

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 94.820

REQUERENTE: HIMONT Incorporated, norte-americana, com sede em 2801 Centerville Road, P.O. Box 15439, Wilmington, Estado de Delaware 19850-5439, Estados Unidos da América.

EPÍGRAFE: "Processo para a preparação de compostos de organossilano apropriados para a preparação de catalisadores"

INVENTORES: Constantine A. Stewart,

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

U.S.A., 26 de Julho de 1989, sob o Nº 07/386,183

HIMONT Incorporated

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE
ORGANOSSILANO APROPRIADOS PARA A PREPARAÇÃO
DE CATALISADORES"

A presente invenção diz respeito a uma nova classe de derivados de organossilano para utilização como doadores de electrões em sistemas catalíticos suportados de Ziegler-Natta, particularmente para os sistemas catalíticos que têm um suporte de $MgCl_2$ anidro activado, para a polimerização de alfa-olefinas.

Os compostos doadores de electrões, também conhecidos com bases de Lewis, têm sido largamente utilizados em sistemas de catalisadores 1) como um doador de electrões no componente sólido do sistema de catalisador que compreende um composto de Ti contendo halogéneo suportado num composto de di-halogeneto de Mg anidro activado e 2) como um doador de electrões com o componente co-catalisador que compreende um composto organometálico, para aumentar a actividade e a estereo-especificidade do catalisador para a polimerização de alfa-olefinas, em particular, de propileno e de alfa-olefinas superiores.

As classes convencionais de compostos doadores de electrões conhecidos na técnica incluem éteres, cetonas, aminas, álcoois, fenóis, fosfinas e silanos. Exemplos destes compostos doadores de electrões e a sua utilização como componentes do sistema catalítico são descritos nas patentes de invenção norte-americanas números 4 107 414, 4 186 107, 4 226 963,

4 347 160, 4 332 019, 4 435 550, 4 465 782, 4 472 524, 4 473 660,
4 522 930, 4 530 912, 4 532 313, 4 560 671 e 4 657 882.

Os doadores de electrões que consistem em compostos de organossilano, que contêm ligações Si-OCOR, Si-OR ou Si-NR₂, tendo o silício como átomo central e em que o símbolo R representa um radical alquilo, alcenilo, arilo, arilalquilo ou cicloalquilo com um a vinte átomos de carbono, são conhecidos na técnica. Estes compostos são descritos nas patentes de invenção norte-americanas números 4 347 160, 4 382 019, 4 435 550, 4 465 782, 4 473 660, 4 530 912 e 4 560 671, em que eles são usados como um doador de electrões no componente do catalisador sólido e nas patentes de invenção norte-americanas números 4 472 524, 4 522 930, 4 560 671, 4 581 342 e 4 657 882, em que eles são usados como um doador de electrões com o co-catalisador.

No entanto, em todos os sistemas de catalisadores da técnica anterior em que se utiliza um composto de organossilano não se refere nenhum composto de organossilano que contenha ligações Si-N em que o átomo de azoto ligado ao átomo de silício seja um átomo de azoto de um núcleo heterocíclico que contenha azoto.

A presente invenção refere-se a uma nova classe de compostos doadores de electrões de organossilano que contêm uma ligação Si-N, em que o átomo de azoto é um átomo de azoto de um núcleo heterocíclico pentagonal, hexagonal, heptagonal ou octogonal que contêm azoto. Estes compostos são utilizados como um doador de electrões com o componente de co-catalisador de sistemas de catalisador de Ziegler-Natta suportados utilizados para a polimerização de alfa-olefinas. Utilizando os novos compostos de acordo com a presente invenção nesses sistemas de catalisador,

silano de acordo com a presente invenção quando são utilizados como um doador de electrões com um co-catalisador ou com um activador em sistemas de catalisador suportado, proporcionam um melhor contróllo sobre a polimerização das alfa-olefinas. Sabe-se na técnica que a utilização de doadores de electrões com o co-catalisador proporciona um aumento da actividade dos catalisadores suportados e o contróllo de estereo-especificidade e do peso molecular. Quando são assim utilizados, os compostos de organossilano de acordo com a presente invenção, que contêm uma ligação Si-N, em que o átomo de azoto é um átomo de azoto de um núcleo heterocíclico pentagonal, hexagonal, heptagonal ou octogonal e o substituinte não alcóxi, representado pelo símbolo R, é de um tamanho suficiente para proporcionar impedimento estérico, têm um efeito significativo sobre as actividades antes mencionadas do catalisador e sobre as propriedades dos polímeros com ele produzidos em relação aos compostos de organossilano convencionais que contêm ligações SiOR ou Si-OCOR ou Si-NR₂, em que o símbolo R representa um radical alquilo, arilo, alce nilo ou arilalquilo, quando usados de maneira semelhante.

O êxito dos novos compostos de organossilano de acordo com a presente invenção como doadores de electrões parece poder ser atribuído a vários factores, tais como o tamanho do grupo representado pelo símbolo R ligado directamente ao átomo central de silício em que, quanto mais estericamente estorvador for o grupo representado pelo símbolo R, maior é o aumento da actividade e da estereo-especificidade do catalisador. Por outras palavras, à medida que o número de átomos de carbono do grupo representado pelo símbolo R aumenta, há um aumento na capacidade

de produção do catalisador (gramas de polipropileno/grama de catalisador) e na sua estéreo-especificidade. Há um limite relativamente ao tamanho do grupo representado pelo símbolo R ligado ao átomo de silício com o qual se obtêm benefícios no aumento de actividade e estéreo-especificidade. Um volume estérico excessivo tem como resultado uma actividade reduzida e uma diminuição da estéreo-especificidade, o que se manifesta por um aumento de solúveis em xileno.

A presença do núcleo heterocíclico contendo o átomo de azoto ligado directamente ao átomo de silício através do átomo de azoto é também um factor importante. Parece que a ligação Si-N contribui para a parte do polímero solúvel em xileno e, em alguns casos, para um aumento da viscosidade intrínseca (IV). Além dos factores acima mencionados, parece que a presença de dois grupos alcóxi directamente ligados ao átomo de silício também contribui para um aumento de estéreo-especificidade e de capacidade de produção em comparação com os compostos doadores de organossilano que contêm apenas um grupo alcoxi.

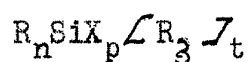
Supõe-se que a combinação dos factores acima mencionados contribui para os polímeros com elevada (IV), enquanto ainda retêm uma elevada estéreo-especificidade e capacidade de produção quando se utilizam os compostos de organossilano de acordo com a presente invenção com o componente de co-catalisador.

Como regra geral, a concentração do organossilano afecta a actividade e a estéreo-especificidade do catalisador e a viscosidade intrínseca do polímero obtido. Sabe-se na técnica que os efeitos de concentração do doador variam de doador para doador. Surpreendentemente, o organossilano de acordo com a

presente invenção utilizado como doador de electrões com o co-catalisador de alumínio-alquilo pode ser empregado em menores concentrações do que os doadores convencionais de electrões com o co-catalisador de alumínio-alquilo e ainda originam um contrôlo muito bom de estéreo-regulação e um aumento da actividade.

Preparam-se os compostos de organossilano de acordo com a presente invenção por um processo que consiste em:

- a) fazer reagir um composto comportando um anel heterocíclico contendo azoto com 4 a 8 membros com alquil-lítio na presença de um dissolvente;
- b) Fazer reagir em seguida a mistura reaccional obtida em a) com um derivado de silano de fórmula geral,



na qual R tem os significados definidos antes, R_3 representa um grupo metoxi ou etoxi, X representa um átomo de cloro ou de bromo, m representa 0 ou 1, p representa 0, 2 ou 3, t representa 0, 2 ou 3 e a soma m+p+t é igual a 4;

- c) fazer reagir eventualmente o produto resultante da fase b) com alcóxido de lítio na presença de um dissolvente; e
- d) isolar o produto.

Os compostos de organossilano de acordo com a presente invenção são utilizados como componente do sistema de catalisador do tipo de Ziegler-Natta que compreendem o produto da reacção de

- A) Um composto de Al-alquilo,

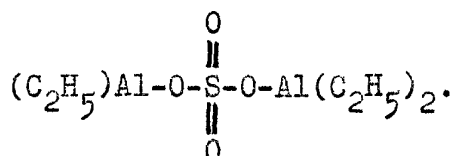
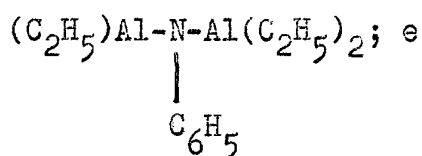
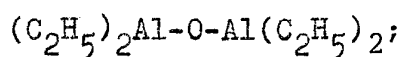
- B) um composto de organossilano de acordo com a presente invenção, e
- C) um componente de catalisador sólido que compreende um composto de Ti que tem pelo menos uma ligação Ti-halogéneo e um composto doador de electrões suportado num di-halogeneto de Mg anidro sob a forma activa.

Os componentes A), B) e C) são feitos reagir uns com os outros por uma ordem qualquer; preferivelmente, no entanto, pré-misturam-se os componentes A) e B) antes de serem postos em contacto com o componente C).

A pré-mistura de A) e B) realiza-se tipicamente a temperaturas compreendidas entre cerca de 25 e 70°C.

A quantidade de composto de organossilano é preferivelmente tal que, pelo menos 10 % do composto de Al-alquilo se encontre sob a forma de um complexo com o composto de organossilano de acordo com a presente invenção.

Os compostos de Al-alquilo que formam o componente A) incluem Al-trialquilos, tais como Al-trietilo, Al-tri-isobutilo, Al-tri-isopropilo e compostos que contêm dois ou mais átomos de Al ligados uns aos outros por intermédio de outros heteroátomos de oxigénio, azoto e enxofre, tais como os compostos de fórmulas:



No componente C) que forma o catalisador sólido, os exemplos apropriados do composto de Ti que tem pelo menos uma ligação Ti-halogéneo empregado como componente C) são tetrahalogenetos de Ti, em particular TiCl_4 . No entanto, também se podem utilizar halogeno-alcoolatos.

Os compostos doadores de electrões para a preparação do componente C) incluem ésteres de alquilo, de arilo e de cicloalquilo de ácidos aromáticos, em particular ésteres de alquilo do ácido benzóico, ácido ftélico e os seus derivados. Os exemplos específicos incluem benzoato de etilo, benzoato de n-butilo, p-toluato de metilo, p-metoxibenzoato de metilo, di-isobutil-ftaleno e ftalato de di-n-butilo. Além dos ésteres mencionados antes, também se podem utilizar como doadores de electrões éteres alquílicos ou alquilarílicos, cetonas, monoaminas, ou poliaminas, aldeídos e compostos de p tais como fosfinas e fosforemidas.

Os di-halogenetos de Mg anidros activos que formam o suporte do componente C) são os di-halogenetos de Mg que apresentam no espectro de difracção de raios X sob a forma de pó do componente C) o alargamento de pelo menos 30 % da linha de di-

fracção mais intensa que aparece no espectro de póis do correspondente di-halogeneto que tem 1 m²/g de área superficial ou são os di-halogenetos de Mg que possuem um espectro de difracção de raios X em pó em que a referida linha de difracção mais intensa é substituída por um halo com a intensidade do pico deslocada em relação à distância interplanar da linha mais intensa e/ou são os di-halogenetos de Mg que têm uma área superficial maior do que 3 m²/g. As formas activas podem ser preparadas in situ a partir de compostos de Mg, como, por exemplo, Mg(OEt)₂, que são precursores de ou podem ser facilmente transformados em Mg(X)₂.

A medição da área superficial dos di-halogenetos de Mg faz-se no componente C) depois do tratamento com TiCl₄ à fervura durante duas horas. O valor encontrado é considerado como a área superficial do di-halogeneto de Mg.

Formas muito activas de di-halogenetos de Mg são as que possuem um espectro de difracção de raios X de póis em que a linha de difracção mais intensa que aparece no espectro do correspondente halogeneto que tem 1 m²/g de área superficial é atenuada em intensidade relativa e alargada para formar um halo ou são aqueles em que a referida linha mais intensa é substituída por um halo que tem o seu pico de intensidade deslocado em relação à distância interplanar da linha mais intensa. Geralmente, a área superficial das formas mencionadas antes é maior do que 30 - 40 m²/g e está compreendida particularmente entre 100 e 300 m²/g.

As formas activas são também as que derivam das formas citadas antes por tratamento térmico do componente C) no seio

de solventes hidrocarbonados inertes e que representam linhas de difracção nítidas do espectro de raios X em vez de halos.

A linha nítida e mais intensa destas formas apresenta, em qualquer caso, um alargamento de pelo menos 30 % em relação à correspondente linha do di-halogeneto de Mg que tem uma área superficial igual a 1 m²/g.

Os di-halogenetos de Mg preferidos são dicloreto de Mg e dibrometo de Mg. O teor de água dos di-halogenetos é geralmente menor do que 1 % em peso.

Por halogenetos de Ti ou halogeno-alcoolatos de Ti e doadores de electrões suportados em di-halogeneto de Mg activo, significam-se os compostos mencionados antes que podem ser química ou fisicamente fixados sobre o suporte e não são extraíveis do componente C) por tratamento do mesmo com 1,2-diclorometano aquecido à ebulição durante duas horas.

O componente C) pode ser preparado por vários métodos. Um destes métodos consiste em co-moer o di-halogeneto de Mg e o composto doador de electrões até que o produto, depois da extracção com Al-trietilo sob condições normalizadas, possua uma área superficial maior do que 20 m²/g, como se mencionou antes para o espectro de di-halogeneto de Mg e, em seguida, fazer reagir o produto moído com o composto de Ti.

Outros métodos para a preparação do catalisador sólido que forma o componente C) são descritos nas patentes de invenção norte-americanas números 4 220 554, 4 294 721, 4 315 835 e 4 439 540. Estes métodos são incorporados na presente memória descritiva como referência.

Em todos os métodos referidos antes, o componente C) contém um di-halogeneto de Mg presente sob a forma activa, como se referiu antes.

Outros métodos conhecidos que permitem a formação de di-halogeneto de Mg sob a forma activa ou dos componentes suportados em di-halogeneto de Mg que contém Ti, em que o di-halogeneto se encontra presente sob a forma activa, baseiam-se nas seguintes reacções

- i) reacção de um reagente de Grignard ou de um composto de fórmula geral MgR_2 (na qual o símbolo R representa um radical hidrocarbilo) ou de complexos dos referidos compostos de fórmula geral MgR_2 com Al-trialquilos, com agentes halogemantes tais como compostos de fórmula geral AlX_3 ou AlR_mX_n (em que o símbolo X representa um átomo de halogéneo e o símbolo R representa um radical hidrocarbilo e $m + n = 3$), $SiCl_4$ ou $HSiCl_3$;
- ii) reacção de um reagente de Grignard com um silanol ou com um poli-siloxano, H_2O ou com um álcool e reacção ulterior com um agente halogenante ou com $TiCl_4$;
- iii) reacção de Mg com um álcool e um hidrácido derivado de halogéneo ou de Mg com um halogeneto de hidrocarbilo e um álcool;
- iv) reacção de MgO com Cl_2 ou com $AlCl_3$;
- v) reacção de $MgX_2 \cdot 6H_2O$ (na qual o símbolo X representa um átomo de halogéneo) com um agente halogeneto ou com $TiCl_4$;
ou
- vi) reacção de mono-alcoolatos ou di-alcoolatos de Mg ou car-

boxilatos de Mg com um agente halogenante.

No componente C), a proporção molar entre o di-halogeneto de Mg e o composto de Ti halogenado nele suportado está compreendida entre 1 e 500 e a proporção molar entre o mencionado composto de Ti halogenado e o doador de electrões suportado no di-halogeneto de Mg está compreendido entre 0,1 e 50.

Os catalisadores de acordo com a presente invenção são empregados para polimerizar as alfa-olefinas em condições de polimerização convencionais, isto é, realizando a polimerização em fase líquida, tanto na presença como na ausência de um dissolvente hidrocarbonado inerte ou em fase gasosa ou também combinando, por exemplo, uma operação de polimerização em fase líquida com uma operação de polimerização em fase gasosa.

A polimerização realiza-se geralmente a uma temperatura compreendida entre 40 e 70°C e à pressão atmosférica ou a uma pressão superior. Como regulador do peso molecular, utiliza-se hidrogénio ou reguladores de tipo conhecido.

As olefinas apropriadas que podem ser polimerizadas pelo processo de acordo com a presente invenção incluem olefinas de fórmula geral $\text{CH}_2=\text{CHR}$ (na qual o símbolo R representa um átomo de hidrogénio ou um radical alquílo $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ de cadeia linear ou ramificada, tal como etileno, propileno, buteno-1, penteno-1, 4-metil-penteno-1 e octeno-1).

Os Exemplos seguintes são descritos para ilustrar a invenção e não se destinam a definir-lhe o âmbito.

Todos os solventes foram recentemente destilados e armazenados sobre peneiros moleculares activados e sob uma atmosfera de gás inerte.

Os espectros de ressonância magnética nuclear protónica e de ressonância magnética nuclear de ^{13}C foram traçados com um aparelho Varian EM-390 e com um aparelho Nicolet NT-360WB, respectivamente usando CDCl_3 como dissolvente e Me_4Si como referência. Todos os espectros de ressonância magnética nuclear foram traçados em função de ppm.

Os reagentes de alquil-lítio foram titulados para a determinação do teor total de lítio usando HCl e o indicador de fenoftaleína.

A menos que se indique de outro modo, todas as reacções se realizaram sob uma atmosfera inerte, utilizando um borbulhador de mercúrio.

EXEMPLOS

Exemplo 1

Este Exemplo refere-se a um composto de organossilano de acordo com a presente invenção e a um método para a sua preparação.

a) A um vaso de reacção dotado com um condensador de refluxo e purgado com argón, adicionaram-se 200 ml de metanol purgado com argón. Arrefeceu-se o vaso a 0°C em banho de gelo e adicionaram-se 3,5 gramas (0,504 mole) de uma tira de lítio, que foi cortada em pequenos troços, ao metanol durante um intervalo de tempo de 1,5 hora. Depois de completada a adição,

deixou-se aquecer o vaso reaccional até à temperatura ambiente (aproximadamente 23°C) e, em seguida, aqueceu-se a refluxo durante três horas. Obteve-se como resultado uma solução viscosa, nublada, ligeiramente amarela. Filtrou-se a solução através de uma placa de vidro fritado de porosidade média, utilizando terra de diatomáceas Celite como auxiliar de filtração.

Titulou-se a solução amarela-clara límpida com HCl e fenolftaleína, de maneira a obter-se o resultado de 2,76 M de solução de metoxi-lítio/metanol.

b) Sob uma atmosfera de argon, carregou-se um vaso reaccional, que tem adaptada uma ampola de carga e um agitador, com 200 ml de éter dietílico e 7,3 ml de 4-metil-piperidina (0,0615 mole) e começou-se a agitar. Através da ampola de carga, adicionaram-se 32,4 ml de uma solução de n-butil-lítio/hexano (1,9 molar durante uma hora e continuou-se a agitar durante mais duas horas. Obteve-se uma solução 0,30 molar de l-lítio-4-metil-piperidina em éter dietílico.

c) Sob uma atmosfera de argon, carregou-se um vaso reaccional, dotado com agitador, com 100 ml de éter dietílico e 11,7 gramas de t-butil-triclorossilano (0,0615 mole) e começou-se a agitar. A este vaso adicionaram-se, gota a gota, 6,34 gramas de l-lítio-4-metil-piperidina em solução em éter dietílico proveniente da operação b) descrita antes, por meio de uma cânula, durante um intervalo de tempo de trinta minutos e prosseguiu-se a agitação durante cerca de dezasseis horas. Ao vaso adaptou-se um condensador e aqueceu-se a mistura reaccional a refluxo durante uma hora e arrefeceu-se depois até à temperatura ambiente. Filtrou-se a solução atra-

vés de uma placa de vidro fritado de porosidade média e lavou-se o precipitado de LiCl três vezes com um volume de 20 ml de éter dietílico. Eliminou-se o éter dietílico por evaporação sob vázio para se obter um óleo amarelo límpido. Destilou-se o produto bruto sob vázio (60 - 68°C, a 0,7 torr) para se obter um óleo ligeiramente nebuloso de 6,45 gramas de t-butil-(4-metil-piperidil)-diclorossilano.

d) Sob uma atmosfera de árgon, carregou-se um vaso reaccional com 200 ml de THF e 6,45 gramas de t-butil-(4-metil-piperidil)-diclorossilano (0,0254 mole) obtido na operação c) acima referida. A esta solução adicionaram-se 18,4 ml de uma solução 2,76 molar de MeOLi/MeOH (0,0508 mole de MeOLi) proveniente da fase a) descrita antes, gota a gota, por intermédio de uma cânula, durante um intervalo de tempo de trinta minutos e aqueceu-se a mistura reaccional a refluxo durante duas horas. Deixou-se arrefecer a mistura reaccional até à temperatura ambiente e eliminaram-se os dissolventes sob vázio para se obter um óleo que contém um precipitado branco. Extraiu-se o óleo com hexano e eliminou-se o hexano sob vázio, para se obter um óleo incolor transparente. Destilou-se o óleo sob vázio (46 - 49°C, a 0,7 torr) para se obterem 4 ml de um óleo incolor transparente de t-butil-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano.

Espectro de ressonância magnética nuclear protónica (CDCl₃):
0,9 (d, 1H), 1,0 (s, 9H), 1,5 (m, 3H),
2,6 (m, 4H), 3,2 (m, 4H), 3,5 (s, 6H),

Espectro de ressonância magnética nuclear de ¹³C (CDCl₃):

4.

19,1 $\angle \text{C}(\text{CH}_3)_3 \angle$, 22,7 (CH₃ anel), 26,6 $\angle \text{C}(\text{CH}_3)_3 \angle$, 31,8 (CH),
36,1 (CH₂), 45,7 (CH₂), 50,7 (OCH₃).

Exemplos 2 a 4

Repetiu-se a maneira de proceder e utilizando os ingredientes referidos no Exemplo 1, com as exceções indicadas no Quadro 1 que se segue:

Quadro 1

<u>Exem- plo</u>	<u>Fase do processo</u>	<u>Ingredientes</u>	<u>Quantidades</u>	<u>Produto intermediário</u>	<u>Produto final</u>
2	(b)	3-Metil-piperidina Solução de n-butil-litio/hexano	7,2 ml (0,0616 mole) 24,6 ml (2,5 M)	1-Lítio-3-metil-piperidina em éter dietílico (6,31 g, 0,0600 mole)	
	(c)	t-Butil-tricloro-silano. Produto intermediário obtido na fase b)	11,7 g (0,0616 mole) 6,31 g (0,0600 mole)	t-Butil-3-metil-piperidil-dicloro-silano (1,18 g, 0,0464 mole)	
	(d)	Produto intermediário obtido na fase c) MeOLi/MeOH	11,8 g (0,0464 mole) 34,5 ml (2,69 M) (0,0928 mole de MeOLi)	9 ml de t-Butil-3-metil-piperidil-dimetoxi-silano	
3	(b)	2-Metil-piperidina Solução de n-butil-lítio/hexano	6,96 ml (0,0590 mole) 23,7 ml (2,5 M)	1-Lítio-2-metil-piperidina em éter dietílico (6,10 g, 0,058 mole)	
	(c)	t-Butil-tricloro-silano. Produto intermediário obtido na fase b)	11,3 g (0,0590 mole) 6,10 g (0,058 mole)	t-Butil-2-metil-piperidil-dicloro-silano (11,6 g, 0,0456 mole)	

Quadro 1 (Continuação)

<u>Exem- plo</u>	<u>Fase do processo</u>	<u>Ingredientes</u>	<u>Quantidades</u>	<u>Produto inter- mediário</u>	<u>Produto . final</u>
	(d)	Produto intermediário obtido na fase c)	11,6 g (0,0456 mole)		9 ml de t-butil- -(2-metil-piperi- dil)-dimetoxi-si- lano
		MeOLi/MeOH	33,8 ml (2,69 M) (0,0910 mole de MeOLi)		
4	(c)	Éter dietílico 2-Biciclo-heptil-tri- cloro-silano l-lítio- -4-metil-piperidina em éter dietílico	200 ml 13,5 g (0,059 mole) 0,2 g (0,059 mole)	2-Biciclo-hep- til-(4- -metil-piperidil)- -dicloro-silano (4,4 g, 0,15 mole)	
	(d)	Éter dietílico Produto intermediário obtido na fase c) acima	300 ml 4,4 g (0,15 mole)		1,4 g de 2-bicli- clo-heptil-(4- -metil-piperi- dil)-dimetoxi- -silano
		MeOLi/MeOH	68,2 ml (0,030 mole) 0,44 M)		

Exemplo 5

a) Sob atmosfera de árgon, carregou-se um vaso reaccional, tendo adaptado um funil e um agitador, com 250 ml de éter dietílico e 12 ml de SiCl_4 (0,105 mole) e, enquanto se agita arrefeceu-se a 0°C em banho de gelo. Em seguida, carregaram-se através do funil 80 ml de éter, 8,9 ml de MeOH (0,291 mole, 5 % de excesso molar) e 27,3 ml de NEt_3 (0,291 mole, 5 % de excesso molar), que foram adicionados durante um intervalo de tempo de cerca de duas horas, durante o qual se verificou a formação de cloridrato de trietilamina. Para facilitar a agitação, adicionou-se um volume extra de 100 ml de éter dietílico. Continuou-se a agitar a mistura reaccional durante cerca de dezasseis horas à temperatura ambiente. Filtrou-se a solução e lavou-se o cloridrato de amina três vezes com 20 ml de éter dietílico. Eliminou-se o éter por vaporização sob vazio, para se obter um óleo amarelo pálido. Destilou-se o produto a 101°C à pressão atmosférica para se obter um líquido incolor transparente de 2,39 gramaas de dimetoxi-diclorossilano.

b) Sob atmosfera de árgon, carregou-se um vaso reaccional com 100 ml de éter dietílico e 2,3 gramas de dimetoxi-diclorossilano (0,014 mole) de éter. A esta solução adicionou-se, gota a gota, uma solução de 1-lítio-4-metil-piperidina em éter dietílico do Exemplo 1, fase b) (0,028 mole) em éter. Aqueceu-se a mistura reaccional a refluxo durante seis horas e depois arrefeceu-se até à temperatura ambiente. Separou-se o sólido por filtração e eliminou-se o éter mediante destilação sob vazio. Destilou-se o produto bruto sob vazio (84°C , a 0,09 torr) para se obterem 4 ml de um bis

-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano transparente, óleo incolor.

Espectro de ressonância magnética nuclear protónica

(CDCl₃) : 1,0 (d,1H), 1,1 (s, 3H), 1,3 (m, 2H), 2,5 (m, 2H),
3,0 (m, 4H), 3,4 (s, 3H).

Exemplo 6

Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 150 ml de éter dietílico e 33 ml de 4-metil-piperidina (0,026 mole) e arrefeceu-se a 0°C em banho de gelo enquanto se agitou. Ao vaso adaptou-se um funil de carga e carregou-se com 11 ml de n-butil-lítio (0,026 mole) e 50 ml de hexano. Adicionou-se a mistura de hexano/n-butil-lítio, gota a gota, à mistura reaccional e agitou-se durante mais uma hora a 0°C, depois do que se retirou o banho de gelo e se deixou aquecer o conteúdo do balão até à temperatura ambiente. Depois de se aquecer até à temperatura ambiente, continuou-se a agitação durante mais uma hora e obtiveram-se 2,68 gramas de l-lítio-4-metil-piperidina.

Em um vaso de reacção separado, sob atmosfera de azoto, adicionaram-se 5,0 ml de n-butil-(trimetoxi)-silano (0,026 mole) a 50 ml de hexano. Enquanto se agitou, arrefeceu-se a 0°C em banho de gelo. A esta solução de n-butil-(trimetoxi)-silano/hexano arrefecida assim obtida, adicionou-se, por meio de uma cânula, 2,68 gramas de suspensão de l-lítio-4-metil-piperidina obtida no primeiro vaso reaccional. Uma vez terminada a adição, deixou-se aquecer a mistura reaccional até à tempe-

retura ambiente e agitou-se durante cerca de dezasseis horas e, em seguida, aqueceu-se a refluxo durante cerca de duas horas. Em seguida eliminaram-se os solventes sob vazio e lavou-se o sólido branco assim obtido três vezes com volumes de 20 ml de hexano para separar o produto. Destilou-se o hexano do produto sob vazio para se obter um óleo.

Destilou-se o óleo numa coluna comprida, sob vazio (47°C, 0,5 mm de Hg) para se obterem 4,6 gramas de n-butil-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano. O ensaio de cromatografia em fase gasosa (GC) mostra que o produto é 98,5 % puro. O espectrómetro de massa (MS) indica que se trata do produto pretendido, com m/z (massa/carga) = 245 amu (unidade de massa atómica), 34 % de abundância.

Exemplo 7

Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 200 ml de éter dietílico e 36,7 ml de uma solução 1,5 molar de cloreto de isopropil-magésio (0,055 mole) e, em seguida, arrefeceu-se até 0°C em banho de gelo enquanto se agitou. Num vaso de reacção separado, misturaram-se conjuntamente 11,86 gramas de 4-metil-piperidil-(trimetoxi)-silano (0,054 mole) a 50 ml de hexano. Ao reagente de Grignard assim obtido, adicionou-se o 4-metil-piperidil-(trimetoxi)-silano em solução em hexano, por meio de uma cânula, durante o intervalo de tempo de cerca de 1,5 hora. Em seguida, aqueceu-se a mistura reaccional a refluxo durante cerca de duas horas.

Filtraram-se os sais de magnésio usando uma placa de

vidro fritado de porosidade média e Celite. À solução adicionou-se diclorometano (2,3 gramas, 0,027 mole) para reagir com a parte restante do reagente de Grignard. Agitou-se a mistura reaccional e depois deixou-se assentar durante duas horas. Todos os dissolventes foram eliminados sob vazio, obtendo-se um óleo turvo, que solidificou durante a noite.

Ao sólido adicionou-se hexano (75 ml) e dioxano (9,2 ml, 0,107 mole) e agitou-se a solução durante trinta minutos e, em seguida, filtrou-se. Eliminou-se o hexano por destilação sob vazio produzido por uma bomba. Destilou-se o óleo restante numa coluna de destilação extra longa sob pressão reduzida, para se obterem 3,5 gramas de um óleo incolor transparente de isopropil-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano recolhido a 45°C (0,05 milímetros de mercúrio). O espectro de cromatografia em fase gasosa indicou 96,5 % de pureza. O ensaio de MS-GS demonstrou a existência de um íão de massa molecular 231.

Exemplo 8

Preparou-se uma solução de 1-lítio-4-metil-piperidina (0,052 mole) como se descreveu na fase b) do Exemplo 1. Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 75 ml de hexano e 10 ml de isobutil-(trimatoxi)-silano (0,052 mole). Sob agitação, arrefeceu-se em seguida o vaso a 0°C e adicionou-se, gota a gota, 1-lítio-4-metil-piperidina por intermédio de uma cânula durante um intervalo de tempo de cerca de 2,5 horas. Afastou-se o banho de gelo da mistura reaccional e ao vaso adaptou-se um condensador de refluxo purgado com azoto e aqueceu-se a refluxo durante duas horas, e arrefeceu-se até à tem-

peratura ambiente e agitou-se durante cerca de dezasseis horas.

Filtrou-se o metoxi-lítio e eliminaram-se os dissolventes sob vazio. Destilou-se o óleo amarelo transparente resultante numa coluna de destilação longa, sob pressão reduzida (0,06 mm de Hg) a 40°C, para se obterem 10,1 gramas de um óleo incolor transparente de isobutil-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano (79 % de rendimento). O cromatograma em fase gasosa indicou um grau de pureza igual a 93,1 %.

Redestilou-se a amostra usando novamente uma coluna de comprimento longo, sob pressão reduzida. Depois de a temperatura da parte superior ter atingido 40°C, deixou-se passar cerca de 2 gramas de produto e, em seguida, recolheu-se a fracção restante. O ensaio de cromatografia em fase gasosa indicou 97 % de pureza.

Exemplo 9

Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 7,61 gramas de t-butil-(pirrolidina)-diclorossilano (0,0335 mole) e 150 ml de tetrahidrofurano (THF) e arrefeceu-se até 0°C. Ao vaso adaptou-se uma ampola de carga, que se carregou com 24,5 ml de metoxi-lítio (0,067 mole), que se adicionou, gota a gota, à mistura reaccional. Depois de completada a adição, aqueceu-se a solução reaccional a refluxo durante duas horas. Eliminou-se o THF sob vazio até que o cloreto de lítio começou a precipitar na solução. Usou-se hexano (aproximadamente 100 ml) para extrair mais produto do cloreto de lítio.

Em seguida filtrou-se a mistura sob vazio e lavou-se o LiCl uma segunda vez com aproximadamente 100 ml de hexano. Filtrou-se novamente a solução sob vazio e também se eliminou o dissolvente sob vazio. Destilou-se o produto, um óleo verde pálido límpido, sob vazio (0,01 torr) e recolheram-se 5,78 gramas de t-butil-(pirrolidil)-dimetoxi-silano a 28°C. A análise por cromatografia em fase gasosa indicou 99,1 % de pureza; GC-MS, m/z = 217 amu; valor calculado 217,38 amu.

Exemplo 10

Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 4,6 ml de heptametenimina (0,0368 mole) e 50 ml de THF. Ao vaso adaptou-se uma ampola de carga cheia com 23,0 ml de n-butil-lítio (0,0368 mole) e adicionou-se este composto ao vaso reaccional, gota a gota, durante o intervalo de tempo de uma hora.

Carregou-se um vaso de reacção separado com 5,3 ml de metiltrimetoxi-silano (0,0368 mole) e 50 ml de THF. Adicionaram-se 4,3 gramas de solução de heptametenimina-lítio em THF preparada antes, à solução de metiltrimetoxi-silano, gota a gota, por intermédio de uma cânula, durante o intervalo de tempo de uma hora. Aqueceu-se a refluxo a mistura reaccional resultante durante duas horas e, em seguida, filtrou-se sob vazio, usando terra de diatomáceas como agente auxiliar de filtração. Eliminou-se o dissolvente do filtrado sob vazio, obtendo-se um líquido verde-amarelado límpido. Uma tentativa para extrair metoxi-lítio com hexano a 0°C não obteve êxito. Destilou-se o produto

bruto sob vácuo (0,030 torr). Separou-se uma fracção incolor límpida a 33 - 35°C, constituída por 4,27 gramas de hepta metileniminó—(metil)-dimetoxi-silano. A análise por cromatografia em fase gasosa indicou 97,8 % de pureza. GC—MS, m/z = 217 amu; valor calculado 217,38 amu.

Exemplo 11

Sob atmosfera de azoto, carregou-se um vaso reaccional com 200 ml de hexano e 2,10 ml de piperidina (0,0177 mole) e arrefeceu-se a 0°C. Carregou-se uma ampola de carga do vaso de reacção com 11,06 ml de n-butil-lítio (1,6 molar, 0,0177 mole) que se adicionou, gota a gota, à mistura. Uma vez terminada a adição, agitou-se a mistura reaccional à temperatura ambiente durante cerca de uma hora.

Carregou-se um segundo vaso reaccional com 3,15 gramas de t-butil-trimetoxi-silano (0,017 mole) e 200 ml de hexano. Adicionou-se o t-butil-trimetoxi-silano assim formado ao primeiro vaso de reacção, gota a gota, por intermédio de uma cânula e aqueceu-se a refluxo durante uma hora. Filtrou-se esta solução sob vácuo através de uma placa de vidro fritado de porosidade média, usando terra de diatomáceas como agente auxiliar de filtração e obtiveram-se 5,89 gramas de t-butil-(piperidil)-dimetoxi-silano sólido. Eliminou-se o dissolvente do filtrado sob vácuo (0,01 torr) e purificou-se o produto por destilação. Separou-se a fracção de 78 - 79°C. A análise de cromatografia em fase gasosa indicou 98,7 % de pureza; GC—MS, m/z = 232 amu; valor calculado 231,41 amu.

L.

Aqueceu-se o reactor de polimerização a 70°C e purgou-se com uma corrente lenta de árgon durante uma hora. Em seguida, aumentou-se a pressão do reactor para 7 kg/cm² relativos (100 psig) com árgon a 70°C e depois aliviou-se a pressão. Repetiu-se esta maneira de proceder mais quatro vezes. O reactor foi então pressurizado até 7 kg/cm² (100 psig) com propileno e, em seguida, descarregou-se. Repetiu-se este procedimento mais quatro vezes. Arrefeceu-se então o reactor até 30°C.

Separadamente, numa ampola de carga purgada com árgon, introduziram-se pela seguinte ordem, 75 ml de hexano, 4,47 ml de uma solução 1,5 molar de trietilalúminio (TEAL) (0,764 grama, 0,0067 mole) em hexano, 3,4 ml de solução 0,1 molar de t-butyl-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano (0,0835 grama, 0,0034 mole) do Exemplo 1 e deixou-se repousar durante cinco minutos. Adicionaram-se 35 ml desta mistura a um balão. Em seguida, adicionou-se 0,0129 grama de componente de catalisador sólido FT⁴S (um componente do catalisador de TiCl₄/doador de electrões/MgCl₂ activo comercialmente disponível na firma HIMONT Italia S. p. A.) e mistturou-se agitando durante um intervalo de tempo de cinco minutos. Introduziu-se o complexo catalítico assim obtido, sob uma purga com corrente de árgon, no reactor de polimerização mencionado antes à temperatura ambiente. Em seguida, descarregou-se a restante solução de hexano/TEAL/silano da ampola de carga para dentro do balão, agitou-se o balão e despejou-se para dentro do reactor e fechou-se a válvula de injeção.

Carregou-se lentamente o reactor de polimerização com

2,2 litros de propileno líquido, enquanto de agitava, e com 0,25 % em moles de R_2 . Em seguida, aqueceu-se o reactor a 70°C e começou-se a polimerização durante cerca de duas horas, a temperatura e pressão constantes. Depois de cerca de duas horas, interrompeu-se a agitação e descarregou-se lentamente a pressão do propileno restante. Aqueceu-se o reactor a 80°C , purgou-se com argon durante dez minutos e, em seguida, arrefeceu-se até à temperatura ambiente e abriu-se. Retirou-se o polímero e secou-se em estufa de vácuo a 80°C durante uma hora.

Os resultados desta experiência de polimerização e de outras experiências de polimerização usando o composto de organossilano do Exemplo 1, realizadas de acordo com a maneira de proceder descrita antes, com excepção das variações das quantidades aí referidas, encontram-se reunidas no Quadro 2.

A menos que se especifique de outro modo, a viscosidade intrínseca dos polímeros (IV) é medida em decalina a 135°C , usando concentrações de 40 mg de polímero em 36 ml de dissolvente. A capacidade de produção dos polímeros é calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$\text{Capacidade de produção} = \frac{\text{gramas de polipropileno}}{\text{gramas de catalisador}}$$

A percentagem de constituintes solúveis em xileno à temperatura ambiente, % de XSRT, do polímero é determinada dissolvendo 2 gramas de polímero em 200 ml de xileno a 135°C e em seguida arrefecendo a solução até à temperatura ambiente, filtrando, evaporando e secando o resíduo.

A percentagem de XSRT foi calculada de acordo com a seguinte fórmula:

$$\% \text{ de XSRT} = \frac{\text{g de resíduo} \times \text{ml de dissolvente} \times 100}{\text{g de polímero} \times \text{ml de filtrado}}$$

Quadro 2

<u>H₂</u> %	Capacidade de produção		IV	<u>% de XSRT</u>
	(g de PP/g de catalisador)			
0,00	21 000		11,80	3,67
0,10	33 600		4,43	1,79
0,15	35 800		4,50	1,83
0,25	42 800		3,96	1,93
0,30	54 800		3,31	1,41

Efectuaram-se ensaios de polimerização comparativos de acordo com o método acima descrito, mas usando difenildimetoxi-silano (DPMS) e dicitclohexil-dimetoxi-silano em vez de t-butil-(4-metil-piperidil)-dimetoxi-silano acima usado. Os resultados obtidos estão indicados no seguinte Quadro 3.

Quadro 3

<u>Doador de electrões</u>	<u>H₂</u> %	Capacidade de produção		<u>% de XSRT</u>
		(g de PP/g de catalisador)		
Difenildimetoxi-silano	0,00	25 000	6,28	4,73
	0,15	39 400	3,38	3,39
	0,30	41 100	2,55	2,43
Dicitclohexil-dimetoxi-silano	0,00	16 800	4,23	3,07
	0,30	32 400	3,05	2,90

Pode ver-se que o composto de organossilano de acordo

com a presente invenção no Quadro 2, quando é utilizado como doador de electrões com o componente co-catalisador, origina polímeros que têm valores mais elevados de IV e maiores capacidades de produção com percentagens menores de material solúvel em xileno em comparação com os doadores de electrões comparativos do Quadro 3 usados da mesma maneira.

No Quadro 4 e no Quadro 5 seguintes, encontram-se indicados os resultados das experiências de polimerização usando outros compostos de organossilano de acordo com a presente invenção e doadores de electrões comparativos. As polimerizações efectuaram-se da mesma maneira que se descreveu acima, com a excepção de variações nas quantidades empregadas.

Quadro 4

<u>Composto de organossilano</u>	<u>H₂ %</u>	<u>Capacidade de produção (g de PP/g de catalisador)</u>	<u>IV</u>	<u>% de XSRT</u>
<u>Ex. 4</u>				
2-Biciclo-heptil-	0,15	29 900	4,42	3,31
-(4-metilpiperidil)-	0,35	35 700	3,90	3,33
-dimetoxi-silano	0,45	37 000	3,28	2,94
(0,095 g, 0,335 mole)				
<u>Ex. 7</u>				
Isopropil-(4-metilpi-	0,00	15 600	5,97	2,03
peridil)-dimetoxi-si-	0,30	36 100	3,59	1,29
lano (0,78 g, 0,335 mo-				
le)				
<u>Ex. 9</u>				
t-butyl-(pirrolidil)-	0,00	20 700	4,10	1,52
-dimetoxi-silano	0,30	41 400	4,18	1,05
(0,073 g, 0,335 mole)	0,50	48 400	3,54	1,51
<u>Ex. 10</u>				
Heptametenimino-	0,30	38 200	2,30	1,34
-(metil)-dimetoxi-				
-silano (0,73 g,				
0,335 mole).				

Quadro 5

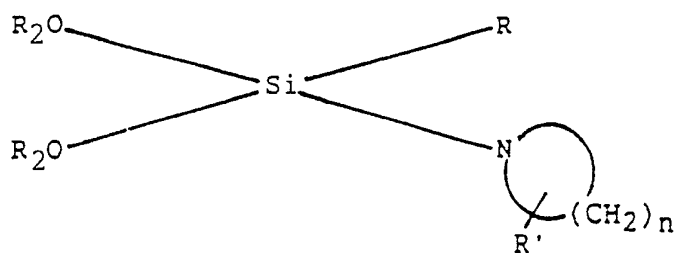
<u>Doador de</u> <u>electrões</u>	<u>H₂ %</u>	<u>Capacidade de produção</u> <u>(g de PP/g de catalisador)</u>	<u>IV</u>	<u>% de</u> <u>XSRT</u>
<u>Ex. Comparativo 1</u>				
4-Metil-piperidina	0,35	25 800	1,71	38,03
<u>Ex. Comparativo 2</u>				
Bis-(dimetilamino)- -dimetil-silano	0,35	17 700	2,10	19,10
<u>Ex. Comparativo 3</u>				
Fenil-trietoxi-si- lano	0,35	33 800	1,93	5,04

Como se mostra antes, os compostos de organossilano originaram polímeros tendo valores mais elevados de IV e de capacidade de produção, juntamente com menores percentagens de material solúvel em xileno.

Outras propriedades características, vantagens e formas de realização da presente invenção, descritas na presente memória descritiva, serão facilmente evidentes para os especialistas na matéria depois da leitura da memória descritiva anterior. A este respeito, embora se tenham descrito com considerável por menor formas de realização específicas da presente invenção, podem efectuar-se variações e modificações destas formas de realização sem afastamento do espírito e do âmbito da presente invenção tal como é descrita e reivindicada nas reivindicações seguintes.

REIVINDICAÇÕES

1.- Processo para a preparação de compostos de organossilano de fórmula geral



na qual

o símbolo R representa um radical alquilo C_1-C_4 de cadeia linear ou ramificada, 4-metil-piperidilo, ari-
lo ou cicloalquilo;

o símbolo R' representa um átomo de hidrogénio ou um radical metilo ou etilo;

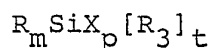
o símbolo R_2 representa um radical metilo ou etilo; e

o símbolo n representa um número de 4 a 7,

caracterizado pelo facto:

a) de se fazer reagir um composto comportando um anel heterocíclico contendo azoto com 4 a 8 membros com alquil-lítio na presença de um dissolvente;

b) de se fazer reagir em seguida a mistura reaccional obtida em a) com um composto de silano de fórmula geral



na qual R tem os significados definidos antes, R_3 representa um grupo metoxi ou etoxi, X representa um átomo de cloro ou de bromo, m representa 0 ou 1, p representa 0, 2 ou 3, t representa 0, 2 ou 3 e a soma $m+p+t$ é igual a 4;

c) eventualmente, de se fazer reagir o produto resultante da fase;

d) com alcóxido de lítio na presença de um dissolvente; e

e) de se isolar o produto.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical alquilo C_1-C_4 de cadeia linear ou ramificada e de o símbolo n representar o número 4.

3.- Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um grupo t-butilo.

4.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o símbolo n representar o número 5.

5.- Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical alquilo C_1-C_4 de cadeia linear ou ramificada e o símbolo R' representar um átomo de hidrogénio ou um radical metilo.

6.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical isopropilo e o símbolo R' representar um radical metilo.

7.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical t-butilo e o símbolo R' representar um radical metilo.

8.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracteri-

zado pelo facto de o símbolo R representar um radical n-butilo e o símbolo R' representar um radical metilo.

9.- Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical 4-metil-piperidilo.

10.- Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de o símbolo R representar um radical 2-biciclo-heptilo.

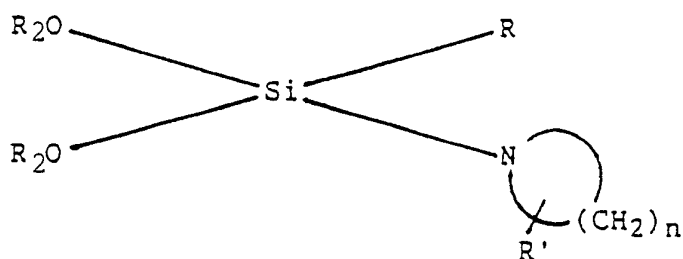
11.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o símbolo n representar o número 7 e o símbolo R representar um radical alquilo C_1-C_4 de cadeia linear ou ramificada.

12.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o símbolo n representar o número 6 e o símbolo R representar um radical alquilo C_1-C_4 de cadeia linear ou ramificada.

13.- Processo para a preparação de catalisadores para a polimerização de alfa-olefinas, caracterizado pelo facto de se fazer reagir:

A) um composto de alumínio-alquilo;

B) um composto de organossilano de fórmula geral



na qual

o símbolo R representa um radical alquilo C₁-C₄ de cadeia linear ou ramificada, 4-metil-piperidilo, arilo ou cicloalquilo;

o símbolo R' representa um átomo de hidrogénio ou um radical metilo ou etilo;

o símbolo R₂ representa um radical metilo ou etilo; e

o símbolo n representa um número de 4 a 7; e

C) um componente sólido que compreende um composto de titânio que tem pelo menos uma ligação Ti-halogéneo e um composto doador de electrões ambos suportados por um di-halogeneto de Mg anidro activado.

14.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa o número 4 e o símbolo R representa um radical t-butilo.

15.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa o número 5, o símbolo R representa um radical isopropilo e o símbolo R' representa um radical metilo.

16.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa 5, o símbolo R representa um radical t-butilo e o símbolo R' representa um radical metilo.

17.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa 5, o símbolo R representa um radical n-butilo e o símbolo R' representa um radical metilo.

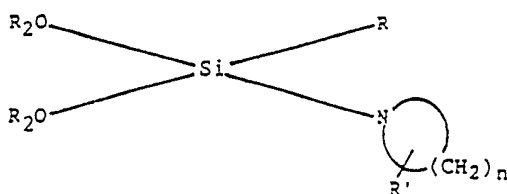
18.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa 5, o símbolo R representa um radical 4-metil-piperidilo e o símbolo R' representa um radical metilo.

19.- Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo facto de o composto de organossilano ser o composto em que o símbolo n representa 5, o símbolo R representa um radical 2-biciclo-heptilo e o símbolo R' representa um radical metilo.

R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSTOS DE ORGANOSSILANO APROPRIA
DOS PARA A PREPARAÇÃO DE CATALISADORES"

Descreve-se um processo para a preparação de compostos de organossilano de fórmula geral

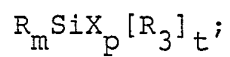


Estes compostos de organossilano são úteis como doadores de electrões em sistemas de catalisadores do tipo Ziegler-Natta.

O processo é caracterizado pelo facto:

a) de se fazer reagir um composto comportando um anel heterocíclico contendo azoto com 4 a 8 membros com alquil-lítio na presença de um dissolvente;

b) de se fazer reagir em seguida a mistura reaccional obtida em a) com um composto de silano de fórmula geral



- c) eventualmente, de se fazer reagir o produto resultante da fase;
- d) com alcóxido de lítio na presença de um dissolvente; e
- e) de se isolar o produto.

Lisboa, 25 de Julho de 1990

○ Agente Oficial da Propriedade Industrial

