la composición catalítica para hidrogenación, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.