



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0615149-3 B1

(22) Data do Depósito: 04/08/2006

(45) Data de Concessão: 27/06/2017



(54) Título: COMPONENTE DE UM CATALISADOR PARA POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINA, CATALISADOR PARA POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINAS, E, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO EM POLÍMERO DE OLEFINA

(51) Int.Cl.: C08F 4/654; C08F 10/00

(30) Prioridade Unionista: 08/08/2005 JP 2005-229418, 08/08/2005 JP 2005-229420

(73) Titular(es): TOHO TITANIUM CO., LTD.

(72) Inventor(es): TAKEFUMI YANO; MOTOKI HOSAKA; KOHEI KIMURA; MAKI SATO

“COMPONENTE DE UM CATALISADOR PARA POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINA, CATALISADOR PARA POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINAS, E, PROCESSO PARA A PRODUÇÃO UM POLÍMERO DE OLEFINA”

CAMPO TÉCNICO

5 A presente invenção diz respeito a um componente de catalisador e um catalisador para polimerização de olefinas capazes de manter alta estereorregularidade e rendimento do polímero e capazes de produzir polímero de olefinas tendo uma alta vazão de massa fundida com uma dada quantidade de hidrogênio (excelente resposta a hidrogênio), e a um processo
10 para a produção de polímero de olefinas usando os componentes de catalisador ou o catalisador.

FUNDAMENTOS DA TECNOLOGIA

Um componente de catalisador sólido contendo magnésio, titânio, um composto doador de elétron, e um halogênio como os
15 componentes essenciais usados para polimerização de olefinas, tal como propileno, são conhecidos na tecnologia. Um grande número de métodos para polimerização ou copolimerização de olefinas na presença de um catalisador para polimerização de olefina compreendendo os componentes de catalisador sólido anterior, um composto de organoalumínio, e um composto de
20 organossilício foi proposto. Por exemplo, o documento patente 1 (JP-A-57-63310) e o documento patente 2 (JP-A-57-63311) propõem um método para polimerizar olefinas com três ou mais átomos de carbono, em que é usado um catalisador compreendendo uma combinação de um composto de magnésio, um composto de titânio, e um composto de organossilício tendo uma ligação
25 Si-O-C. Entretanto, em virtude de o método não ser necessariamente satisfatório para produzir polímeros altamente estereorregulares em um alto rendimento, deseja-se melhoria nestes métodos.

O documento patente 3 (JP-A-63-3010) propõe um catalisador e um método para polimerizar propileno. O catalisador compreende um

componente de catalisador sólido, obtido processando um pó produzido a partir de um dialcóxi magnésio, um diéster de ácido dicarboxílico aromático, um hidrocarboneto aromático, e um haleto de titânio com calor, um composto de organoalumínio, e um composto de organossilício.

5 O documento patente 4 (JP-A-1-315406) propõe um outro catalisador para polimerização de propileno e um método para polimerizar propileno na presença deste catalisador. O catalisador para polimerização de propileno compreende um componente de catalisador sólido preparado fazendo com que um líquido em suspensão contendo dietoximagnésio e um
10 alquilbenzeno entre em contato com tetracloreto de titânio, reaja o líquido em suspensão com cloreto de ácido ftálico, e fazendo com que o produto sólido resultante entre em contato com tetracloreto de titânio na presença de um alquilbenzeno, um composto de organoalumínio, e um composto de organossilício.

15 Todas as tecnologias descritas anteriormente atingiram certos resultados na melhoria da atividade catalítica até o ponto em que permitem dispensação com uma etapa de remoção de cinzas para remover resíduos de catalisador, tais como cloro e titânio a partir dos polímeros formados, melhoram o rendimento de polímero estereorregulares, e melhoram a
20 durabilidade da atividade catalítica durante a polimerização. Entretanto, existe uma demanda de melhoria contínua de um catalisador como este.

Os polímeros produzidos usando estes catalisadores são usados em uma variedade de aplicações incluindo produtos formados, tais como veículos e aplicações elétricas domésticas, recipientes, e filmes. Estes
25 produtos são produzidos fundindo pós de polímero produzidos pela polimerização e, depois da paletização, formando o polímero usando vários moldes. Na fabricação de produtos formados, particularmente produtos grandes por moldagem por injeção, os polímeros fundidos algumas vezes têm que ter uma alta fluidez (vazão de massa fundida: MRF). Em particular, com

o propósito de redução de custo na fabricação de um copolímero em bloco altamente funcional a ser usado como um material veículo, em um método de produzir um copolímero em uma quantidade somente requerida para obtenção de um elastômero termoplástico a base de olefina (daqui em diante referido como "TPO") em um reator de copolimerização, e obter o TPO diretamente no reator de polimerização sem a adição de um copolímero produzido separadamente, isto é, na chamada "fabricação de um TPO preparado em reator por polimerização direta", é necessária uma vazão de massa fundida de 200 ou mais em um estágio de homopolimerização de maneira a produzir um produto acabado com uma alta vazão de massa fundida e garantir fácil moldagem por injeção. Por este motivo, foram realizados muitos estudos para aumentar a vazão de massa fundida de polímeros.

A vazão de massa fundida depende muito do peso molecular dos polímeros. Na indústria, hidrogênio é em geral adicionado como um regulador de peso molecular para polímeros durante a polimerização de propileno. Neste caso, uma grande quantidade de hidrogênio é normalmente adicionada para produzir polímeros de baixo peso molecular tendo uma alta vazão de massa fundida. Entretanto, a quantidade de hidrogênio que pode ser adicionada é limitada em virtude da resistência à pressão do reator ser limitada por motivo de segurança. De maneira a adicionar uma grande quantidade de hidrogênio na polimerização de fase de vapor, a pressão parcial de monômeros a serem polimerizados tem que diminuir, resultando em uma diminuição da produtividade. O uso de uma grande quantidade de hidrogênio também ocasiona um problema de custo. Como um método para resolver este problema, o documento patente 5 (WO 2004-16662) propõe um método de produzir um polímero tendo uma alta vazão de massa fundida usando um composto apresentado pela fórmula $\text{Si}(\text{OR}^1)_3(\text{NR}^2\text{R}^3)$ como um componente de catalisador para polimerização de olefinas.

Entretanto, em virtude de estes métodos não serem

necessariamente satisfatórios para basicamente resolver os problemas anteriores de produção de TPO por polimerização direta, deseja-se uma melhoria destes métodos.

(Documento patente 1) JP-A-57-63310 (Reivindicações)

5 (Documento patente 2) JP-A-57-63311 (Reivindicações)

(Documento patente 3) JP-A-63-3010 (Reivindicações)

(Documento patente 4) JP-A-1-315406 (Reivindicações)

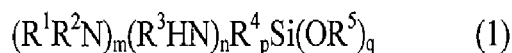
(Documento patente 5) WO 2004-16662 (Reivindicações)

Portanto, um objetivo da presente invenção é fornecer um
10 componente de catalisador e um catalisador para polimerização de olefinas capazes de manter excelentemente a estereorregularidade e rendimento de um polímero e capazes de produzir polímeros de olefinas tendo uma alta vazão de massa fundida com uma dada quantidade de hidrogênio (excelente resposta a hidrogênio), e um processo para a produção um polímero de olefina usando os
15 componentes de catalisador ou o catalisador.

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

Nesta vista da situação, os inventores conduziram estudos extensos. Conseqüentemente, os inventores observaram que um catalisador para polimerização de olefina contendo um composto de aminossilano com
20 uma estrutura específica como um componente ativo, ou um catalisador formado de um componente de catalisador sólido contendo magnésio, titânio, um halogênio, e um composto doador de elétron, um composto de organoalumínio, e um composto de aminossilano tendo uma estrutura específica é adequado como um catalisador para polimerizar olefinas
25 comparado aos catalisadores gerais, e que o composto de aminossilano não era conhecido até o momento como um composto doador de elétron (um doador interno) de um componente de catalisador sólido ou um composto doador de elétron de um catalisador (um doador externo). Estas observações fizeram com que a presente invenção fosse completa.

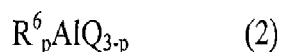
Especificamente, a presente invenção fornece um componente de catalisador para polimerização de olefina apresentado pela seguinte fórmula (1),



em que m é um número inteiro de 0, 1, ou 2, n e q são números inteiros de 1 a 3, e p é um número inteiro de 0, 1, ou 2, em que $m + n + p + q = 4$, quando $m=0$, $q=1$ e $p=3-n$; R^1 , R^2 e R^3 individualmente representam um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 20 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado destes, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada um dos quais pode conter um heteroátomo, em que R^1 e R^2 podem ser ligar para formar um anel; R^4 individualmente representa um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 20 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado deste, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada um dos quais pode conter um heteroátomo, e, quando $m=0$, $n=1$, e $q=1$, dois R^4 s podem ser ligar para formar um anel; e R^5 individualmente representa um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 12 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado deste, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada um dos quais pode conter um heteroátomo.

A presente invenção também fornece um catalisador para polimerização de olefina compreendendo os componentes de catalisador mencionado anteriormente para polimerização de olefina.

A presente invenção adicionalmente fornece um catalisador para polimerização de olefinas compreendendo (A) um componente de catalisador sólido contendo magnésio, titânio, um halogênio, e um composto doador de elétron, (B) um composto de organoalumínio da seguinte fórmula (2),



em que R^6 representa um grupo alquila tendo 1 a 4 átomos de carbono, Q

representa um átomo de hidrogênio ou um átomo de halogênio, e p representa um número real que satisfaz a fórmula $0 < p \leq 3$, e (C) os componentes de catalisador mencionado anteriormente para polimerização de olefina,

Além disso, a presente invenção fornece um processo para a produção um polímero de olefina, em que polimerização da olefina é realizada na presença do catalisador para polimerização de olefina.

DESCRIÇÃO RESUMIDA DOS DESENHOS

A figura 1 é um fluxograma que mostra um processo para preparar os componentes de catalisador e catalisador de polimerização da presente invenção.

MELHOR MODO DE REALIZAR A INVENÇÃO

Os componentes de catalisador para polimerização de olefina da presente invenção é o composto de aminossilano apresentado pela fórmula (1) mencionada anteriormente. O catalisador para polimerização de olefina da presente invenção contém o composto de aminossilano apresentado pela fórmula (1) mencionada anteriormente como um componente efetivo. Especificamente, o composto de aminossilano pode ser usado como um doador de elétron (doador interno) composto dos componentes de catalisador sólido, que é um componente essencial do catalisador de polimerização de olefina, e um composto doador de elétron (doador externo) do catalisador de polimerização de olefina.

O composto de aminossilano apresentado pela fórmula anterior (1) é um composto tendo um átomo de nitrogênio diretamente ligado a um átomo de silício. Como exemplos do heteroátomo da fórmula (1), um átomo de oxigênio, um átomo de nitrogênio, um átomo de enxofre, e um átomo de silício podem ser dados. Como exemplos do derivado do grupo cicloalquila, um grupo cicloalquila tendo um substituinte, tais como um grupo ciclopentila substituído por alquila, um grupo ciclo-hexila substituído por alquila, e um grupo ciclo-heptila substituído por alquila podem ser dados.

R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1) são grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 10 átomos de carbono ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono, com grupos particularmente preferíveis sendo grupo alquila linear ou ramificados tendo 1 a 8 átomos de carbono ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. Como o grupo R^1R^2N produzido pela formação do anel de R^1 e R^2 , um grupo peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^4 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 10 átomos de carbono ou um grupo cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono, com grupos particularmente preferíveis sendo um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 8 átomos de carbono ou um grupo cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. R^5 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 6 átomos de carbono, com um grupo particularmente preferível sendo um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 4 átomos de carbono.

Os grupos dos compostos apresentados pela fórmula (1) particularmente incluem um grupo em que $m=n=p=q=1$ (um primeiro grupo do composto), um grupo em que $m=0$, $n=1$, $p=2$, e $q=1$ (um segundo grupo do composto), um grupo em que $m=0$, $n=3$, $p=0$, e $q=1$ (um terceiro grupo do composto), um grupo em que $m=1$, $n=1$, $p=0$, $q=2$ (um quarto grupo do composto), um grupo em que $m=1$, $n=2$, $p=0$, e $q=1$ (um quinto grupo do composto), um grupo em que $m=2$, $n=1$, $p=0$, e $q=1$ (um sexto grupo do composto), um grupo em que $m=1$, $n=2$, $p=0$, e $q=1$ (um sétimo grupo do composto), um grupo em que $m=0$, $n=1$, $p=1$, e $q=2$ (um oitavo grupo do composto), um grupo em que $m=0$, $n=2$, $p=1$, e $q=1$ (um nono grupo do composto), um grupo em que $m=0$, $n=1$, $p=0$, e $q=3$ (um décimo grupo do composto), e um grupo em que $m=0$, $n=2$, $p=0$, e $q=2$ (um décimo primeiro grupo do composto). Entre estes, o primeiro ao nono grupo dos compostos são preferíveis.

Como exemplos do primeiro grupo do composto, um

alquil(dialquilamino)(alquilamino)alcoxissilano, um cicloalquil
 (dialquilamino)(alquilamino)alcoxissilano, um vinil(dialquilamino)
 (alquilamino)alcoxissilano, um alil(dialquilamino) (alquilamino)alcoxissilano,
 um aralquil(dialquilamino)(alquilamino) alcoxissilano, e um
 5 dialquil(alquilamino)alcoxissilano podem ser dados. Destes, um
 alquil(dialquilamino)(alquilamino)alcoxissilano é preferível.

No primeiro grupo do composto, R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1)
 são grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 8 átomos de
 carbono ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. Como o grupo
 10 R^1R^2N produzido pela formação do anel de R^1 e R^2 , um grupo
 peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^4 é um
 grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 8 átomos de carbono
 ou um grupo cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. R^5 é um grupo
 alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono,
 15 particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um grupo propila.

Como exemplos preferíveis específicos do composto no
 primeiro grupo do composto, (peridroisoquinolino)(metilamino)
 etilmetoxissilano, (etilamino)(dietilamino)(metóxi) vinilsilano,
 (etilamino)(dimetilamino)(etóxi)ciclopentilsilano, (etilamino)(dietilamino)
 20 (etóxi) isopropilsilano, (etilamino)(dimetilamino)(metóxi)texilsilano,
 (etilamino)(dimetilamino)(etóxi)vinilsilano, e (etilamino)(dietilamino)
 (etóxi)-p-metoxifenilsilano podem ser dados.

Como exemplos do segundo grupo composto, um
 dialquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um alquilcicloalquil(alquilamino)
 25 alcoxissilano, um alquilcicloalquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um
 dicicloalquil(alquilamino)alcoxissilano, um dicicloalquil(cicloalquilamino)
 alcoxissilano, um divinil(alquilamino)alcoxissilano, um
 alquilalil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilalil(cicloalquilamino)
 alcoxissilano, um cicloalquilalil(alquilamino)alcoxissilano, um

cicloalquilalil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um dialil(alquilamino)alcoxissilano, um dialil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um alquilaralquil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilaralquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um cicloalquilaralquil(alquilamino)alcoxissilano, um cicloalquilaralquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um diaralquil(alquilamino)alcoxissilano, um diaralquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um dialquenil(alquilamino)alcoxissilano, um dicicloalquenil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilalquenil(alquilamino)alcoxissilano, um cicloalquilalquenil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilcicloalquenil(alquilamino)alcoxissilano, e um cicloalquilcicloalquenil(alquilamino)alcoxissilano podem ser dados. Destes, um dialquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um alquilcicloalquil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilcicloalquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um dicicloalquil(alquilamino)alcoxissilano, e um dicicloalquil(cicloalquilamino)alcoxissilano são preferíveis.

Como exemplos do composto formado pela formação do anel de dois R^4 s da fórmula (1), um 1-(alquilamino)-1-(alcóxi)silacicloalcano, um 1-(cicloalquilamino)-1-(alcóxi)silacicloalcano, um silacicloalcano substituído por 1-(alquilamino)-1-(alcóxi)monoalquila, um silacicloalcano substituído por 1-(alquilamino)-1-(alcóxi)dialquila, um silacicloalcano substituído por 1-(cicloalquilamino)-1-(alcóxi)monoalquila, e um silacicloalcano substituído por 1-(cicloalquilamino)-1-(alcóxi)dialquila podem ser dados.

No segundo grupo do composto, R^3 na fórmula (1) é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 8 átomos de carbono ou um grupo cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. R^4 é grupo alquila linear ou ramificado substituído ou não substituído preferível tendo 1 a 12 átomos de carbono ou um grupo cicloalquila substituído ou não substituído tendo 5 a 8 átomos de carbono. R^5 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono, particularmente um grupo metila, um grupo

etila, ou um n-grupo propila.

Como exemplos preferíveis específicos do composto do segundo grupo do composto, dicitlopentil(metilamino)metoxissilano, dicitlopentil(etilamino)metoxissilano, diisopropil(metilamino)etoxissilano, 5 ciclo-hexilmetil(etilamino)etoxissilano, ciclo-hexilmetil(metilamino)metoxissilano, t-butiletal(metilamino)metoxissilano, t-butilmetil(etilamino)etoxissilano, t-butilmetil(etilamino)metoxissilano, dicitlohexil(etilamino)metoxissilano, di-t-butil(metilamino)metoxissilano, diisopropil(n-propilamino)metoxissilano, fenilmetil(metilamino) 10 metoxissilano, diisopropil(etilamino)n-propoxissilano, p-metoxifenilmetil(etilamino) etoxissilano, texilmetil(etilamino)metoxissilano, didecaidronafil(etilamino)metoxissilano, tris(n-decilamino)metoxissilano, (etilamino)(metóxi)-2,5-dimetilsilaciclopentano, (etilamino)(metóxi)-2,6-dimetilsilaciclohexano, benziletal(etilamino)etoxissilano, e 15 fenilvinil(etilamino)metoxissilano podem ser dados.

Como exemplos do composto do terceiro grupo do composto, um tri(alquilamino)alcoxissilano, um tri(cicloalquilamino)alcoxissilano, um di(alquilamino)(cicloalquilamino)alcoxissilano, e (alquilamino)di(cicloalquilamino)alcoxissilano podem ser dados. Destes, um 20 tri(alquilamino)alcoxissilano e um tri(cicloalquilamino)alcoxissilano são preferíveis.

No terceiro grupo do composto, R^3 na fórmula (1) é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 10, particularmente 1 a 6, átomos de carbono, ou um grupo cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. 25 R^5 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono, particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um n-grupo propila.

Como os exemplos preferíveis específicos do composto do terceiro grupo do composto, tris(etilamino)metoxissilano,

tris(isopropilamino)etoxissilano, tris(ciclopentilamino)metoxissilano,
 tris(ciclo-hexilamino)metoxissilano, bis(t-butilamino)(metilamino)metoxissilano,
 butilamino)(metilamino)metoxissilano, (t-butilamino)(metilamino)
 (etilamino)metoxissilano, bis(ciclo-hexilamino)(etilamino)etoxissilano,
 5 bis(isobutilamino)(metilamino)propoxissilano, tris(n-decilamino)
 metoxissilano, tris(etilamino)t-butoxissilano, e tris(etilamino)ciclo-
 hexoxissilano podem ser dados.

Como exemplos do composto of o quarto grupo do composto,
 um (dialquilamino)(alquilamino)dialcoxissilano, um (alquilcicloalquilamino)
 10 (alquilamino)dialcoxissilano, e um (dicicloalquilamino)(alquilamino)
 dialcoxissilano podem ser dados.

No quarto grupo do composto, R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1) são
 grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 8, particularmente
 1 a 6, átomos de carbono, ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de
 15 carbono. Como o grupo R^1R^2N produzido pela formação do anel de R^1 e R^2 ,
 um grupo peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^3
 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de
 carbono, particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um n-grupo
 propila.

20 Como exemplos preferíveis específicos do composto of o
 quarto grupo do composto, (di-t-butilamino)(etilamino)dietoxissilano,
 (ciclopentilamino)(difenilamino)dimetoxissilano, e (benzilamino)
 (diisopropilamino)dietoxissilano podem ser dados.

Como exemplos do composto of o quinto grupo do composto,
 25 um (dialquilamino)di(alquilamino)alcoxissilano, um
 (alquilcicloalquilamino)di(alquilamino)alcoxissilano, e um
 (dicicloalquilamino)di(alquilamino)alcoxissilano podem ser dados. Destes,
 um (dialquilamino)di(alquilamino)alcoxissilano é preferível.

No quinto grupo do composto, R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1) são

grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 8, particularmente 1 a 6, átomos de carbono, ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. Como o grupo R^1R^2N produzido pela formação do anel de R^1 e R^2 , um grupo peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^5 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono, particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um n-grupo propila.

Como exemplos preferíveis específicos do composto of o quinto grupo do composto, (di-t-butilamino)(t-butilamino) (etilamino)metoxissilano e bis(etilamino)(dietilamino)etoxissilano podem ser dados.

Como exemplos do composto do sexto grupo do composto, um (dialquilamino)(alquilamino)alcoxissilano, um di(alquilocicloalquilamino)(alquilamino)alcoxissilano, e um di(dicicloalquilamino)(alquilamino)alcoxissilano podem ser dados.

No sexto grupo do composto, R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1) são grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 8, particularmente 1 a 6, átomos de carbono, ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. Como o grupo R^1R^2N produzido pela formação do anel de R^1 e R^2 , um grupo peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^5 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono, particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um grupo n-propila.

Como exemplos preferíveis específicos do composto do sexto grupo do composto, bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano, bis(peridroisoquinolino)(etilamino)metoxissilano, bis(dietilamino)(etilamino)metoxissilano, e bis(dietilamino)(etilamino) n-butoxissilano podem ser dados.

Como exemplos do composto do sétimo grupo do composto, um (dialquilamino)di(alquilamino)alcoxissilano, um

(alquilocicloalquilamino)(alquilamino)(cicloalquilamino)alcoxissilano, e um (dialquilamino)di(cicloalquilamino)alcoxissilano podem ser dados.

No sétimo grupo do composto, R^1 , R^2 e R^3 na fórmula (1) são grupos alquila lineares ou ramificados preferíveis tendo 1 a 8, particularmente 1 a 6, átomos de carbono, ou grupos cicloalquila tendo 5 a 8 átomos de carbono. Como o grupo R^1R^2N produzido pela formação de anel de R^1 e R^2 , um grupo peridroquinolina e um grupo peridroisoquinolina são preferíveis. R^3 é um grupo alquila linear ou ramificado preferível tendo 1 a 4 átomos de carbono, particularmente um grupo metila, um grupo etila, ou um grupo n-propila.

Como exemplos do composto do sétimo grupo do composto, bis(etilamino)(difetilamino)etoxissilano e similares podem ser dados.

Como exemplos do composto do oitavo grupo do composto, um alquil(alquilamino)dialcoxissilano e um cicloalquil(alquilamino)dialcoxissilano podem ser dados. Como exemplos específicos do composto do oitavo grupo do composto, t-butil(etilamino)dietoxissilano, ciclo-hexil(etilamino)dimetoxissilano, etil(t-butilamino)dimetoxissilano, e etil(t-butilamino)dietoxissilano podem ser dados. Como exemplos do composto do nono grupo do composto, alquildi(alquilamino)alcoxissilano, um cicloalquildi(alquilamino)alcoxissilano, um alquildi(cicloalquilamino)alcoxissilano, um alquil(alquilamino)(cicloalquilamino)alcoxissilano, um alquildi(alquilamino)alcoxissilano, e um aralquildi(alquilamino)alcoxissilano podem ser dados. Como exemplos específicos do composto do nono grupo do composto, bis(etilamino)sec-butilmetoxissilano e bis(etilamino)ciclopentilmetoxissilano podem ser dados. Como exemplos do composto do décimo grupo do composto, um (alquilamino)trialcoxissilano e um (cicloalquilamino)trialcoxissilano podem ser dados. Como exemplos do composto do décimo primeiro grupo do composto, um

di(alquilamino)dialcoxissilano, um (alquilamino)(cicloalquilamino) dialcoxissilano, e um di(cicloalquilamino)dialcoxissilano podem ser dados.

Estes compostos podem ser sintetizados por um método de síntese geral, tais como um método de troca de cloro, um método usando um composto de organolítio, ou um método usando um reagente de Grignard, ou por combinação destes métodos. Também é possível produzir estes compostos sintetizando um intermediário sintético, tal como tetraquis(alquilamino)silano e reagindo o intermediário sintético com vários tipos de álcoois ou fenóis em condições específicas.

Além do composto de aminossilano da fórmula (1) descrito anteriormente, o catalisador para polimerização de olefina da presente invenção pode incluir um componente de catalisador sólido (A) (daqui em diante pode ser simplesmente referido como "componente (A)") e um composto de organoalumínio. Um componente geral de catalisador sólido (A) e composto de organoalumínio podem ser usados.

Entre os componentes do catalisador para polimerização de olefina da presente invenção, o componente (A), que compreende magnésio, titânio, um halogênio, e um composto doador de elétron, podem ser obtidos fazendo com que (a) um composto de magnésio, (b) um composto de halogênio e titânio tetravalente, e (c) um composto doador de elétron entrem em contato um com o outro.

Como exemplos do composto de magnésio (daqui em diante simplesmente referido como "componente (A)" de tempos em tempos), um dialeto de magnésio, um dialquilmagnésio, um aleteo de alquilmagnésio, um dialcoximagnésio, um diariloximagnésio, um haleto de alcoximagnésio, e um ácido graxo de magnésio podem ser dados. Entre estes composto de magnésios, um dialeto de magnésio, uma mistura de dialeto de magnésio e dialcóxi magnésio, e um dialcóxi magnésio é preferível, e um dialcóxi magnésio é particularmente preferível. Como exemplos específicos, dimetóxi

magnésio, dietóxi magnésio, dipropóxi magnésio, dibutóxi magnésio, etoximetóxi magnésio, etoxipropóxi magnésio, e butoxietóxi magnésio podem ser dados. Dietoximagnésio é particularmente preferível.

5 Também, este dialcoximagnésio pode ser obtido reagindo magnésio metálico com um álcool na presença de um composto de metal orgânico contendo halogênio ou similares. O dialcoximagnésio pode ser usado sozinho ou em combinação com dois ou mais.

10 O composto dialcoximagnésio usado é preferivelmente na forma de grânulos ou um pó e tanto amorfos quanto esféricos em configuração. Por exemplo, quando um dialcoximagnésio esférico é usado, um polímero pó tendo uma melhor forma de partícula e uma distribuição de tamanho de partícula mais estreita pode ser obtido. Isto melhora a operabilidade de manuseio do polímero pó produzido durante a operação de polimerização e elimina problemas, tais como entupimento no filtro ou
15 similares no dispositivo de separação do polímero causado por partículas finas contidas no polímero pó produzido.

O dialcóxi magnésio esférico não precisa necessariamente ser completamente esférico, mas pode ter a forma oval ou de batata. Especificamente, as partículas podem ter uma razão (L/W) do diâmetro do eixo principal (L) para o diâmetro do eixo secundário (W) normalmente de 3
20 ou menos, preferivelmente de 1 a 2, e mais preferivelmente de 1 a 1,5.

Dialcóxi de magnésio com um tamanho de partícula médio de 1 a 200 μm pode ser usado. Um tamanho de partícula médio mais preferível é 5 a 150 μm . No caso de dialcóxi magnésio esférico, o tamanho de partícula médio é normalmente de 1 a 100 μm , preferivelmente de 5 a 50 μm , e mais
25 preferivelmente de 10 a 40 μm . Um pó tendo uma distribuição de tamanho de partícula estreita com um pequeno teor de pó fino e pó não refinado é preferivelmente usado. Especificamente, o teor de partículas com um diâmetro de 5 μm ou menos deve ser 20% ou menos, e preferivelmente 10%

ou menos. Por outro lado, o teor de partículas com um diâmetro de 100 µm ou mais deve ser 10% ou menos, e preferivelmente 5% ou menos. Além disso, a distribuição do tamanho de partícula apresentado por (D90/D10), em que D90 é um tamanho de partícula de 90% do tamanho de partícula integrado e D 10
5 é um tamanho de partícula de 10% do tamanho de partícula integrado, é 3 ou menos, e preferivelmente 2 ou menos.

Métodos para produzir tal dialcoximagnésio esférico são descritos em, por exemplo, JP-A-58-4132, JP-A-62-51633, JP-A-3-74341, JP-A-4-368391, e JP-A-8-73388.

10 O composto de haleto de titânio tetravalente (b) (daqui em diante referido de tempos em tempos como "componente (b)") usado para a preparação do componente (A) na presente invenção é um ou mais compostos selecionados do grupo que consiste em um haleto de titânio ou alcóxialeto de titânio apresentados pela fórmula $Ti(OR^7)_mX_{4-m}$, em que R^7 representa um
15 grupo alquila tendo 1 a 4 átomos de carbono, X representa um átomo de halogênio, e n representa um número inteiro que satisfaz a fórmula $0 \leq m \leq 4$.

Exemplos específicos incluem, como haletos de titânio, tetrahaletos de titânio, tais como tetracloreto de titânio, tetrabrometo de titânio, e tetraiodeto de titânio e, como alcóxialetos de titânio, tricloreto de
20 metoxititânio, trocloreto de etoxititânio, tricloreto de propoxititânio, tricloreto de n-butoxititânio, dicloreto de dimetoxititânio, dicloreto de dietoxititânio, dicloreto de dipropoxititânio, dicloreto de di-n-butoxititânio, cloreto de trimetoxititânio, cloreto de trietoxititânio, cloreto de tripropoxititânio, e cloreto de tri-n-butóxi titânio. Destes, tetrahaletos de titânio são preferíveis,
25 com tetracloreto de titânio sendo particularmente preferível. Estes compostos de titânio podem ser usados tanto individualmente quanto em combinação com dois ou mais.

O composto doador de elétron (daqui em diante referido de tempos em tempos como "componente (c)") usado para preparar os

componentes de catalisador sólido (A) é um composto orgânico contendo um átomo de oxigênio ou um átomo de nitrogênio. Álcoois, fenóis, éteres, ésteres, cetonas, haletos ácidos, aldeídos, aminas, amidas, nitrilas, isocianatos, e compostos de organossilício contendo uma ligação Si-O-C ou uma ligação Si-N-C podem ser dados como exemplos.

Como exemplos específicos, álcoois, tais como metanol, etanol, n-propanol, 2-etilexanol; fenóis, tais como fenol e cresol; éteres, tais como éter dimetílico, éter dietílico, éter dipropílico, éter dibutílico, éter diamílico, éter difenílico, 9,9-bis(metoximetil)fluoreno, 2-isopropil-2-isopentil-1,3-dimetoxipropano, 2,2-diisobutil-1,3-dimetoxipropano, 2,2-diciclohexil-1,3-dimetoxipropano, 2,2-bis(ciclo-hexilmetil)-1,3-dimetoxipropano, 2-ciclo-hexil-2-isopropil-1,3-dimetoxipropano, 2-isopropil-2-sec-butil-1,3-dimetoxipropano, 2,2-difenil-1,3-dimetoxipropano, e 2-ciclopentil-2-isopropil-1,3-dimetoxipropano; ésteres do ácido monocarboxílico, tais como formato de metila, acetato de etila, acetato de vinila, acetato de propila, acetato de octila, acetato de ciclo-hexila, propionato de etila, butilato de etila, benzoato de etila, benzoato de propila, benzoato de butila, benzoato de octila, benzoato de ciclo-hexila, benzoato de fenila, p-toluato de metila, p-toluato de etila, anisato de metila, e anisato de etila; ésteres de ácido dicarboxílico, tais como malonato de dietila, malonato de dipropila, malonato de dibutila, malonato de diisobutila, malonato de dipentila, malonato de dineopentila, isopropilbromomalonato de dietila, butilbromomalonato de dietila, diisobutilbromomalonato de dietila, diisopropilmalonato de dietila, dibutilmalonato de dietila, diisobutilmalonato de dietila, diisopentilmalonato de dietila, isopropilbutilmalonato de dietila, isopropilisopentilmalonato de dietila, bis(3-cloro-n-propil)malonato de dietila, bis(3-bromo-n-propil)malonato de dietila, maleato de dietila, maleato de dibutila, adipato de dietila, adipato de dietila, adipato de dipropila, adipato de dibutila, adipato de diisodecila, adipato de dioctila, diésteres de ácido ftálico, e derivados de

diéster de ácido ftálico; cetonas, tais como acetona, metil etil cetona, metil butil cetona, acetofenona, e benzofenona; cloretos ácidos, tais como dicloreto de ácido ftálico e dicloreto de ácido tereftálico; aldeídos, tais como acetaldeído, propilaldeído, octilaldeído, e benzaldeído; aminas, tais como metilamina, etilamina, tributilamina, piperidina, anilina, e piridina; amidas, tais como amida ácida de olefina e amida de ácido esteárico; nitrilas, tais como acetonitrila, benzonitrila, e tolilnitrila; isocianatos, tais como isocianato de metila e isocianato de etila; composto de organossilícios contendo uma ligação Si-O-C, tais como fenilalcoxissilano, alquilalcoxissilano, fenilalquilalcoxissilano, cicloalquilalcoxissilano, e cicloalquilalquilalcoxissilano, e composto de organossilícios tendo uma ligação Si-N-C, tal como um aminoalcoxissilano apresentado pela fórmula mencionada anteriormente (1), bis(alquilamino)dialcoxissilano, bis(cicloalquilamino)dialcoxissilano, alquil(alquilamino)dialcoxissilano, dialquilaminotrialcoxissilano, e cicloalquilaminotrialcoxissilano podem ser dados. Como exemplos específicos do composto aminoalcoxissilano da fórmula anterior (1), os mesmos compostos mencionados anteriormente podem ser dados.

Entre os compostos doadores de elétron anteriores, os ésteres, particularmente diésteres de ácido dicarboxílico aromático, são preferivelmente usados. Diéster de ácido ftálico e derivados de diéster de ácido ftálico são compostos ideais. Exemplos específicos do diéster de ácido ftálico incluem os seguintes compostos: ftalato de dimetila, ftalato de dietila, ftalato de di-n-propila, ftalato de diisopropila, ftalato de di-n-butila, ftalato de diisobutila, ftalato de etil(metila), ftalato de metil(isopropila), ftalato de etil(n-propila), ftalato de etil(n-butila), ftalato de etil(isobutila), ftalato de di-n-pentila, ftalato de diisopentila, ftalato de dineopentila, ftalato de diexila, ftalato de di-n-heptila, ftalato de di-n-octila, ftalato de bis(2,2-dimetilexila), ftalato de bis(2-etilexila), ftalato de di-n-nonilal, ftalato de diisodécila, ftalato

de bis(2,2-dimetileptila), ftalato de n-butyl(isoexila), ftalato de n-butyl(2-etilexila), ftalato de n-pentil(hexila), ftalato de n-pentil(isoexila), ftalato de isopentil(heptila), ftalato de n-pentil(2-etilexila), ftalato de n-pentil(isononila), ftalato de isopentil(n-decila), ftalato de n-pentil(undecila), ftalato de isopentil(isoexila), ftalato de n-hexil(2,2-dimetilexila), ftalato de n-hexil(isononila), ftalato de n-hexil(n-decila), ftalato de n-heptil(2-etilexila), ftalato de n-heptil(isononila), ftalato de n-heptil(neodecila), e ftalato de 2-etilexil(isononila). Um ou mais destes compostos podem ser usados.

Como exemplos dos derivados de diéster de ácido ftálico, compostos em que um ou dois átomos de hidrogênio no anel benzeno ao qual os dois grupos éster da ligação diésteres ftálicos são substituídos com um grupo alquila tendo 1 a 5 átomos de carbono ou um átomo de halogênio, tais como um átomo de cloro, um átomo de bromo, e um átomo de flúor podem ser dados. Os componentes de catalisador sólido preparados usando os derivados de diéster de ácido ftálico como um composto doador de elétron podem particularmente contribuir para um aumento da vazão de massa fundida com uma dada quantidade de hidrogênio aumentando a resposta a hidrogênio, isto é, pode aumentar a vazão de massa fundida do polímero usando a mesma ou menor quantidade de hidrogênio durante a polimerização.

Como exemplos específicos, 4-metilftalato de dineopentila, 4-etilftalato de dineopentila, 4,5-dimetilftalato de dineopentila, 4,5-dietilftalato de dineopentila, 4-cloroftalato de dietila, 4-cloroftalato de di-n-butila, 4-cloroftalato de dineopentila, 4-cloroftalato de diisobutila, 4-cloroftalato de diisoexila, 4-cloroftalato de diisooctila, 4-bromoftalato de dietila, 4-bromoftalato de di-n-butila, 4-bromoftalato de dineopentila, 4-bromoftalato de diisobutila, 4-bromoftalato de diisoexila, 4-bromoftalato de diisooctila, 4,5-dicloroftalato de dietila, 4,5-dicloroftalato de di-n-butila, 4,5-dicloroftalato de diisoexila, e 4,5-dicloroftalato de diisooctila podem ser dados. Entre estes, 4-bromoftalato de dineopentila, 4-bromoftalato de di-n-

butila e 4-bromoftalato de diisobutila são preferíveis.

Os compostos de éster anteriores também são preferivelmente usados em combinação com dois ou mais. Neste caso, os ésteres são preferivelmente combinados de maneira tal que os átomos de carbono totais no grupo alquila possuídos por um éster podem diferir em quatro ou mais dos possuídos por um outro éster.

O componente (a) da presente invenção podem ser preferivelmente preparados fazendo com que os componentes anteriores (a), (b), e (c) entrem em contato um com o outro na presença de um composto hidrocarboneto aromático (d) (daqui em diante pode ser simplesmente referido como "componente (d)"). Compostos de hidrocarboneto aromático com um ponto de ebulição de 50°C a 150°C, tais como tolueno, xileno, e etilbenzeno são preferivelmente usados como os componentes (d). Estes hidrocarbonetos aromáticos podem ser usados tanto individualmente quanto em combinação com dois ou mais.

Como um método preferível para preparar o componente (A) da presente invenção, um método de preparar um líquido em suspensão do componente (A), o componente (C), e o composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição de 50 a 150°C, fazendo com que este líquido em suspensão entre em contato com uma solução mista preparada a partir do componente (B) e dos componentes (d), e reagir a mistura pode ser dado.

Na preparação dos componentes de catalisador sólido (A) da presente invenção, além dos componentes anteriores, um polissiloxano (daqui em diante pode ser simplesmente referido como "componente (e)") pode ser preferivelmente usado para melhorar a estereorregularidade ou cristalinidade do polímero formado e para reduzir a quantidade de partículas de polímero finas. Polissiloxanos são polímeros tendo uma ligação siloxano (ligação -Si-O) na cadeia principal e são, em geral, referidos como óleo de silicone. Os polissiloxanos usados na presente invenção são polissiloxanos estruturados

em cadeia, parcialmente hidrogenados, cíclicos ou modificados que são líquidos ou viscosos a temperatura normal com uma viscosidade a 25°C na faixa de 0,02 a 100 s/cm² (2 a 10.000 cSt).

Como exemplos dos polissiloxanos estruturados em cadeia, dimetilpolissiloxano e metilfenilpolissiloxano podem ser dados; como
5 exemplos dos polissiloxanos parcialmente hidrogenados, metil hidrogênio polissiloxanos com um grau de hidrogenação de 10 a 80% podem ser dados; como exemplos dos polissiloxanos cíclicos, hexametilciclotrissiloxano, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano, 2,4,6-
10 trimetilciclotrissiloxano, e 2,4,6,8-tetrametilciclotetrasiloxano podem ser dados; como exemplos do polissiloxano modificado, dimetilsiloxano substituído por grupo ácido graxo superior, dimetilsiloxano substituído por grupo epóxi e dimetilsiloxano substituído por grupo polioxilquileno podem ser dados. Destes, decametilciclopentasiloxano e dimetilpolissiloxano são
15 preferíveis, com decametilciclopentasiloxano sendo particularmente preferível.

O componente (A) na presente invenção é preparado colocando os componentes anteriores (A), (b), e (c), e, como requerido, o componente (D) ou componente (e) em contato um com o outro. O método de
20 preparar o componente (A) é descrito a seguir em detalhe. Um exemplo específico do método para preparar o componente (A) compreende suspender o composto de magnésio (A) em um álcool, um solvente de hidrocarboneto halogenado, o haleto de titânio tetravalente (b), ou o composto hidrocarboneto aromático (d), e colocando o composto doador de elétron (c) tais como um
25 diéster de ácido ftálico e/ou o haleto de titânio tetravalente (b) em contato com a suspensão. Neste método, o componente (A) na forma de partículas esféricas com uma distribuição do tamanho de partícula acentuada podem ser obtidos usando um composto de magnésio esférico. um componente (A) como este na forma de partículas esféricas com uma distribuição do tamanho

de partícula acentuada também pode ser obtida sem usar um composto de magnésio esférico se as partículas forem formadas por um método de secagem por aspersão em que uma solução ou um líquido em suspensão é aspergido e seco usando um jateador, por exemplo.

5 Estes componentes são colocados em contato um com o outro em um vaso equipado com um agitador em uma atmosfera de gás inerte a partir da qual água e similares foram removidos com agitação. A temperatura de contato, que é uma temperatura na qual estes componentes são colocados em contato um com o outro, pode tanto ser a mesma quanto diferente da
10 temperatura de reação. Quando os componentes são colocados em contato um com o outro agitando para preparar a mistura ou são dispersos ou suspensos para um tratamento de desnaturação, os componentes podem ser agitados em uma temperatura relativamente baixa em torno da temperatura ambiente. Uma temperatura em uma faixa de 40 a 130°C é preferível para obter o produto
15 reagindo depois do contato. A reação não continua suficientemente em uma temperatura de reação abaixo de 40°C, resultando em um componente de catalisador sólido com propriedades inadequadas. Por outro lado, o controle da reação se torna difícil em uma temperatura acima de 130°C em virtude da vaporização do solvente e similares. O tempo de reação é um minuto ou mais,
20 preferivelmente dez minutos ou mais, e ainda mais preferivelmente 30 minutos ou mais.

 Como processos preferíveis para preparar o componente (A) da presente invenção, um processo compreendendo suspender o componente (A) nos componentes (d), colocar a suspensão resultante em contato com o
25 componente (B), então o componente (C) e componente (d), e fazer com que estes componentes reajam; e um processo compreendendo suspender o componente (A) nos componentes (d), colocar o líquido em suspensão resultante em contato com o componente (C), então o componente (B), e fazer com que estes componentes reajam podem ser dados. O componente (A)

assim preparado pode ser colocado em contato com o componente (B) ou o componente (B) e (c) uma ou duas ou mais vezes para melhorar o desempenho do último componente de catalisador sólido. Esta etapa de contato é preferivelmente realizada na presença do hidrocarboneto aromático (d).

Como um método para preparar o componente (A) da presente invenção preferível, um método de preparar um líquido em suspensão do componente (A), o componente (C), e o composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição de 50 a 150°C, colocando este líquido em suspensão em contato com uma solução misturada do componente (B) e os componentes (d), e reagir a mistura podem ser dados.

Como um exemplo preferível do método para preparar o componente (A), o seguinte método pode ser dado. Uma suspensão é preparada a partir do componente (A) anterior, componente (c), e um composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição de 50 a 150°C. Uma solução misturada é preparada a partir do componente anterior (c) e o composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição de 50 a 150°C. O líquido em suspensão descrito anteriormente é adicionado a esta solução. A mistura resultante é aquecida e reage (uma reação primária). Depois da reação, o produto sólido é lavado com um composto hidrocarboneto que é líquido a temperatura normal para obter um produto sólido. Além disso, um componente adicional (b) e o composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição de 50 a 150°C podem ser colocados em contato com o produto sólido lavado a uma temperatura de -20 a 100°C. A temperatura é aumentada para reagir a mistura (uma reação secundária), e depois da reação, a mistura de reação é lavada com um composto hidrocarboneto, que é líquido a temperatura normal, uma a dez vezes para obter o componente (A).

Com base na descrição, um processo particularmente

preferível para preparar os componentes de catalisador sólido (A) compreende suspender o composto dialcoximagnésio (A) no composto hidrocarboneto aromático (d) com um ponto de ebulição na faixa de 50-150°C, colocando o haleto de titânio tetravalente (b) em contato com a suspensão, e reagir a
5 mistura. Neste caso, um ou mais compostos doadores de elétron (c) tal como diéster de ácido ftálico são colocados em contato com o líquido em suspensão a uma temperatura de -20 a 130°C, tanto antes quanto depois de o composto de haleto de titânio tetravalente (b) ser colocado em contato, então opcionalmente, o componente (e) é colocado em contato e reage para obter
10 um produto sólido (1). Neste caso, deseja-se realizar uma reação de envelhecimento em baixa temperatura tanto antes quanto depois que um ou mais compostos doadores de elétron anteriores são colocados em contato com o líquido em suspensão. Depois da lavagem o produto sólido (1) com um composto hidrocarboneto que é líquido a temperatura normal (lavagem
15 intermediária), o haleto de titânio tetravalente (b) é novamente colocado em contato e reage com o produto sólido (1) na presença de o composto hidrocarboneto aromático a uma temperatura de -20 a 100°C para obter um produto de reação sólido (2). Conforme requerido, a lavagem intermediária e a reação podem ser adicionalmente repetidas várias vezes. Subseqüentemente,
20 o produto sólido (2) é lavado com um composto hidrocarboneto líquido decantando a temperatura normal para obter os componentes de catalisador sólido (A).

A razão dos componentes usados para a preparação dos componentes de catalisador sólido (A) não podem ser genericamente
25 definidos, em virtude de tal razão variar de acordo com o método de preparação empregado. Por exemplo, o haleto de titânio tetravalente (b) é usado em uma quantidade de 0,5 a 100 mol, preferivelmente de 0,5 a 50 mol, ainda mais preferivelmente de 1 a 10 mol; o composto doador de elétron (c) é usado em uma quantidade de 0,01 a 10 mol, preferivelmente de 0,01 a 1 mol,

e ainda mais preferivelmente de 0,02 a 0,6 mol; o composto hidrocarboneto aromático (d) é usado em uma quantidade de 0,001 a 500 mol, preferivelmente de 0,001 a 100 mol, e ainda mais preferivelmente de 0,005 a 10 mol; e o polissiloxano (e) é usado em uma quantidade de 0,01 a 100 g, preferivelmente de 0,05 a 80 g, e ainda mais preferivelmente de 1 a 50 g, para um mol do composto de magnésio (A).

Embora não existam limitações específicas das quantidades de átomos de titânio, magnésio, halogênio, e doadores de elétron nos componentes de catalisador sólido (A), o teor de titânio é de 0,5 a 8,0% em peso, preferivelmente de 1,0 a 8,0% em peso, e ainda mais preferivelmente de 2,0 a 8,0% em peso; o teor de magnésio é de 10 a 70% em peso, preferivelmente de 10 a 50% em peso, mais preferivelmente de 15 a 40% em peso, e de forma particularmente preferível de 15 a 25% em peso; o teor de átomo de halogênios é de 20 a 90% em peso, preferivelmente de 30 a 85% em peso, mais preferivelmente de 40 a 80% em peso, e de forma particularmente preferível de 45 a 75% em peso; e a quantidade total de compostos doadores de elétron é de 0,5 a 30% em peso, preferivelmente de 1 a 25% em peso, e de forma particularmente preferível de 2 a 20% em peso.

Qualquer um dos compostos apresentados pela fórmula anterior (2) pode ser usado sem nenhuma limitação específica como o composto de organoalumínio (B) (daqui em diante referido de tempos em tempos simplesmente como "componente (B)") para preparar o catalisador para a polimerização de olefinas da presente invenção. Na fórmula anterior (2), R6 é preferivelmente um grupo etila ou um grupo isobutila; Q é preferivelmente um átomo de hidrogênio, um átomo de cloro, ou um átomo de bromo; e p é preferivelmente 2 ou 3, e de forma particularmente preferível 3. Como exemplos específicos de um composto de organoalumínio (B) como este, trietilalumínio, cloreto de dietilalumínio, triisobutilalumínio, brometo de dietilalumínio, e hidreto de dietilalumínio podem ser dados. Estes compostos

podem ser usados tanto individualmente quanto em combinação com dois ou mais. Trietilalumínio e triisobutilalumínio são preferivelmente usados.

Os compostos apresentados pela fórmula anterior (1) podem ser dados como o composto de aminossilano (C) (daqui em diante pode ser referido de tempos em tempos como "componente (C)") que pode ser usado para preparar o catalisador para polimerização de olefina da presente invenção. Exemplos específicos incluem os compostos mencionados anteriormente.

Além dos componentes anteriores, um composto de organossilício a não ser o composto de aminossilano descrito anteriormente (daqui em diante pode ser simplesmente referido como "componente (D)") pode ser usado para preparar o catalisador para polimerização de olefina da presente invenção. Como exemplos do composto de organossilício (D), um tetraalcoxissilano, um alquilalcoxissilano, um alquil(cicloalquil)alcoxissilano, um cicloalquilalcoxissilano, um fenilalcoxissilano, um alquil(fenil)alcoxissilano, um alquil(alquilamino)alcoxissilano, um alquilaminoalcoxissilano, um cicloalquil(alquilamino)alcoxissilano, um alquil(cicloalquilamino)alcoxissilano, um aminoalcoxissilano policíclico, e um alquil(amino policíclico)alcoxissilano podem ser dados.

Exemplos específicos do composto de organossilício (D) incluem tetrametoxissilano, tetraetoxissilano, trietoxiclorossilano, dietoxidiclorossilano, di-n-propildimetoxissilano, diisopropildimetoxissilano, di-n-butildimetoxissilano, di-n-butildietoxissilano, t-butil(metil)dimetoxissilano, t-butil(etil)dimetoxissilano, diciclohexildimetoxissilano, ciclo-hexil(metil)dimetoxissilano, diciclopentildimetoxissilano, ciclopentil(metil)diétoxissilano, ciclopentil(etil)dimetoxissilano, ciclopentil(ciclo-hexil)dimetoxissilano, 3-metilciclohexil(ciclopentil)dimetoxissilano, 4-metilciclohexil(ciclopentil)dimetoxissilano, 3,5-dimetilciclohexil(ciclopentil)dimetoxissilano,

bis(dietilamino)dimetoxissilano, bis(di-n-propilamino)dimetoxissilano, bis(di-
 n-butilamino)dimetoxissilano, bis(di-t-butilamino)dimetoxissilano,
 bis(diciclopentilamino)dimetoxissilano, bis(diciclo-hexilamino)
 dimetoxissilano, bis(di-2-metilciclo-hexilamino)dimetoxissilano,
 5 bis(peridroisoquinolino)dimetoxissilano, bis(peridroquinolino)
 imetoxissilano, bis(etil-n-propilamino)dimetoxissilano,
 bis(etilisopropilamino)dimetoxissilano, bis(etil-n-butilamino)dimetoxissilano,
 bis(etilisobutilamino)dimetoxissilano, bis(etil-t-butilamino)dimetoxissilano,
 bis(isobutil-n-propilamino)dimetoxissilano, bis(etilciclopentilamino)
 10 dimetoxissilano, bis(etilciclo-hexilamino)dimetoxissilano, etil(dietilamino)
 dimetoxissilano, n-propil(diisopropilamino)dimetoxissilano, isopropil(di-t-
 butilamino)dimetoxissilano, ciclo-hexil(dietilamino)dimetoxissilano, etil(di-t-
 butilamino)dimetoxissilano, etil(peridroisoquinolino)dimetoxissilano, n-
 propil(peridroisoquinolino)dimetoxissilano, isopropil(peridroisoquinolino)
 15 dimetoxissilano, n-butil(peridroisoquinolino)dimetoxissilano,
 etil(peridroquinolino)dimetoxissilano, n-propil(peridroquinolino)
 dimetoxissilano, isopropil(peridroquinolino)dimetoxissilano, n-
 butil(peridroquinolino)dimetoxissilano, bis(dietilamino)dietoxissilano, bis(di-
 n-propilamino)dietoxissilano, bis(di-n-butilamino)dietoxissilano, bis(di-t-
 20 butilamino)dietoxissilano, bis(diciclopentilamino)dietoxissilano, bis(diciclo-
 hexilamino)dietoxissilano, bis(di-2-metilciclo-hexilamino)dietoxissilano,
 bis(diperidroisoquinolino)dietoxissilano, bis(diperidroquinolino)
 dietoxissilano, bis(etil-n-propilamino)dietoxissilano,
 bis(etilisopropilamino)dietoxissilano, bis(etil-n-butilamino)dietoxissilano,
 25 bis(etil-isobutilamino)dietoxissilano, bis(etil-t-butilamino)dietoxissilano,
 bis(isobutil-n-propilamino)dietoxissilano, bis(etilciclopentilamino)
 dietoxissilano, bis(etilciclo-hexilamino)dietoxissilano, n-
 propil(diisopropilamino)dietoxissilano, etil(peridroisoquinolino)
 dietoxissilano, n-propil(peridroisoquinolino)dietoxissilano,

isopropil(peridroisoquinolino)dietoxissilano, n-butil(peridroisoquinolino)dietoxissilano, etil(peridroquinolino)dietoxissilano, n-propil(peridroquinolino)dietoxissilano, isopropil(peridroquinolino)dietoxissilano, n-butil(peridroquinolino)dietoxissilano, thexiltrimetoxissilano, dietilaminotrimetoxissilano, di-n-propilaminotrimetoxissilano, di-n-butilaminotrimetoxissilano, di-t-butilaminotrimetoxissilano, diciclo-pentilamino-trimetoxissilano, diciclo-hexilaminotrimetoxissilano, di-2-metilciclo-hexilaminotrimetoxissilano, peridroisoquinolinotrimetoxissilano, peridroquinolinotrimetoxissilano, dietilaminotrietoxissilano, di-n-propilaminotrietoxissilano, di-n-butilaminotrietoxissilano, etil-t-butilaminotrietoxissilano, etil-sec-butilaminotrietoxissilano, diciclo-pentilaminotrietoxissilano, diciclo-hexilaminotrietoxissilano, di-2-metilciclo-hexilaminotrietoxissilano, peridroisoquinolinotrietoxissilano, peridroquinolinotrietoxissilano, bis(t-butilamino)dimetoxissilano, bis(ciclo-hexilamino)dimetoxissilano, bis(t-butilamino)dietoxissilano, bis(ciclo-hexilamino)dietoxissilano, trivinilmetsilano, e tetravinil silano. Estes compostos podem ser usados tanto individualmente quanto em combinação com dois ou mais como o composto de organossilício (D).

De acordo com o processo para produzir polímero de olefinas da presente invenção, olefinas são polimerizadas ou copolimerizadas por copolimerização aleatória ou em bloco na presença do catalisador para polimerização de olefina da presente invenção. As olefinas, tais como etileno, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil- 1-penteno e vinil ciclo-hexano, podem ser usadas tanto individualmente quanto em combinação com dois ou mais. Destes, etileno, propileno, e 1-buteno podem ser adequadamente usados. Uma olefina particularmente preferível é propileno. Propileno pode ser copolimerizado com outras olefinas. Como as olefinas a serem copolimerizadas, etileno, 1-buteno, 1-penteno, 4-metil- 1-penteno, vinil ciclo-hexano, e similares podem ser usados tanto individualmente quanto em

combinação com dois ou mais. Destes, etileno e 1-buteno podem ser adequadamente usados. Como o método para copolimerizar propileno com outras olefinas, copolimerização aleatória de polimerização de propileno com uma pequena quantidade de etileno como um comonômero em uma etapa, e
5 copolimerização em bloco de propileno-etileno de polimerização somente de propileno em uma primeira etapa (vaso de primeira polimerização) e copolimerização do propileno e etileno em uma segunda etapa (vaso de segunda polimerização) ou mais etapas (vaso de múltiplos estágios de polimerização) são métodos típicos. O catalisador da presente invenção
10 compreendendo o componente (A), componente (B); e componente (C) é efetivo tanto na copolimerização aleatória quanto na copolimerização em bloco para melhorar a atividade catalítica, estereorregularidade, e/ou resposta a hidrogênio, desempenho de copolimerização e propriedades de copolímeros resultantes.

15 Além dos componentes de catalisador (C), o componente descrito anteriormente (D) pode ser usado. Os componentes (C) e (D) podem ser usados tanto como uma mistura quanto separadamente em um vaso de polimerização de múltiplos estágios da copolimerização em bloco. Um composto doador de elétron conhecido, tais como um álcool, gás oxigênio, ou
20 uma cetona pode ser adicionado no sistema de reação de polimerização de maneira a prevenir a formação de gel em um produto acabado, particularmente na troca de homopolimerização de propileno para a copolimerização em bloco. Como exemplos específicos do álcool, álcool etílico e álcool isopropílico podem ser dados. Estes álcoois são usados em
25 uma quantidade de 0,01 a 10 mol, e preferivelmente 0,1 a 2 mol, para um mol do componente (B).

A razão de cada componente usado não é especificamente limitada visto que uma razão como esta não influencia o efeito da presente invenção. Normalmente, o componente (B) é usado em uma quantidade de 1 a

2.000 mol, e preferivelmente 50 a 1.000 mol por um mol de átomo de titânio no componente (A). O componente (C) é usado em uma quantidade de 0,002 a 10 mol, preferivelmente 0,01 a 2 mol, e de forma particularmente preferível 0,1 a 0,5 mol por um mol do componente (B). Se o componente (D) for usado em combinação, a quantidade é 0,002 a 10 mol, preferivelmente 0,01 a 2 mol, e de forma particularmente preferível 0,01 a 0,5 mol por um mol do componente (B), e na quantidade de 0,001 a 10 mol, preferivelmente 0,01 a 10 mol, e de forma particularmente preferível 0,01 a 2 mol por um mol do componente (C).

10 Embora a ordem de colocar estes componentes em contato seja opcional, deseja-se primeiramente adicionar o composto de organoalumínio (B) ao sistema de polimerização, em seguida colocar o composto amino silano (C) ou uma mistura dos componentes (C) e (D) em contato com o composto de organoalumínio (B), ou colocar o componente (C) e componente (D) em uma ordem opcional em contato com o composto de organoalumínio (B) e colocar os componentes de catalisador sólido (A) em contato com a mistura resultante. Um método de formar um catalisador adicionando o composto de organoalumínio (B) ao sistema de polimerização, separadamente colocando o componente (A) em contato com o componente (C) ou os componentes (C) e (D), e alimentar componente (A) e componente (C) ou os componentes (C) e (D) em contato no sistema de polimerização também é uma modalidade preferível. É adicionalmente possível melhorar a resposta a hidrogênio do catalisador e propriedades cristalinas do polímero resultante usando uma mistura do componente (A) com o componente (B) ou o componente (C), e o componente (D) previamente colocados em contato.

Na presente invenção, polimerização pode ser realizada tanto na presença quanto na ausência de um solvente orgânico. Monômeros de olefina, tal como propileno podem ser usados tanto em um estado gasoso quanto em um estado líquido. A reação de polimerização é preferivelmente

realizada a uma temperatura de 200°C ou menos, e preferivelmente a 150°C ou menos, em uma pressão de 10 MPa ou menos, e preferivelmente 6 MPa ou menos. Tanto um sistema de polimerização contínuo quanto um sistema de polimerização em lotes podem ser usados para a reação de polimerização.

- 5 Além do mais, a polimerização pode ser finalizada tanto em uma etapa quanto em duas ou mais etapas.

Na polimerização de olefinas usando o catalisador formado a partir do componente (A), componente (B), e componente (C) (daqui em diante pode ser referido de tempos em tempos como "polimerização principal"),
10 deseja-se preliminarmente polimerizar as olefinas antes da polimerização principal para adicionalmente melhorar a atividade do catalisador, estereorregularidade, as propriedades das partículas do polímero resultante e similares. Além das olefinas usadas na polimerização principal, monômeros, tal como estireno, podem ser usadas na polimerização preliminar. Especificamente, depois de colocar o componente (A) em contato
15 com o componente (B) e/ou o componente (C) na presença de olefinas para preliminarmente polimerizar 0,1 a 100 g das poliolefinas para 1 g do componente (A), o componente (B) e/ou o componente (C) são adicionalmente colocados em contato para formar o catalisador. No caso onde
20 o componente (D) é usado em combinação, é possível colocar o componente (A) em contato com o componente (B) e (D) na presença de olefinas durante a polimerização preliminar e usar o componente (C) durante a polimerização principal.

Embora a ordem de colocar os componentes e monômeros em
25 contato com a polimerização preliminar seja arbitrária, deseja-se primeiro adicionar o componente (B) ao sistema de polimerização preliminar em um gás inerte ou em uma atmosfera de um gás a ser polimerizado, tal como propileno, colocá-lo em contato com o componente (C) e/ou o componente (D), e então com o componente (A), e então colocar uma olefina, tal como

propileno e/ou uma ou mais olefinas em contato com a mistura. Embora não seja especificamente limitada, a temperatura da polimerização preliminar é de -10°C a 70°C , e preferivelmente de 0°C a 50°C .

A polimerização de olefinas na presença do catalisador de polimerização de olefina da presente invenção pode produzir polímeros de olefinas tendo estereorregularidade do polímero maior e melhor resposta a hidrogênio que a polimerização usando um catalisador conhecido. Além do mais, dependendo da estrutura do componente (C), a atividade catalítica e estereorregularidade são melhoradas quando comparadas ao caso em que um catalisador comumente usado é usado. Especificamente, quando o catalisador da presente invenção é usado para polimerização de olefinas, confirmou-se que a resposta a hidrogênio é melhor mantendo ao mesmo tempo alta estereorregularidade dependendo da estrutura do componente (C). Além do mais, confirmou-se que o efeito de melhoria na atividade catalítica e estereorregularidade pode ser promovido usando o componente (C) com uma estrutura apropriada.

A presente invenção será descrita em mais detalhe pelos exemplos, que não devem ser considerados como limitantes da presente invenção.

20 Exemplo 1

<Síntese de composto de aminossilano 1>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 70 mL de uma solução de THF contendo 0,1 mol de metilamina em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 50 mL de uma solução de hexano contendo 0,1 mol de BuLi foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de amina usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas, obtendo desta forma uma lama de sal de Mg de metilamina. Um frasco de três

gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 80 mL de uma solução de tolueno contendo 0,1 mol de bis(peridroisoquinolino)dimetoxissilano sintetizado por um método comum em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C. A
5 lama mencionada anteriormente de sal de Li de metilamina foram lentamente adicionados à solução de tolueno usando um injetor. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 60°C por cinco horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 20 mL de tolueno.

10 A solução de lavagem foi adicionada à porção líquida. O solvente foi evaporado a baixa pressão da porção líquida e o produto principal de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste de C: 65,30% (65,70%), H: 10,52%
15 (10,75%), N: 11,39% (11,49%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 2

<Síntese de composto de aminossilano 2>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi
20 suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 70 mL de uma solução de tolueno contendo 0,1 mol de di-t-butilamina em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 50 mL de uma solução de éter diisopropílico contendo 0,1 mol de BuMgCl foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de amina usando um funil de gotejamento.
25 Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas, obtendo desta forma uma lama de sal de Mg de di-t-butilamina. Uma lama de sal de Mg de di-t-butilamina e metilamina foi obtida no mesmo método de síntese. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 70 mL de uma

solução de tolueno contendo 0,05 mol de tetrametoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Uma lama de sal de Mg contendo 0,05 mol de di-t-butilamina foi adicionada à solução de tolueno em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. A

5. mistura reagiu a 60°C por três horas e então resfriada para -10°C . Uma lama de sal de Mg contendo di-t-butilamina equimolar foram lentamente adicionados gota-a-gota em uma corrente de nitrogênio. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 60°C e reagiu por três horas. A mistura foi resfriada até -10°C . Uma lama de sal de Mg contendo metilamina equimolar foi

10 adicionada, aquecida para 60°C , e reagiu por cinco horas da mesma maneira. Depois da reação, o sólido produzido foi separado do líquido em uma corrente de nitrogênio por um método de centrifugação. O sólido foi lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. A solução de lavagem foi adicionada à porção líquida. O solvente foi evaporado a baixa pressão da porção líquida e o produto

15 principal de (di-t-butilamino)(t-butilamino)(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 59,30% (59,35%), H: 12,32% (12,29%), N: 13,49% (13,84%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

20 Exemplo 3

<Síntese de composto de aminossilano 3>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,1 mol de peridroisoquinolina. A solução foi

25 resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,1 mol de butil lítio, que foi preparada diluindo solução de hexano comercialmente disponível de butil lítio com hexano, foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de tolueno a -10°C em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi

gradualmente aquecida e reagiu a 60°C por duas horas, obtendo desta forma uma lama de sal de lítio de peridroisoquinolina. Sal de Mg contendo 0,1 mol de metilamina foi preparado da mesma maneira que no exemplo 1. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de etiltrimetoxissilano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Uma lama de sal de lítio contendo 0,05 mol de peridroisoquinolina foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução resfriada usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 60°C e reagiu por quatro horas. Depois da reação, a mistura foi novamente resfriada para -10°C. Uma lama de sal de Mg contendo 0,05 mol de metilamina foram lentamente adicionados gota-a-gota à mistura resfriada em uma corrente de nitrogênio. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 70°C e reagiu por cinco horas. Depois da reação, o sólido produzido foi separado em uma corrente de nitrogênio por um método de centrifugação. O sólido foi lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. A solução de lavagem foi adicionada à porção líquida. O solvente foi evaporado a baixa pressão da porção líquida e o produto principal de (peridroisoquinolino)(metilamino)etilmetoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 59,65% (60,88%), H: 11,12% (11,00%), N: 10,59% (10,92%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 4

<Síntese de composto de aminossilano 4>

Uma lama de sal de lítio contendo 0,1 mol de peridroisoquinolina foi sintetizada da mesma maneira que no exemplo 3. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 50 mL de uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de tetrametoxissilano. A solução foi resfriada até -

10°C com agitação. 30 mL de uma lama contendo 0,06 mol do sal de lítio sintetizado anteriormente de peridroisoquinolina foram lentamente adicionados gota-a-gota em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 70°C por cinco horas. A mistura foi resfriada até -10°C com agitação. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 40 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 40 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de butil lítio, que foi preparada diluindo solução de hexano comercialmente disponível de butil lítio com hexano, foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de THF. Depois da adição, a mistura reagiu a 40°C por duas horas, obtendo desta forma uma lama de sal de lítio de metilamina. Toda lama do sal de lítio de metilamina foram lentamente adicionados à mistura resfriada em uma corrente de nitrogênio com agitação. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 70°C e reagiu por cinco horas. Depois da reação, o sólido produzido foi separado em uma corrente de nitrogênio por um método de centrifugação. O sólido foi lavado duas vezes com 20 mL de tolueno.

A solução de lavagem foi adicionada à porção líquida separada. O solvente foi evaporado a baixa pressão da porção líquida e o produto principal de bis(peridroisoquinolino)(etilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 66,55% (66,44%), H: 10,45% (10,39%), N: 10,90% (11,07%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 5

<Síntese de composto de aminossilano 5>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 50 mL de uma

solução de tolueno contendo 0,1 mol de dietilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 50 mL de uma solução de éter diisopropílico contendo 0,1 mol de BuMgCl foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de etilamina usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a

5 mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas, obtendo desta forma uma lama de sal de Mg de etilamina. Uma lama de sal de Mg contendo 0,1 mol de dietilamina foi obtida da mesma maneira. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05

10 mol de tetraetoxissilano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama do sal de Mg de etilamina preparada anteriormente foram lentamente adicionados à solução usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 60°C e reagiu por três horas. Depois da reação, a mistura foi resfriada até -10°C com agitação. Uma lama de sal de Mg

15 contendo 0,05 mol de dietilamina foi adicionada gota-a-gota à mistura da mesma maneira. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 70°C por quatro horas. Depois da reação, o sólido produzido foi separado do líquido em uma corrente de nitrogênio por um método de centrifugação. O sólido foi lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. A

20 solução de lavagem foi adicionada ao líquido. O solvente foi evaporado a baixa pressão da solução e o produto principal de bis(etilamino)(dietilamino)etoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 51,55% (51,45%), H: 11,45% (11,66%), N: 17,90%

25 (18,00%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 6

<Síntese de composto de aminossilano 6>

120 mL de uma lama de sal de Mg contendo 0,1 mol de di-*t*-butilamina foi obtida da mesma maneira que no exemplo 2. 70 mL de uma

lama de sal de Mg contendo 0,05 mol de etilamina foi obtida da mesma maneira que no exemplo 5. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de tetraetoxissilano. A
5 solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma lama de sal de Mg contendo 0,05 mol de di-t-butilamina foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução resfriada em uma corrente de nitrogênio. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 60°C por três horas. Depois da reação, a lama da mistura foi resfriada até -10°C . 70 mL de uma lama de sal
10 de Mg contendo 0,05 mol de etilamina foram lentamente adicionados gota-a-gota à lama da mistura em uma corrente de nitrogênio. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 70°C por cinco horas. Depois da reação, o sólido produzido foi separado do líquido em uma corrente de nitrogênio por um método de centrifugação. O sólido foi lavado duas vezes
15 com 20 mL de tolueno. A solução de lavagem foi adicionada ao líquido. O solvente foi evaporado a baixa pressão da solução e o produto principal de (di-t-butilamino)(etilamino)diétoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 57,75% (57,88%), H: 11,65% (11,80%), N: 9,55%
20 (9,64%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 7

<Preparação de componente de catalisador sólido 1 >

Frasco de fundo redondo de 2.000 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás
25 nitrogênio, foi carregado com 150 g de dietoximagnésio e 750 mL de tolueno para preparar uma suspensão. O líquido em suspensão foi adicionado a uma solução de 450 mL de tolueno e 300 mL de tetracloreto de titânio previamente carregada em um outro frasco de fundo redondo de 2.000 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por

gás nitrogênio. O líquido em suspensão reagiu a 5°C por uma hora. Depois da adição de 22,5 mL de ftalato de n-butila, a mistura foi aquecida para 100°C e reagiu por duas horas com agitação. Depois da reação, a mistura de reação resultante foi lavada quatro vezes com 1.300 mL de tolueno a 80°C. 1.200 mL de tolueno e 300 mL de tetracloreto de titânio foram adicionados ao produto lavado e a mistura foi aquecida para 110°C e reagiu por duas horas com agitação. A lavagem intermediária e o tratamento secundário foram repetidos mais uma vez. A mistura de reação resultante foi lavada sete vezes com 1.300 mL de heptano a 40°C, filtrada e seca para obter um componente de catalisador sólido na forma de um pó. Observou-se que o teor de titânio no componente sólido medido foi 3,1% em peso.

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

Uma autoclave de 2,0 L equipada com um agitador, da qual a atmosfera interna foi completamente substituída por gás nitrogênio, foi carregada com 1,32 mmol de trietilalumínio, 0,13 mmol de iso(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 1, e o componente de catalisador sólido anterior em uma quantidade, em termos do átomo de titânio contido nele, de 0,0026 mmol, formando desta forma um catalisador de polimerização. Então, com a adição de 41 de gás hidrogênio e 1,41 de propileno liquidificado, polimerização preliminar foi realizada por cinco minutos a 20°C, depois do que o produto da polimerização preliminar foi aquecido e polimerização foi realizada por uma hora a 70°C. A atividade do catalisador, densidade de volume (BD, g/mL), componentes insolúveis em heptano (HI,% em peso), e vazão de massa fundida do polímero resultante foram medidos. A vazão de massa fundida foi indicada pelo índice de vazão (MI, g-pp/10 minutos) de acordo com ASTM. A distribuição do peso molecular do polímero foi medida. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

A atividade do catalisador que indica a quantidade do polímero

formado (F) g por 1 g de componente de catalisador sólido por uma hora de polimerização foi calculada pela seguinte fórmula.

Atividade do catalisador = polímero formado (F) g/componente de catalisador sólido g/uma hora

O polímero foi continuamente extraído com n-heptano fervido por seis horas. Um polímero insolúvel em n-heptano (G) foi seco e o peso foi medido. A razão do heptano insolúvel (HI,% em peso) no polímero foi calculada pela seguinte fórmula.

$$\text{HI (\% em peso)} = (\text{G}) \text{ g}/(\text{F}) \text{ g} \times 100$$

Um índice de fusão (MI) que indica a vazão de massa fundida do polímero foi medido de acordo com ASTM D 1238 e JIS K 7210.

Uma distribuição do peso molecular do polímero foi avaliada pela razão de M_w/M_n , o peso molecular médio pesado (M_w) e o valor do peso molecular médio (M_n) medidos nas seguintes condições usando cromatografia de fracionamento transversal (CFC) ("CFC T 150B" produzido por Mitsubishi Chemical Corporation).

Solvente: o-diclorobenzeno (ODCB)
 Temperatura: 140°C (SEC)
 Coluna: Shodex GPC UT 806M
 Concentração da amostra: 4 g/litro-ODCB (200 mg/50mL-ODCB)
 Quantidade adicionada: 0,5 mL
 Vazão: 1,0 mL/min
 Faixa medida: 0 a 140°C

Exemplo 8

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (di-t-butilamino)(t-butilamino)(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 2 em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão

apresentados na tabela 1.

Exemplo 9

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (peridroisoquinolino)(metilamino)etilmetoxissilano obtido no exemplo 3 em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo 10

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado bis(peridroisoquinolino)(etilamino)metoxissilano obtido no exemplo 4 em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo 11

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado bis(etilamino)(dietilamino)etoxissilano obtido no exemplo 5 em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo 12

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (di-t-butilamino)(etilamino)dietoxissilano obtido no exemplo 6 em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo 13

<Preparação de componente de catalisador sólido 2>

Um frasco de fundo redondo de 500 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio, foi carregado com 4,76 g de cloreto de magnésio anidro, 25 mL de decano, e 23,4 mL de álcool 2-etilhexílico. A mistura reagiu a 130°C por duas horas, obtendo desta forma uma solução homogênea. 1,11 g de anidrido de ácido ftálico foi adicionado à solução homogênea e reagiu a 130°C por uma

hora. A solução de reação resultante foi adicionada gota-a-gota durante uma hora a 200 mL de tetracloreto de titânio mantido a -20°C em um outro frasco de fundo redondo de 500 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio. Depois de aquecer a solução para 110°C durante quatro horas, 2,68 mL de ftalato de diisobutila foram adicionados e reagiram por duas horas. Depois da reação, o líquido foi removido por filtração e o sólido foi lavado com decano e hexano a 110°C até que nenhum composto de titânio livre fosse detectado. O sólido foi então filtrado e seco, obtendo desta forma um componente de catalisador sólido em uma forma de um pó. Observou-se que o teor de titânio nos componentes de catalisador sólido medido foi 3,1% em peso.

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

Um catalisador para polimerização foi preparado e a polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 2 obtidos anteriormente em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo 14

<Preparação de componente de catalisador sólido 3>

Um frasco de fundo redondo de 1.000 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio, foi carregado com 32 g de tiras de magnésio para reagente de Grignard. Uma solução misturada contendo 120 g de cloreto de butila e 500 mL de éter dibutílico foi adicionada gota-a-gota ao magnésio a 50°C durante quatro horas e reagiu a 60°C por uma hora. Depois da reação, a solução foi resfriada até temperatura ambiente, e o sólido foi removido por filtração para obter um composto de solução de magnésio. Um frasco de fundo redondo de 500 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio, foi carregado com 240 mL de

hexano, 5,4 g de tetrabutóxido de titânio, e 61,4 g de tetraetoxissilano para obter uma solução homogênea. 150 mL do composto de solução de magnésio foram adicionados gota-a-gota à solução homogênea e reagiram a 5°C por quatro horas. A mistura foi então agitada a temperatura ambiente por uma hora. A

5 mistura de reação resultante foi filtrada a temperatura ambiente para remover o líquido. O sólido foi lavado oito vezes com 240 mL de hexano, e seco a baixa pressão para obter um produto sólido. 8,6 g do produto sólido foi colocado em um frasco de fundo redondo de 100 mL equipado com um agitador, do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás

10 nitrogênio. 48 mL de tolueno e 5,8 mL de ftalato de diisobutila foram adicionalmente adicionados e reagiram a 95°C por uma hora. Depois de remover o líquido por filtração, o sólido foi lavado oito vezes com 85 mL de tolueno. Depois da lavagem, um frasco foi carregado com 21 mL de tolueno, 0,48 mL de ftalato de diisobutila, e 12,8 mL de tetracloreto de titânio. A

15 mistura reagiu a 95°C por oito horas. Depois da reação, o líquido foi separado do sólido a 95°C. O sólido foi lavado duas vezes com 48 mL de tolueno, e o tratamento mencionado anteriormente com a mistura de ftalato de diisobutila e tetracloreto de titânio foi repetida da mesma maneira. O sólido resultante foi então lavado oito vezes com 48 mL de hexano, filtrado e seco, obtendo desta

20 forma um componente de catalisador sólido em uma forma de um pó. Observou-se que o teor de titânio medido nos componentes de catalisador foi 2,1% em peso.

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

Um catalisador para polimerização foi preparado e

25 polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 3 obtidos anteriormente em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo comparativo 1

Um componente de catalisador sólido foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foi usado ciclo-hexilmetildimetoxissilano em vez de (peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo comparativo 2

Um componente de catalisador sólido foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foi usado bis(dietilamino)dimetoxissilano em vez de (peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo comparativo 3

Um componente de catalisador sólido foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foi usado diisopropilaminotrietoxissilano em vez de (peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Exemplo comparativo 4

Um componente de catalisador sólido foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 7, exceto que foi usado tris(dimetilamino)metoxissilano em vez de (peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1

		Atividade de polimerização -PP/- cat.	HI % em peso	BD /mL	MI /10 min	Mw/Mn
Exemplo	7	45.500	97,5	0,44	60	18
	8	58.600	98,2	0,44	100	15
	9	49.000	98,0	0,44	210	-
	10	48.800	97,3	0,44	180	17
	11	48.600	97,9	0,44	250	-
	12	46.800	97,5	0,44	180	15
	13	36.100	97,6	0,44	250	-
	14	48.900	98,1	0,44	190	-
Exemplo comparativo	1	47.100	97,2	0,44	17	7,3
	2	16.500	94,4	0,44	199	-
	3	30.900	97,7	0,44	40	-
	4	15.300	90,3	0,43	79	-

Exemplo 15

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado bis(dietilamino)(etilamino)etoxissilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. A atividade do catalisador, componentes insolúveis em heptano (HI), e vazão de massa fundida (MI) do polímero resultante foram medidos. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 16

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado bis(etilamino)(difenilamino)etoxissilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 17

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (etilamino)(dietilamino)metoxivinilsilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 18

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (etilamino)(dimetilamino)(etóxi)ciclopentilsilano em vez de

bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 19

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto
5 que foi usado (etilamino)(dietilamino)(etóxi)isopropilsilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 20

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto
10 que foi usado (etilamino)(dimetilamino)(metóxi)texilsilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 21

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto
15 que foi usado (etil amino)(dimetilamino)(etóxi)vinilsilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 22

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto
20 que foi usado (ciclopentilamino)(difenilamino)dimetoxissilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 23

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto
25 que foi usado (benzilamino)(diisopropilamino)dietoxissilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 24

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto

que foi usado bis(dietilamino)(etilamino)n-butoxissilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Exemplo 25

- 5 O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado (etilamino)(dimetilamino)(etóxi)p-metoxifenilsilano em vez de bis(peridroisoquinolino)(metilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2

		Atividade de polimerização -PP/ -cat.	HI % em peso	MI /10 min
	15	35.000	95,8	150
	16	40.100	94,3	250
	17	30.000	96,4	52
	18	31.000	96,2	160
	19	30.500	96,1	170
Exemplo	20	41.000	96,5	43
	21	36.000	95,7	150
	22	37.000	97,2	25
	23	32.000	92,1	160
	24	35.000	92,6	165
	25	28.000	93,5	140

10 Exemplo 26

<Síntese de composto de aminossilano 7>

- Tetraquis(etilamino)silano foi sintetizado por um método comum reagindo tetracloreto de silício e etilamina em uma quantidade de dez vezes mol de tetracloreto de silício em um solvente tolueno. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(etilamino)silano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 30 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de álcool metílico foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(etilamino)silano usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 40°C e reagiu por três horas. O solvente da mistura de reação foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de

tris(etilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 43,79% (43,94%), H: 11,01% (11,06%), N: 21,90% (21,96%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

5 Exemplo 27

<Síntese de composto de aminossilano 8>

Tetraquis(isopropilamino)silano foi sintetizado de acordo com o método apropriado reagindo tetracloreto de silício e isopropilamina em uma quantidade de dez vezes mol de tetracloreto de silício em um solvente
10 tolueno. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(isopropilamino)silano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 30 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de álcool etílico foram lentamente adicionados gota-a-gota
15 à solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(isopropilamino)silano usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 40°C e reagiu por duas horas. O solvente e similares da mistura de reação foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de tris(isopropilamino)etoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão.
20 Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto obtido consiste em C: 53,35% (53,39%), H: 11,78% (11,81%), N: 16,92% (16,98%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 28

<Síntese de composto de aminossilano 9>

25 Tetraquis(ciclopentilamino)silano foi sintetizado por um método comum reagindo tetracloreto de silício com ciclopentilamina e dimetilnilina em quantidades respectivamente de quatro vezes e cinco vezes mol de tetracloreto de silício em um solvente tolueno. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás

nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(ciclopentilamino)silano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 30 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de álcool metílico foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de THF
5 contendo 0,05 mol de tetraquis(ciclopentilamino)silano usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi aquecida para 40°C e reagiu por três horas. O solvente e similares da mistura de reação foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de tris(ciclopentilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise
10 elementar, observou-se que o composto obtido consiste em C: 61,55% (61,68%), H: 10,70% (10,68%), N: 13,42% (13,49%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 29

<Síntese de composto de aminossilano 10>

15 Tetraquis(ciclo-hexilamino)silano foi sintetizado por um método comum reagindo tetracloreto de silício e ciclo-hexilamina em uma quantidade dez vezes mol de tetracloreto de silício em um solvente tolueno e purificado por um método de recristalização. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi
20 carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(ciclo-hexilamino)silano. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 30 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de álcool metílico foram lentamente adicionados gota-a-gota à solução de THF contendo 0,05 mol de tetraquis(ciclo-hexilamino)silano usando um funil de gotejamento.
25 Depois da adição, a mistura foi aquecida para 40°C e reagiu por três horas. O solvente e similares da mistura reagida foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de tris(ciclo-hexilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 64,45% (64,53%), H: 11,10%

(11,12%), N: 11,86% (11,88%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 30

<Síntese de composto de aminossilano 11>

5 Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 80 mL de uma solução de tolueno contendo 0,12 mol de t-butilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução contendo 0,12 mol de n-BuMgCl foram lentamente adicionados à solução usando um funil de

10 gotejamento. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por uma hora, obtendo desta forma uma lama de um sal de magnésio de t-butilamina. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de tetrametoxissilano em uma atmosfera de gás nitrogênio.

15 O sistema foi resfriado para -10°C com agitação. A lama anterior de sal de magnésio de t-butilamina foi lentamente adicionada gota-a-gota à solução. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas. Uma solução preparada separadamente de 30 mL de tolueno contendo 0,06 mol de metilamina foi resfriada até -10°C. 50 mL de uma

20 solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi que foram preparados a partir de BuLi comercialmente disponível em uma solução de hexano foi adicionada gota-a-gota à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. A mistura reagiu a 40°C por duas horas para obter uma lama de sal de lítio de metilamina. A lama foi adicionada gota-a-gota à mistura de reação anterior resfriada para -10°C mencionada anteriormente. Depois da adição, a mistura

25 reagiu a 50°C por três horas. O sólido foi separado da solução por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado com 20 mL de tolueno. A solução de lavagem foi adicionada à solução. O solvente e similares foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de bis(t-

butilamino)(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 51,42% (51,45%), H: 11,61% (11,66%), N: 17,89% (18,00%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

5 Exemplo 31

<Síntese de composto de aminossilano 12>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 40 mL de uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de t-butilamina. A solução foi resfriada
10 até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução contendo 0,06 mol de n-BuMgCl foram lentamente adicionados à solução usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por uma hora, obtendo desta forma uma lama de um sal de magnésio de t-butilamina. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente
15 purgada com gás nitrogênio foi carregado com uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de tetrametoxissilano em uma atmosfera de gás nitrogênio. O sistema foi resfriado para -10°C com agitação. A lama de um sal de magnésio de t-butilamina foi lentamente adicionada gota-a-gota à solução. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por
20 duas horas. Esta mistura reagida é referida como mistura de reação (1). Em um frasco separado, 30 mL de tolueno contendo 0,06 mol de metilamina foram resfriados para -10°C. 50 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi, preparada a partir de uma solução de hexano comercialmente disponível de BuLi foram adicionados gota-a-gota usando um funil de
25 gotejamento. A mistura reagiu a 40°C por duas horas para obter uma lama de sal de lítio de metilamina. A lama foi adicionada gota-a-gota à mistura de reação (1) resfriada para -10°C mencionada anteriormente. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por três horas. Esta mistura reagida é referida como mistura de reação (2). 30 mL de tolueno contendo 0,06 mol de etilamina

foram resfriados para -10°C . 50 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi que foi preparada a partir de uma solução de hexano comercialmente disponível de BuLi foram adicionados gota-a-gota usando um funil de gotejamento. A mistura reagiu a 40°C por duas horas. Uma lama de sal de lítio de etilamina foi adicionada gota-a-gota ao sistema que é a mistura de reação (2) resfriada para -10°C mencionada anteriormente. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por três horas. O sólido foi separado da solução por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente e similares foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de (t-butilamino)(metilamino)(etilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 46,76% (46,79%), H: 11,23% (11,29%), N: 20,35% (20,46%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 32

<Síntese de composto de aminossilano 13>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 80 mL de uma solução de tolueno contendo 0,12 mol de ciclo-hexilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução contendo 0,12 mol de n-BuMgCl foram lentamente adicionados à solução usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por uma hora, obtendo desta forma uma lama de sal de magnésio de ciclo-hexilamina. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de tetraetoxissilano em uma atmosfera de gás nitrogênio. O sistema foi resfriado para -10°C com agitação. A lama de sal de magnésio de ciclo-hexilamina foi lentamente adicionada gota-a-gota à solução. Depois

da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas. Separadamente, 30 mL de tolueno contendo 0,06 mol de etilamina foram resfriados para -10°C. 50 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi que foi preparada a partir de uma solução de hexano comercialmente disponível de BuLi foram adicionados gota-a-gota usando um funil de gotejamento. A mistura reagiu a 40°C por duas horas para obter uma lama de sal de lítio de etilamina. A lama foi adicionada gota-a-gota à mistura de reação mencionada anteriormente resfriada para -10°C. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por três horas. O sólido foi separado da solução por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente e similares foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de bis(ciclohexilamino)(etilamino)etoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 61,25% (61,29%), H: 11,10% (11,25%), N: 13,25% (13,40%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 33

<Síntese de composto de aminossilano 14>

Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com 80 mL de uma solução de tolueno contendo 0,14 mol de isobutilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução contendo 0,14 mol de n-BuMgCl foram lentamente adicionados à solução usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por uma hora, obtendo desta forma uma lama de sal de magnésio de isobutilamina. Um frasco de três gargalos do qual a atmosfera interna foi suficientemente purgada com gás nitrogênio foi carregado com uma solução de tolueno contendo 0,07 mol de tetra-n-propoxissilano em uma atmosfera de gás nitrogênio. O sistema foi resfriado para -10°C com agitação. A lama de sal de

magnésio de isobutilamina foi lentamente adicionada gota-a-gota à solução. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas. Separadamente, 30 mL de tolueno contendo 0,07 mol de metilamina foram resfriados para -10°C. 50 mL de uma solução de hexano contendo 0,07 mol de BuLi que foi preparada a partir de uma solução de hexano comercialmente disponível de BuLi foram adicionados gota-a-gota usando um funil de gotejamento. A mistura reagiu a 40°C por duas horas para obter uma lama de sal de lítio de metilamina. A lama foi adicionada gota-a-gota ao sistema que é a mistura mencionada anteriormente resfriada para -10°C. Depois da adição, a mistura reagiu a 50°C por três horas. O sólido foi separado da solução por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 20 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente e similares foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de bis(isobutilamino)(etilamino)propoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 55.10% (55,12%), H: 11,92% (11,95%), N: 16,01% (16,07%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 34

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

O mesmo experimento que no exemplo 7 foi realizado, exceto que foi usado 0,13 mmol de tris(etilamino)metoxissilano obtido no exemplo 26 em vez de 0,13 mmol de bis(peridroisoquinolino)(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 35

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(isopropilamino)etoxissilano obtido no exemplo 27 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na

tabela 3.

Exemplo 36

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(ciclopentilamino)metoxissilano obtido no exemplo 5 28 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 37

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(ciclo-hexilamino)metoxissilano obtido no exemplo 10 29 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 38

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado bis(t-butilamino)(metilamino)metoxissilano obtido no 15 exemplo 30 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 39

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado (t-butilamino)(metilamino)(etilamino)metoxissilano 20 obtido no exemplo 31 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 40

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado bis(ciclo-hexilamino)(etilamino)etoxissilano obtido no 25 exemplo 32 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 41

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado bis(isobutilamino)(metilamino)propoxissilano obtido no

exemplo 33 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Exemplo 42

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

- 5 Um catalisador para polimerização foi preparado e a polimerização realizada da mesma maneira que no exemplo 34, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 2 obtidos anteriormente em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

10 Exemplo 43

<Preparação de catalisador de polimerização e polimerização>

- 15 Um catalisador para polimerização foi preparado e a polimerização realizada da mesma maneira que no exemplo 34, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 3 obtidos anteriormente em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 3.

Tabela 3

		Atividade de polimerização	HI (% em peso)	BD/mL	MI/10 min	Mw/Mn
	34	39.200	97,5	0,44	220	-
	35	41.600	96,2	0,44	280	-
	36	46.000	95,5	0,44	320	-
	37	47.800	95,1	0,44	520	-
	38	57.100	97,5	0,44	172	-
Exemplo	39	46.100	96,5	0,44	189	-
	40	36.100	97,0	0,44	200	-
	41	51.000	96,8	0,44	174	-
	42	20.500	96,2	0,43	230	-
	43	40.200	96,4	0,45	220	-

Exemplo 44

<Síntese de composto de aminossilano 15>

- 20 Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução contendo 0,05 mol de metilamina.

A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de dicitlopentildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de dicitlopentil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 63,34% (63,38%), H: 11,01% (11,08%), N: 6,10% (6,16%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

20 Exemplo 45

<Síntese de composto de aminossilano 16>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de BuMgCl foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de

tolueno contendo 0,06 mol de diisopropildietoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a

5 mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de diisopropil(metilamino)etoxissilano foi purificado por

10 destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 57,03% (57,08%), H: 12,18% (12,24%), N: 7,34% (7,40%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 46

15 <Síntese de composto de aminossilano 17>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de THF contendo 0,05 mol de etilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram

20 lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de ciclo-hexilmetildietoxissilano em uma corrente

25 de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de

nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de ciclo-hexilmetil(etilamino)etoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 61,23% (61,33%), H: 11,63% (11,70%), N: 6,44% (6,50%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 47

<Síntese de composto de aminossilano 18>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de BuMgCl foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de ciclo-hexilmetildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de ciclo-hexilmetil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 57,65% (57,70%), H: 11,10% (11,30%), N: 7,44% (7,48%), em que as porcentagens nos parênteses são

valores teóricos.

Exemplo 48

<Síntese de composto de aminosilano 19>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de t-butiletildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de t-butiletil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. O solvente e similares foram evaporados a baixa pressão e o produto principal de t-butiletil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 54,73% (54,80%), H: 12,00% (12,07%), N: 7,92% (7,99%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 49

<Síntese de composto de aminosilano 20>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente

substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de etilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de t-butilmetildietoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de t-butilmetil(etilamino)etoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 56,98% (57,08%), H: 12,20% (12,24%), N: 7,35% (7,40%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 50

<Síntese de composto de aminossilano 21>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de etilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna

foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de dicitlo-hexildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à
5 solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o
10 produto principal de dicitlo-hexil(etilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 66,65% (66,85%), H: 11,47% (11,59%), N: 5,12% (5,20%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

15 Exemplo 51

<Síntese de composto de aminossilano 22>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com
20 agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,06 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de
25 tolueno contendo 0,06 mol de di-t-butildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da

reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de di-t-butil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 59,00% (59,05%), H: 12,30% (12,39%), N: 6,81% (6,89%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 52

10 <Síntese de composto de aminossilano 23>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,05 mol de n-propilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de diisopropildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de diisopropil(n-propilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto

consiste em C: 59,00% (59,05%), H: 12,23% (12,39%), N: 6,61% (6,89%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

Exemplo 53

<Síntese de composto de aminossilano 24>

5 Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de metilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de um solução de THF contendo 0,06 mol de BuMgCl foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um
10 funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,06 mol de fenilmetildimetoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da
15 mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem
20 foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de fenilmetil(metilamino)metoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 59,59% (59,62%), H: 8,41% (8,34%), N: 7,61% (7,73%), em que as porcentagens nos parênteses são
25 valores teóricos.

Exemplo 54

<Síntese de composto de aminossilano 25>

Um frasco do qual a atmosfera interna foi suficientemente substituída por gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de um solução de

THF contendo 0,05 mol de etilamina. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. 60 mL de uma solução de hexano contendo 0,05 mol de BuLi foram lentamente adicionados à solução em uma corrente de nitrogênio usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por duas horas. Um outro frasco do qual a atmosfera interna foi purgada com gás nitrogênio foi carregado com 60 mL de uma solução de tolueno contendo 0,05 mol de diisopropildi-n-propoxissilano em uma corrente de nitrogênio. A solução foi resfriada até -10°C com agitação. Toda lama da mistura de reação sintetizada anteriormente foi lentamente adicionada à solução de tolueno usando um funil de gotejamento. Depois da adição, a mistura foi gradualmente aquecida e reagiu a 50°C por três horas. Depois da reação, o sólido foi separado do líquido por centrifugação em uma corrente de nitrogênio e lavado duas vezes com 10 mL de tolueno. O líquido da lavagem foi adicionado à solução. O solvente foi evaporado a baixa pressão e o produto principal de diisopropil(etilamino)n-propoxissilano foi purificado por destilação a baixa pressão. Como um resultado da análise elementar, observou-se que o composto consiste em C: 60,57% (60,77%), H: 12,43% (12,52%), N: 6,32% (6,44%), em que as porcentagens nos parênteses são valores teóricos.

20 Exemplo 55

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado dicitlopentil(etilamino)metoxissilano obtido no exemplo 44 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

25 Exemplo 56

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado diisopropil(metilamino)etoxissilano obtido no exemplo 45 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Exemplo 57

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado ciclo-hexilmetil(etilamino)etoxissilano obtido no exemplo 46 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão
5 apresentados na tabela 4.

Exemplo 58

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado ciclo-hexilmetil(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 47 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão
10 apresentados na tabela 4.

Exemplo 59

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado t-butiletil(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 48 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados
15 na tabela 4.

Exemplo 60

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado t-butilmetil(etilamino)etoxissilano obtido no exemplo 49 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na
20 tabela 4.

Exemplo 61

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado dicitlo-hexil(etilamino)metoxissilano obtido no exemplo 50 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados
25 na tabela 4.

Exemplo 62

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado di-t-butil(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 51 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados

na tabela 4.

Exemplo 63

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado diisopropil(n-propilamino)metoxissilano obtido no exemplo 52 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Exemplo 64

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado fenilmetil(metilamino)metoxissilano obtido no exemplo 53 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Exemplo 65

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado diisopropil(etilamino)n-propoxissilano obtido no exemplo 54 em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Exemplo 66

Um catalisador para polimerização foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 55, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 2 obtido no exemplo 13 em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Exemplo 67

Um catalisador para polimerização foi preparado e polimerização foi realizada da mesma maneira que no exemplo 55, exceto que foram usados os componentes de catalisador sólido 3 obtido no exemplo 14 em vez dos componentes de catalisador sólido 1. Os resultados estão apresentados na tabela 4.

Tabela 4

	Atividade de	HI	BD	MI	Mw/Mn
--	--------------	----	----	----	-------

		polimerização -PP/ -cat.	% em peso	ml	/10 min	
Exemplo	55	50.500	98,0	0,44	90	-
	56	48.600	97,8	0,44	120	-
	57	49.000	97,5	0,44	240	-
	58	52.800	95,1	0,44	96	-
	59	48.100	97,5	0,44	80	-
	60	45.800	97,5	0,44	180	-
	61	51.100	97,0	0,44	70	-
	62	48.900	98,1	0,44	90	-
	63	45.000	96,2	0,43	210	-
	64	48.200	97,4	0,45	96	-
	65	47.100	96,5	0,43	193	-
	66	21.500	97,2	0,44	230	7,3
	67	51.100	95,7	0,43	99	-

Exemplo 68

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado p-metoxifenilmetil(etilamino)etoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. A atividade do catalisador, componentes 5 insolúveis em heptano (HI), e índice de fusão (MI) do polímero resultante foram medidos. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 69

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado texilmetil(etilamino)metoxissilano em vez de 10 tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 70

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado didecaidronaftil(etilamino)metoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

15 Exemplo 71

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(n-decilamino)metoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 72

20 O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado (etilamino)(metóxi)-2,5-dimetilsilaciclopentano em vez

de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 73

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado (etilamino)(etóxi)-2,6-dimetilsilacilo-hexano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 74

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado benziletil(etilamino)etoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

10 Exemplo 75

O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado fenilvinil(etilamino)metoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 76

15 O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(etilamino)t-butoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Exemplo 77

20 O mesmo experimento que no exemplo 34 foi realizado, exceto que foi usado tris(etilamino)ciclo-hexoxissilano em vez de tris(etilamino)metoxissilano. Os resultados estão apresentados na tabela 5.

Tabela 5

		Atividade de polimerização -PP/ -cat.	HI(% em peso)	MI/ 10 min
Exemplo	68	32.000	96,2	78
	69	41.000	97,1	48
	70	27.000	96,3	45
	71	31.000	92,5	30
	72	42.000	97,8	52
	73	45.000	97,6	34
	74	36.000	96,3	85
	75	32.000	96,5	65
	76	26.000	94,8	120
	77	32.000	95,1	128

Pelos resultados anteriores, fica evidente que a polimerização

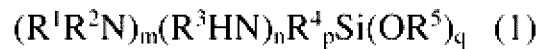
de propileno na presença do catalisador contendo o composto de aminossilano como um doador externo pode produzir um polímero de propileno com alta estereorregularidade em um alto rendimento e uma excelente resposta a hidrogênio. Também, a distribuição do peso molecular do polímero resultante
5 pode ser ampliada dependendo do composto de aminossilano.

APLICABILIDADE INDUSTRIAL

Um catalisador para polimerização de olefinas da presente invenção é capaz de manter maior estereorregularidade e rendimento de um polímero que o catalisador conhecido e é capaz de produzir polímeros de
10 olefina com uma alta vazão de massa fundida com uma dada quantidade de hidrogênio (excelente resposta a hidrogênio). Portanto, as poliolefinas gerais podem ser fornecidas a um baixo custo em virtude da menor quantidade de hidrogênio usada durante a polimerização e da alta atividade do catalisador. Também, espera-se que o catalisador seja usado para a produção de polímeros
15 de olefinas altamente funcionais.

REIVINDICAÇÕES

1. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, caracterizado pelo fato de que é apresentado pela seguinte fórmula (1),



5 m é um número inteiro de 0, 1, ou 2, n e q são números inteiros de 1 a 3, e p é um número inteiro de 0, 1, ou 2, em que $m + n + p + q = 4$, quando $m=0$, $q=1$ e $p=3-n$; R^1 , R^2 e R^3 individualmente representam um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 20 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado destes, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada
 10 um dos quais pode conter um heteroátomo, em que R^1 e R^2 podem ser ligar para formar um anel; R^4 individualmente representa um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 20 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado destes, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada um dos quais pode conter um heteroátomo, e, quando $m=0$, $n=1$, e $q=1$, dois
 15 R^4 s podem ser ligar para formar um anel; e R^5 individualmente representa um grupo alquila linear ou ramificado tendo 1 a 12 átomos de carbono, um grupo cicloalquila ou um derivado destes, um grupo vinila, um grupo alila, ou um grupo aralquila, cada um dos quais pode conter um heteroátomo.

20 2. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=n=p=q=1$,

3. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=0$, $n=1$, $p=2$, e $q=1$,

25 4. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=0$, $n=2$, $p=1$, e $q=1$,

5. Componente de um catalisador para polimerização de

olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=0$, $n=3$, $p=0$, e $q=1$,

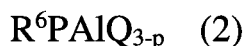
6. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=1$, $n=1$, $p=0$, e $q=2$,

7. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=1$, $n=2$, $p=0$, e $q=1$,

8. Componente de um catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que, na fórmula (1), $m=2$, $n=1$, $p=0$, e $q=1$,

9. Catalisador para polimerização de olefina, caracterizado pelo fato de que contém os componentes de um catalisador para polimerização de olefina, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 8,

10. Catalisador para polimerização de olefinas compreendendo (A) um componente de catalisador sólido contendo magnésio, titânio, um halogênio, e um composto doador de elétron, (B) um composto de organoalumínio da seguinte fórmula (2),



em que R^6 representa um grupo alquila tendo 1 a 4 átomos de carbono, Q representa um átomo de hidrogênio ou um átomo de halogênio, e p representa um número real que satisfaz a fórmula $0 < p \leq 3$,

caracterizado pelo fato de que compreende ainda

(C) os componentes do catalisador para polimerização de olefina, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8.

11. Catalisador para polimerização de olefina, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o componente (A) é obtido colocando (a) um composto de magnésio, (b) um composto de halogênio e

titânio tetravalente, e (c) um composto doador de elétron em contato um com o outro.

5 12. Processo para a produção um polímero de olefina, caracterizado pelo fato de que compreende polimerizar uma olefina na presença de o catalisador para polimerização de olefina, como definido na reivindicação 9 ou 10.

13. Processo para a produção de um polímero de olefina, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a olefina é propileno.

Fig.1

