



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) BR 112015012897-1 B1**



**(22) Data do Depósito: 11/12/2013**

**(45) Data de Concessão: 27/04/2021**

**(54) Título:** PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO POLIOLEFÍNICO

**(51) Int.Cl.:** C08F 6/00; C08F 10/00; C08L 23/00.

**(30) Prioridade Unionista:** 11/12/2012 EP 12196450.6.

**(73) Titular(es):** BASELL POLYOLEFINE GMBH.

**(72) Inventor(es):** GIUSEPPE PENZO; GIULIA MEI; GABRIELE MEI; ANTONIO DE LUCIA; PIETRO BAITA.

**(86) Pedido PCT:** PCT EP2013076185 de 11/12/2013

**(87) Publicação PCT:** WO 2014/090856 de 19/06/2014

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 02/06/2015

**(57) Resumo:** PROCESSO DE DESGASEIFICAÇÃO E TAMPONAMENTO DE PARTÍCULAS POLIOLEFÍNICAS OBTIDAS POR POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINAS. Processo de polimerização de poliolefina compreendendo: (a) formação de polímero particulado de poliolefina por de polimerização de olefinas na presença de catalisador de polimerização em reator de polimerização; (b) descarga das partículas poliolefínicas formadas do reator; (c) desgaseificação das partículas por processo que compreende etapa final de exposição de partículas poliolefínicas a fluxo de nitrogênio em recipiente desgaseificado; e (d) transferência das partículas poliolefínicas de um recipiente no qual as partículas são postas em contato com fluxo de nitrogênio para um dispositivo de mistura de produtos fundidos no qual as partículas poliolefínicas são fundidas, misturadas e posteriormente peletizadas sem que as partículas passem por um dispositivo de tamponamento, em que o processo é caracterizado por compreender um recipiente de desgaseificação preenchido parcialmente com as partículas e pelo fato de o volume vazio no interior do recipiente de desgaseificação ser suficiente para receber mais partículas por pelo menos três horas se a transferência de partículas poliolefínicas da etapa d) do recipiente de desgaseificação para o dispositivo de mistura de produtos fundidos for interrompida e a transferência de partículas poliolefínicas do reator de polimerização de acordo com a etapa (...).

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para  
**"PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE UM POLÍMERO POLIOLEFÍNICO".**

Campo da invenção

[001] A presente invenção refere-se a um processo no qual partículas poliolefínicas formadas pela polimerização de uma ou mais olefinas na presença de um sistema catalisador de polimerização em um reator de polimerização são descarregadas do reator de polimerização, desgaseificadas por um processo que compreende uma etapa de colocar as partículas poliolefínicas em contato com um jato de nitrogênio em um recipiente de desgaseificação e depois transferi-las para um dispositivo de mistura de produtos fundidos, no qual as partículas de poliolefina são derretidas, misturadas e em seguida peletizadas.

Antecedentes da invenção

[002] Os polímeros de olefinas como o polipropileno e o polietileno são amplamente usados como polímeros comerciais, cujo sucesso baseia-se tanto no fato de que podem ser produzidos a custos relativamente baixos como no fato de os materiais obtidos atenderem a requisitos relacionados a boas propriedades de produtos e facilidade de processamento.

[003] Quando as partículas formadas de poliolefina são retiradas do reator de polimerização, o produto descarregado não consiste em poliolefina pura, mas inclui em uma porção do meio no qual a polimerização foi realizada. Se a polimerização tiver sido realizada como polimerização em fase gasosa, a fase gasosa será eliminada concomitantemente em parte como gás intergranular ou como hidrocarbonetos dissolvidos. Se a polimerização tiver consistido em polimerização em suspensão, partes do meio de suspensão líquido ainda estarão aderidas às partículas poliolefínicas após separação mecânica das fases líquida e sólida e também haverá hidrocarbonetos dissolvidos nas par-

tículas poliolefínicas. Por motivos ecológicos, de segurança e qualidade, essas partes retidas do meio de polimerização precisam ser separadas das partículas poliolefínicas, pois seus componentes produzem impacto ambiental, hidrocarbonetos gasosos podem formar misturas explosivas em equipamentos à jusante e os componentes não polimerizados que permanecerem na poliolefina final podem causar problemas de qualidade como a formação de odores. Além disso, é desejável reciclar monômeros e comonômeros não reagidos do processo de polimerização.

[004] Para retirar as partes retidas do meio de polimerização das partículas poliolefínicas, é comum colocar as partículas em contato com um fluxo de um gás inerte, normalmente com fluxo em contracorrente. Tal etapa é frequentemente referida como "desgaseificação" ou "expurgo". Em muitos casos, tal etapa de desgaseificação ou expurgo é combinada com uma etapa de desativação do catalisador e/ou cocatalisadores de polimerização, por exemplo, reagindo o catalisador e/ou cocatalisadores com água.

[005] Por exemplo, EP 339 122 A1 revela um método em duas etapas para retirar monômeros gasosos não polimerizados de uma olefina sólida e, ao mesmo tempo, desativar resíduos de catalisadores de Ziegler-Natta e de catalisadores organometálicos presentes no referido polímero sólido de olefina, que é realizado em um único recipiente. O polímero sólido de olefina é colocado em contato em contracorrente primeiro com o gás de expurgo em contracorrente em uma região superior do recipiente de expurgo e, em seguida, transferido para a zona inferior do recipiente de expurgo e, subsequentemente, colocado em contato com um segundo gás de expurgo em contracorrente contendo água, preferivelmente nitrogênio puro e vapor.

[006] US 5.071.950 refere-se a processo de preparação contínua de um copolímero de etileno/ $\alpha$ -olefina no qual os copolímeros de etile-

no resultantes são transferidos para uma zona de despressurização onde a pressão é mais baixa e o polímero sólido é posteriormente limpo de monômeros residuais e de substâncias que produzem odor e sabor em um processo em duas etapas, primeiramente expurgando com etileno gasoso e depois expurgando com uma mistura de nitrogênio e vapor. Analogamente, EP 683 176 A1 descreve um processo de fabricação contínua de copolímero de etileno em fase gasosa no qual o copolímero sólido, depois de passar por uma zona de despressurização, é sujeito a (1) expurgo não desativante em relação a resíduos catalíticos ativos e, subseqüentemente, (2) um expurgo desativante com uma mistura gasosa de nitrogênio, água e oxigênio. Preferivelmente, o gás empregado no expurgo não desativante é a mistura de reação gasosa que circula na zona de polimerização.

[007] WO 2006/082007 A1 revela um processo de polimerização de etileno em um reator de fase gasosa no qual as partículas de polímero obtidas são descarregadas do reator, separadas da parte principal do gás descarregado ao mesmo tempo do reator e posteriormente desgaseificadas, caracterizado pelo fato de a desgaseificação ser realizada com uma fação de propano separada do gás descarregado ao mesmo tempo do reator.

[008] WO 2008/015228 A2 descreve um processo de realização de acabamento de poliolefinas produzidas por polimerização catalítica em fase gasosa de uma ou mais  $\alpha$ -olefinas na presença de um diluente de polimerização selecionado dentre um alcano  $C_3-C_5$ , no qual as partículas poliolefínicas descarregadas do reator de fase gasosa são sujeitas a uma primeira etapa de desgaseificação na qual as partículas poliolefínicas são postas em contato com um fluxo gasoso em contracorrente contendo pelo menos 85% em mol de um alcano  $C_3-C_5$  e depois a uma segunda etapa de desgaseificação na qual as partículas poliolefínicas são expostas a vapor em contracorrente.

[009] Uma vez desgaseificadas, as partículas poliolefinicas são normalmente transferidas a um dispositivo de mistura de produtos fundidos, tal como um extrusor ou misturador contínuo, no qual as partículas poliolefinicas, normalmente em conjunto com aditivos comuns, são derretidas, misturadas e posteriormente peletizadas.

[0010] Além disso, é prática comum as partículas poliolefinicas, uma vez desgaseificadas, serem transferidas inicialmente a uma unidade de armazenamento como um silo de pó. Tal silo de pó pode servir como reservatório se o acúmulo de partículas poliolefinicas for interrompido por um determinado período de tempo, por exemplo, se as lâminas de corte do granulador do dispositivo de mistura de produtos fundidos precisarem ser trocadas. O tamponamento permite, geralmente por várias horas, a operação contínua do reator de polimerização sem interromper a polimerização. Caso contrário, é preciso realizar um processo bastante elaborado para reinicialização para continuar a polimerização. Tal configuração requer a instalação de recipientes de armazenamento entre a desgaseificação e a peletização de partículas poliolefinicas, além de equipamento para transferência pneumática de partículas de um recipiente ao próximo. Além disso, cada etapa adicional de transporte pneumático eleva tanto os custos do investimento como os custos operacionais.

[0011] Portanto, foi objeto da presente invenção superar as desvantagens da técnica prévia e encontrar uma possibilidade de preservar a flexibilidade de continuar a polimerização no reator de polimerização por um determinado período de tempo se o dispositivo de mistura de produtos fundidos foi interrompido, mas sem a necessidade de instalar recipientes de armazenamento entre a desgaseificação e a peletização das partículas poliolefinicas e minimizando a necessidade de transporte pneumático de partículas poliolefinicas.

Sumário da invenção

[0012] Constatamos que este objetivo pode ser atingido por um processo de preparação de um polímero de poliolefina que compreende as seguintes etapas:

[0013] a) formação de um polímero particulado de poliolefina por meio de polimerização de uma ou mais olefinas na presença de um catalisador de polimerização em um reator de polimerização;

[0014] b) descarga das partículas poliolefínicas assim formadas do reator de polimerização;

[0015] c) desgaseificação das partículas poliolefínicas por um processo que compreende pelo menos uma etapa final de exposição de partículas poliolefínicas a um fluxo de nitrogênio em um recipiente desgaseificado; e

[0016] d) transferência das partículas poliolefínicas de um recipiente no qual as partículas poliolefínicas são postas em contato com o fluxo de nitrogênio para um dispositivo de mistura de produtos fundidos no qual as partículas poliolefínicas são fundidas, misturadas e posteriormente peletizadas sem que as partículas passem por um dispositivo de tamponamento;

[0017] caracterizado pelo fato de compreender um recipiente de desgaseificação preenchido apenas parcialmente com partículas poliolefínicas e pelo fato de o volume vazio no interior do recipiente de desgaseificação ser suficiente para receber mais partículas poliolefínicas por pelo menos três horas se a transferência de partículas poliolefínicas da etapa d) do recipiente de desgaseificação para o dispositivo de mistura de produtos fundidos for interrompida e a transferência de partículas poliolefínicas do reator de polimerização de acordo com a etapa b) for mantida a uma taxa inalterada.

#### Breve descrição dos desenhos

[0018] As características e vantagens da presente invenção podem ser mais bem compreendidas por meio da descrição a seguir e

dos desenhos que a acompanham, que mostram, esquematicamente, uma configuração preferida para preparar um polímero poliolefínico de acordo com o processo da presente invenção.

#### Descrição detalhada da invenção

[0019] A presente invenção fornece um processo de preparação de um polímero de poliolefina por polimerização de uma ou mais olefinas. As olefinas especialmente apropriadas para polimerização são as 1-olefinas, isto é, hidrocarbonetos com ligações duplas terminais, sem restringir-se aos mesmos. Entretanto, também podem ser monômeros olefínicos apropriados compostos insaturados com funcionalidade olefínica. Preferem-se os alcenos ramificados  $C_2-C_{12}$ -1-, particularmente os 1-alcenos  $C_2-C_{10}$  como o etileno, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-hepteno, 1-octeno, 1-deceno, ou 1-alcenos  $C_2-C_{10}$ 1 como 4-metil-1-penteno ou dienos conjugados ou não conjugados como 1,3-butadieno, 1,4-hexadieno ou 1,7-octadieno. As olefinas apropriadas também incluem aquelas nas quais a ligação dupla constitui parte de uma estrutura cíclica, que pode possuir um ou mais sistemas de anel. São exemplos o ciclopenteno, norborneno, tetraciclododeceno ou metilnorborneno ou dienos como 5-etilideno-2-norborneno, norbornadieno ou etilnorbornadieno. Também é possível polimerizar misturas de duas ou mais olefinas.

[0020] O processo é particularmente apropriado para homopolimerização ou copolimerização de etileno ou propileno e é especialmente preferido para a homopolimerização ou copolimerização de etileno. Os comonômeros preferidos para polimerização de propileno são etileno até 40% por peso e/ou 1-buteno, preferivelmente de 0,5% por peso a 35% por peso de etileno e/ou 1-buteno. Como comonômeros na polimerização do etileno, é preferível a utilização de até 20% por peso, mais preferivelmente de 0,01% por peso a 15% por peso, e especialmente de 0,05% por peso a 12% por peso de 1-alcenos  $C_3-C_8$ , em par-

ticular 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno e/ou 1-octeno. Dá-se especial preferência a um processo no qual o etileno é copolimerizado com de 0,1% por peso a 12% por peso de 1-hexeno e/ou 1-buteno.

[0021] A etapa a) do processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a presente invenção consiste em formar um polímero de poliolefina particulado na presença de um sistema catalisador de polimerização. São apropriados todos os catalisadores de polimerização de olefinas costumeiramente utilizados. Isto significa que a polimerização pode ser realizada usando-se catalisadores de Phillips baseados em óxido de cromo, usando-se catalisadores de Ziegler ou Ziegler-Natta baseados em titânio ou catalisadores com um único sítio. Para fins da presente invenção, os catalisadores com um único sítio são catalisadores baseados em compostos de coordenação de metais de transição quimicamente uniformes. São especialmente apropriados como catalisadores de sítio único aqueles que compreendem ligantes orgânicos volumosos com ligações sigma ou pi, por exemplo catalisadores baseados em complexos mono-Cp, catalisadores baseados em complexos bis-Cp, que são normalmente designados como catalisadores metallocenos, ou catalisadores baseados em metais de transição posteriores na tabela periódica, em particular compostos de ferro-bisimina. Além disso, também é possível empregar misturas de dois ou mais desses catalisadores para polimerização de olefinas. Tais catalisadores misturados são frequentemente designados catalisadores híbridos. A preparação e uso desses catalisadores de polimerização de olefina são geralmente conhecidos.

[0022] São preferidos os catalisadores do tipo Ziegler, compreendendo preferivelmente um composto de titânio ou vanádio, um composto de magnésio e, opcionalmente, um composto doador de elétrons e/ou um óxido inorgânico particulado como suporte. Tais catalisadores do tipo Ziegler são geralmente polimerizados na presença de um coca-

talizador. Os catalisadores preferidos são compostos organometálicos de metais dos grupos 1, 2, 12, 13 ou 14 da Tabela Periódica de Elementos, particularmente compostos organometálicos de metais do grupo 13 e em especial compostos de organoalumínio. Os cocatalisadores preferidos são, por exemplo, alquilas organometálicas, alcóxidos organometálicos ou haletos organometálicos.

[0023] O processo de preparação dos polímeros poliolefínicos de acordo com a presente invenção não se restringe a nenhum processo de polimerização específico. Todos os processos de polimerização sob baixa pressão conhecidos na indústria podem ser empregados, conquanto produzam poliolefinas particuladas. Podem ser realizadas em lotes ou, preferivelmente, de forma contínua em uma ou mais etapas. Tais processos são geralmente conhecidos pelos versados na técnica. A polimerização em fase gasosa, sobretudo em reatores de leito fluidizado em fase gasosa ou em reatores multizonais de fase gasosa e polimerização em suspensão, sobretudo em reatores de ciclo fechado ou reatores de tanque agitado, é preferida.

[0024] Em uma configuração preferida da presente invenção, o processo de preparação dos polímeros poliolefínicos em uma polimerização em suspensão em um meio de suspensão, preferivelmente em um hidrocarboneto inerte como o isobutano, hexano ou misturas de hidrocarbonetos ou dos próprios monômeros. As temperaturas de polimerização em suspensão geralmente encontram-se no intervalo de 20 a 115°C e as pressões no intervalo de 0,1 a 10 MPa. O conteúdo de sólidos da suspensão geralmente encontra-se no intervalo de 10 a 80% por peso. A polimerização pode ser realizada tanto em lotes, por exemplo em autoclaves agitadas, ou continuamente, por exemplo em reatores tubulares, preferivelmente em reatores de ciclo fechado. Em particular, ela pode ser realizada pelo processo Phillips PF conforme descrito em US 3.242.150 e US 3.248.179.

[0025] Meios de suspensão apropriados são todos os meios geralmente conhecidos para uso em reatores de suspensão. O meio de suspensão deve ser inerte, líquido ou supercrítico nas condições de reação e deve possuir ponto de ebulição significativamente diferente daqueles dos monômeros e comonômeros utilizados para possibilitar que esses materiais iniciais sejam recuperados da mistura do produto por destilação. Os meios costumeiros de suspensão são hidrocarbonetos saturados com 4 a 12 átomos de carbono, como por exemplo isobutano, butano, propano, isopentano, pentano e hexano ou uma mistura dos mesmos, que também é conhecida como óleo diesel.

[0026] Em um processo preferido de polimerização em suspensão, a polimerização ocorre em uma cascata de duas ou, preferivelmente, três ou quatro recipientes com agitação. O peso molecular da fração polimérica preparada em cada um desses reatores é preferivelmente ajustada adicionando-se hidrogênio à mistura de reação. O processo de polimerização é preferivelmente realizado com a maior concentração de hidrogênio e a menor concentração de comonômero, baseada na quantidade de monômero, ajustadas no primeiro reator. Nos outros reatores subsequentes, a concentração de hidrogênio é reduzida aos poucos e a concentração de comonômero é modificada, em cada caso mais uma vez de acordo com a quantidade de comonômero. O etileno e o propileno são preferivelmente usados como monômeros, e uma 1-olefina com 4 a 10 átomos de carbono é preferivelmente usada como comonômero.

[0027] Outro processo preferido de polimerização em suspensão é a polimerização em suspensão realizada em reatores de ciclo fechado, no qual a mistura de polimerização é bombeada continuamente por um tubo cíclico no reator. Como resultado da circulação por bombeamento, obtém-se uma mistura contínua da mistura de reação, e o catalisador introduzido e os monômeros usados para alimentação distribuem-

se pela mistura de reação. Além disso, a circulação do produto bombeado evita a sedimentação do polímero suspenso. A retirada do calor da reação através da parede do reator também é promovida pela circulação bombeada. Em geral, esses reatores consistem essencialmente em um tubo de reator cíclico com um ou mais segmentos ascendentes e um ou mais segmentos descendentes, que são envolvidos por camisas de resfriamento para retirada do calor da reação, assim como por seções com tubos horizontais que conectam os segmentos verticais.

[0028] Em outra configuração preferida da presente invenção, o processo de preparação de polímeros poliolefínicos é uma polimerização em fase gasosa, isto é, um processo no qual os polímeros sólidos são obtidos a partir de uma fase gasosa que compreende o monômero ou os monômeros. São reatores apropriados para tal polimerização em fase gasosa, por exemplo, reatores de fase gasosa com agitação horizontal ou vertical, reatores de fase gasosa agitados, reatores de fase gasosa multizonais e reatores de fase gasosa com leito fluidizado. Esses tipos de reator são geralmente conhecidos pelos versados na técnica.

[0029] A polimerização em fase gasosa normalmente é realizada em pressões de 0,1 MPa a 10 MPa, preferivelmente de 0,5 MPa a 8 MPa e em particular de 1,0 MPa a 3 MPa. A temperatura costumeira de polimerização é de 30°C a 160°C e, preferivelmente, de 65°C a 125°C.

[0030] Prefere-se especialmente uma polimerização em fase gasosa em um reator de leito fluidizado, isto é, um reator que compreende um leito de partículas de polímero em polimerização, que são mantidas em estado fluidizado introduzindo-se um gás a partir da porção inferior. Em seguida, o gás é normalmente retirado pela porção superior do reator, resfriado para remover o calor de polimerização e recircu-

lado para o reator em sua extremidade inferior. O gás de reação circulado geralmente consiste em uma mistura de olefinas a serem polimerizadas, gases inertes como nitrogênio e/ou alcanos inferiores como etano, propano, butano, pentano ou hexano como diluente de polimerização e, opcionalmente, outros gases inertes como nitrogênio ou outros alcanos e/ou um regulador de peso molecular como o hidrogênio. A polimerização também pode ser realizada em modo condensante ou supercondensante, no qual parte do gás circulante é resfriada abaixo do ponto de condensação e retornada ao reator separadamente como líquido e fase gasosa ou juntas como mistura bifásica para continuar utilizando a entalpia de vaporização para resfriar o gás da reação.

[0031] São particularmente preferidos os reatores de polimerização em fase gasosa do tipo multizonal que são, por exemplo, os descritos em WO 97/04015 e WO 00/02929 e possuem duas zonas de polimerização interconectadas, uma porção de fluxo ascendente ("riser"), na qual partículas de polímero em crescimento fluem para cima sob condições de fluidização rápida ou transporte, e uma porção de fluxo descendente ("downcomer"), na qual partículas de polímero em crescimento fluem em forma adensada sob ação da gravidade. As partículas de polímero que deixam o "riser" entram no "downcomer", e as partículas de polímero que deixam o "downcomer" são reintroduzidas no "riser", estabelecendo assim uma circulação de polímero entre as duas zonas de polimerização, e o polímero passa alternadamente uma pluralidade de vezes por essas duas zonas. Também é possível operar as duas zonas de polimerização de um reator de circulação multizonal sob condições diferentes de polimerização estabelecendo condições diferentes de polimerização no "riser" e no "downcomer" do reator. Para esta finalidade, a mistura gasosa que deixa o "riser" e transporta as partículas de polímero pode ser total ou parcialmente impedida de entrar no "downcomer". Isto pode ser obtido, por exemplo, ali-

mentando um fluido de barreira que consiste em uma mistura de gás e/ou líquido no "downcomer", preferivelmente na parte superior do "downcomer". O fluido de barreira deve possuir composição apropriada, diferente daquela da mistura gasosa presente no "riser". A quantidade de fluido de barreira adicionada pode ser ajustada de modo que um fluxo de gás ascendente em sentido contrário ao fluxo de partículas poliméricas é gerado, sobretudo na parte superior do mesmo, e age como barreira à mistura de gás transportada entre as partículas originárias do "riser". Deste modo, podem-se obter duas zonas de composição de gás em um reator de circulação multizonal. Além disso, também é possível introduzir monômeros da composição, comonômeros e reguladores de peso molecular como hidrogênio e/ou fluidos inertes em qualquer ponto do "downcomer", preferivelmente abaixo do ponto de alimentação da barreira. Portanto, pode-se facilmente criar várias concentrações de monômero, comonômero e hidrogênio ao longo do "downcomer", tornando as condições de polimerização mais diferenciadas.

[0032] Em um processo especialmente preferido de polimerização em fase gasosa, a polimerização é realizada na presença de um diluente de polimerização alcano C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> e, preferivelmente, na presença de propano, sobretudo no caso de homopolimerização ou copolimerização de etileno.

[0033] As partículas poliolefínicas assim obtidas possuem morfologia e tamanho aproximadamente regulares, dependendo da morfologia e do tamanho do catalisador e das condições de polimerização. Dependendo do catalisador empregado, as partículas poliolefínicas geralmente possuem diâmetro médio de cerca de poucas centenas a poucos milhares de micrômetros. No caso de catalisadores de cromo, o diâmetro médio das partículas normalmente é de cerca de 300 a cerca de 1600 µm, e no caso de catalisadores do tipo Ziegler o diâme-

tro médio das partículas é normalmente de cerca de 500 a cerca de 3000  $\mu\text{m}$ .

[0034] Na etapa b) do processo da presente invenção, as partículas poliolefínicas formadas na etapa a) são descarregadas do reator de polimerização. A descarga pode ser realizada pneumaticamente ou com auxílio de sistema de descarga mecânicos, sendo preferida a descarga pneumática. No caso mais simples e particularmente preferido, a descarga é obtida pelo gradiente de pressão prevalente entre o reator de polimerização e o primeiro recipiente à jusante. Preferivelmente, as partículas poliolefínicas são descarregadas continuamente do reator de polimerização em fase gasosa.

[0035] Uma vez descarregadas, as partículas poliolefínicas são desgaseificadas na etapa c) por um processo de desgaseificação que compreende pelo menos uma etapa final de exposição de partículas poliolefínicas a um fluxo de nitrogênio em um recipiente desgaseificado. O processo de desgaseificação pode consistir em apenas uma etapa de desgaseificação. Preferivelmente, o processo de desgaseificação da etapa c) compreende pelo menos dois e, mais preferivelmente, pelo menos três etapas subsequentes de desgaseificação. Segundo o processo da presente invenção, a etapa final de desgaseificação deste processo de desgaseificação consiste em uma etapa na qual as partículas poliolefínicas são colocadas em contato com um fluxo de nitrogênio a partir do qual as partículas poliolefínicas são, na etapa d), transferidas a um dispositivo misturador de produtos fundidos no qual as partículas poliolefínicas são fundidas e depois peletizadas sem passar por um dispositivo reservatório, que é posicionado entre o recipiente de desgaseificação para realizar a etapa final de desgaseificação e o dispositivo misturador de produtos fundidos.

[0036] Após a descarga, as partículas poliolefínicas precisam ser separadas da principal porção do meio de reação que é descarregado

simultaneamente. Se a polimerização for uma polimerização em suspensão, esta separação normalmente consiste em separação mecânica das fases líquida e sólida. Se a polimerização tiver sido realizada como polimerização em fase gasosa, a separação pode ser realizada junto com ou separadamente da primeira etapa de desgaseificação das partículas poliolefínicas, seja em termos de tempo ou em termos de espaço. Isto significa que a separação de partículas poliolefínicas sólidas do principal componente do gás de reação pode ser realizada em um recipiente de separação, que normalmente é operado a pressões entre a pressão no reator de polimerização e a pressão no primeiro recipiente de desgaseificação e, preferivelmente, operado a pressões de 0,5 MPa a 3 MPa, mais preferivelmente de 1 MPa a 2 MPa, e as partículas de poliolefina são posteriormente transferidas para o primeiro recipiente de desgaseificação. Como alternativa, no caso de descarga contínua, também é possível descarregar as partículas poliolefínicas diretamente no primeiro recipiente de desgaseificação, e a porção principal do gás de reação é então separada das partículas poliolefínicas e, em seguida, uma primeira etapa de desgaseificação é realizada no mesmo recipiente. Em outra configuração preferida da presente invenção, as partículas poliolefínicas são descarregadas diretamente no primeiro recipiente de desgaseificação no qual as partículas poliolefínicas são separadas ao mesmo tempo da porção principal do gás de reação descarregado ao mesmo tempo e expostas à primeira etapa de desgaseificação.

[0037] Segundo o processo da presente invenção, a etapa final de desgaseificação é realizada colocando-se as partículas poliolefínicas em contato com um fluxo de nitrogênio em um recipiente de desgaseificação. O contato das partículas poliolefínicas com o fluxo de nitrogênio é preferivelmente realizado em correntes opostas. Nestes casos, as partículas poliolefínicas são preferivelmente introduzidas na porção

superior do recipiente de desgaseificação, movem-se para baixo por força da gravidade e entram em contato com um fluxo em contracorrente de nitrogênio introduzido na porção inferior do recipiente de desgaseificação.

[0038] Preferivelmente, a etapa final de desgaseificação é realizada a pressões de 0,1 MPa a 0,2 MPa, mais preferivelmente de 0,1 MPa a 0,15 MPa, e a temperaturas de 50°C a 120°C, mais preferivelmente de 60°C a 100°C, e particularmente de 70°C a 90°C. O tempo médio de residência das partículas poliolefínicas no recipiente de desgaseificação durante a etapa final de desgaseificação é preferivelmente de 5 minutos a 10 horas, mais preferivelmente de 10 minutos a 6 horas e, particularmente, de 20 minutos a 4 horas. Após a etapa final de desgaseificação, a carga residual das partículas de polímero de poliolefina com hidrocarbonetos com quatro ou mais átomos de carbono como 1-buteno, 1-hexeno ou hexano deve ser preferivelmente não mais de 50 ppm por peso.

[0039] Segundo a presente invenção, o recipiente de desgaseificação utilizado para realizar a etapa final de desgaseificação é preenchido apenas parcialmente com partículas poliolefínicas e o volume vazio no interior do recipiente de desgaseificação é suficiente para receber mais partículas poliolefínicas por pelo menos três horas, e preferivelmente por pelo menos quatro horas, se a transferência de partículas poliolefínicas da etapa d) do recipiente de desgaseificação para o dispositivo de mistura de produtos fundidos for interrompida e a transferência de partículas poliolefínicas do reator de polimerização de acordo com a etapa b) for mantida a uma taxa inalterada. Portanto, o recipiente de desgaseificação final possui não apenas a função de envolver uma etapa da desgaseificação das partículas poliolefínicas, mas também age como reservatório se o fluxo descendente de partículas poliolefínicas for interrompido por intervalos limitados de tempo, como,

por exemplo, se o dispositivo misturador for interrompido para troca das lâminas. Assim, será possível continuar a polimerização á mesma taxa e armazenar as partículas poliolefnicas produzidas temporariamente no recipiente de desgaseificação final até que o dispositivo misturador de produtos fundidos seja reativado. Isto permite evitar a instalação de outras unidades de reservatório entre as etapas de desgaseificação e a peletização de partículas poliolefnicas e, portanto, permite reduzir a complexidade do fluxo de partículas de poliolefina.

[0040] Uma vez tratadas no recipiente final de desgaseificação, as partículas poliolefnicas são transferidas a um dispositivo misturador de produtos fundidos, como um extrusor ou misturador contínuo. Esses extrusores ou misturadores contínuos, nos quais as partículas poliolefnicas são derretidas por aquecimento, podem ser máquinas de um ou dois estágios. Outras possibilidades são combinações de misturadores com parafusos de descarga e/ou bombas de engrenagem. Os extrusores preferidos são extrusores em parafuso, que podem ser construídos como máquinas de um ou dois parafusos. Preferem-se particularmente os extrusores de dois parafusos e os misturadores contínuos com elementos de descarga. Máquinas deste tipo são convencionais na indústria de plásticos. A fusão de polímeros em máquinas como essas é sempre acompanhada de homogeneização do polímero.

[0041] A fusão de partículas de poliolefina é preferivelmente realizada de 150°C a 350°C, e especialmente preferivelmente de 180°C a 300°C. Como geralmente ocorre no processamento de polímeros, também é preferível e possível que as partículas poliolefnicas sejam não apenas fundidas, mas também recebam outros aditivos como estabilizantes, antioxidantes, lubrificantes, agentes antibloqueadores ou antiestáticos, pigmentos ou corantes.

[0042] Em um processo preferido da presente invenção, o recipi-

ente de desgaseificação para realização da etapa final de desgaseificação encontra-se acima do dispositivo misturador de produtos fundidos e a transferência do recipiente de desgaseificação para o dispositivo misturador de produtos fundidos é realizada por meio da gravidade. Tal arranjo de equipamentos reduz a complexidade do fluxo de partículas poliolefínicas e permite a operação sem transporte pneumático do transporte de partículas. Também é possível realizar a etapa final de desgaseificação em um arranjo paralelo em dois ou mais recipientes de desgaseificação final.

[0043] Em uma configuração preferida da presente invenção, na qual o processo de desgaseificação compreende mais de uma etapa de desgaseificação, é também preferido que a transferência de partículas poliolefínicas da penúltima etapa de desgaseificação à etapa final de desgaseificação seja realizada pneumaticamente por um fluxo de gás, que é composto, ao menos parcialmente, pelo nitrogênio que foi empregado anteriormente para desgaseificar as partículas poliolefínicas na etapa final de desgaseificação. Tal arranjo evita que seja necessário adicionar gases frescos para o transporte. Preferivelmente, o nitrogênio utilizado vem da mistura gasosa, que é retirada do recipiente de desgaseificação final, preferivelmente da porção superior do mesmo, e é composto, após o contato do fluxo de nitrogênio com as partículas poliolefínicas, de nitrogênio enriquecido de monômeros não reagidos, oligômeros e outros hidrocarbonetos. Esta mistura de gás é preferivelmente resfriada próximo a um trocador de calor, comprimida e, depois de ser resfriada em um trocador de calor, reutilizada para transporte pneumático das partículas poliolefínicas do penúltimo recipiente de desgaseificação para o recipiente de desgaseificação final.

[0044] É também preferido que a etapa de desgaseificação realizada logo antes da etapa final do processo de desgaseificação, na qual as partículas poliolefínicas são postas em contato com o fluxo de

nitrogênio, ser uma etapa que inclui a desativação do sistema catalisador. Tal desativação é preferivelmente realizada colocando-se as partículas poliolefínicas em contato com um fluxo contendo nitrogênio e vapor. Neste caso, é especialmente preferido que pelo menos parte do nitrogênio em tal fluxo compreendendo nitrogênio e vapor tenha sido usado anteriormente na etapa final do processo de desgaseificação e venha, normalmente depois de ser resfriado e comprimido, da mistura gasosa retirada do recipiente de desgaseificação final.

[0045] Preferivelmente, o contato das partículas poliolefínicas com o fluxo que compreende nitrogênio e vapor no penúltimo recipiente de desgaseificação é realizado em fluxo contracorrente. Nestes casos, as partículas poliolefínicas são preferivelmente introduzidas na porção superior do penúltimo recipiente de desgaseificação, movem-se para baixo por força da gravidade e entram em contato com um fluxo em contracorrente que compreende nitrogênio e vapor introduzido na porção inferior do recipiente de desgaseificação. O fluxo que compreende nitrogênio e vapor para desgaseificação das partículas poliolefínicas no penúltimo recipiente de desgaseificação compreende, preferivelmente, vapor em quantidade suficiente para que não haja condensação de água nas condições no interior do penúltimo recipiente de desgaseificação. O fluxo compreende preferivelmente de 2 em mol a 20 em mol, mais preferivelmente de 5 em mol a 15 em mol, de vapor d'água. O fluxo é preferivelmente adicionado na forma de vapor superaquecido ou saturado e, particularmente, na forma de vapor levemente superaquecido. Preferivelmente, o fluxo compreendendo nitrogênio e vapor é alimentado no penúltimo recipiente de desgaseificação em quantidade de 10 kg a 150 kg por 1000 kg de partículas poliolefínicas a serem tratadas e, em particular, em quantidade de 20 kg a 80 kg por 1000 kg de partículas poliolefínicas a serem tratadas.

[0046] Após contato do fluxo contendo nitrogênio e vapor com as

partículas poliolefínicas, uma mistura gasosa enriquecida com comômeros não reagidos, oligômeros e outros hidrocarbonetos, e compreendendo produtos de reação do vapor d'água com os componentes do sistema catalisador de polimerização é retirada do penúltimo recipiente de desgaseificação, preferivelmente da porção superior do mesmo. Preferivelmente, esta mistura de gás é retirada do sistema de polimerização como gás efluente e, após passar por uma unidade de neutralização simples, descartado, por exemplo, através de uma unidade de oxidação catalítica.

[0047] Preferivelmente, a penúltima etapa de desgaseificação é realizada a pressões de 0,1 MPa a 0,35 MPa, mais preferivelmente de 0,11 MPa a 0,25 MPa, e a temperaturas de 50°C a 120°C, mais preferivelmente de 60°C a 100°C, e particularmente de 70°C a 90°C. O tempo médio de residência das partículas poliolefínicas no penúltimo recipiente de desgaseificação é preferivelmente de 5 minutos a 2 horas, e mais preferivelmente de 10 minutos a 1 hora. A carga residual das partículas de polímero de poliolefina com hidrocarbonetos com quatro ou mais átomos de carbono como 1-buteno, 1-hexeno ou hexano deve ser preferivelmente não mais de 1000 ppm por peso e, mais preferivelmente, não mais de 400 ppm por peso.

[0048] Em uma configuração especialmente preferida da presente invenção, o processo de desgaseificação compreende pelo menos mais uma etapa de desgaseificação antes da penúltima etapa de desgaseificação, incluindo a desativação do sistema catalisador. É particularmente preferido que o processo de desgaseificação compreenda três etapas de desgaseificação.

[0049] No caso de polimerização em fase gasosa na presença de um alcano C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> usado como diluente de polimerização, é particularmente preferido que a primeira etapa de desgaseificação do processo de desgaseificação seja realizada colocando-se as partículas poliolefí-

nicas em contato com um fluxo gasoso compreendendo pelo menos 85 em mol do alcano  $C_3-C_5$  usado como diluente no reator de polimerização de fase gasosa. Preferivelmente, as partículas poliolefínicas originárias do reator de polimerização em fase gasosa e o fluxo gasoso compreendem pelo menos 85 em mol de alcano  $C_3-C_5$  entram em contato em contracorrente. Em seguida, as partículas poliolefínicas são preferivelmente introduzidas posteriormente na porção superior do primeiro recipiente de desgaseificação, movem-se para baixo por força da gravidade e entram em contato com um fluxo em contracorrente de gás introduzido na porção inferior do recipiente de desgaseificação. O fluxo gasoso compreende, preferivelmente, pelo menos 85 em mol, especialmente mais de 95 em mol de alcano  $C_3-C_5$ . Preferivelmente, o alcano  $C_3-C_5$  é propano, butano ou pentano ou misturas dos mesmos e de seus isômeros, particularmente com o alcano  $C_3-C_5$  sendo o propano. Preferivelmente, o fluxo gasoso compreendendo 85 em mol de alcano  $C_3-C_5$  é introduzido no recipiente de desgaseificação em quantidades de 10 kg a 200 kg por 1000 kg de partículas poliolefínicas a serem tratadas.

[0050] Após o contato do fluxo de gases compreendendo pelo menos 85 em mol de alcano  $C_3-C_5$  com as partículas poliolefínicas, uma mistura de gás enriquecida em monômeros não reagidos, comonômeros, oligômeros e outros hidrocarbonetos é retirada do primeiro recipiente de desgaseificação, preferivelmente da porção superior do mesmo. Em seguida, a mistura gasosa é preferivelmente transportada a uma unidade de recuperação de alcanos e monômeros, na qual a mistura gasosa é separada em frações que podem ser facilmente recicladas em forma purificada do processo de polimerização. Preferivelmente, o material para formação do fluxo gasoso na primeira etapa de desgaseificação origina-se diretamente desta unidade de recuperação de alcanos e monômeros. Os métodos e aparatos para separar e puri-

ficar tais misturas gasosas são bem conhecidos na técnica e são descritos, por exemplo, em WO 2006/082007 A1. O transporte da mistura de gás retirada do primeiro recipiente de desgaseificação até a unidade de recuperação de alcanos e monômeros é preferivelmente realizada por meio de um compressor. Durante esta etapa de transporte, também é possível passar a mistura de gás por um trocador de calor.

[0051] Preferivelmente, a primeira etapa de desgaseificação é realizada a pressões de 0,1 MPa a 0,4 MPa, mais preferivelmente de 0,12 MPa a 0,35 MPa, e particularmente de 0,15 MPa a 0,3 MPa e a temperaturas de 50°C a 120°C, mais preferivelmente de 60°C a 100°C, e particularmente de 70°C a 90°C. O tempo médio de residência das partículas poliolefínicas no primeiro recipiente de desgaseificação é preferivelmente de 5 minutos a 5 horas, mais preferivelmente de 10 minutos a 4 horas e, particularmente, de 15 minutos a 2 horas.

[0052] Após a primeira etapa de desgaseificação, a carga residual das partículas de polímero de poliolefina com hidrocarbonetos com quatro ou mais átomos de carbono como 1-buteno, 1-hexeno ou hexano deve ser mantida baixa para reduzir a perda de hidrocarbonetos ao mínimo possível. É preferida uma carga residual igual ou inferior a 2500 ppm por peso, particular e preferivelmente igual ou inferior a 1000 ppm por peso.

[0053] A Figura 1 mostra um esquema de um sistema de polimerização para preparar um polímero de poliolefina de acordo com o processo da presente invenção.

[0054] O reator de polimerização em fase gasosa (1) é um reator de leito fluidizado que compreende um leito fluidizado (2) de partículas poliolefínicas, uma grade de distribuição de gases (3) e uma zona redutora de velocidade (4). A zona redutora de velocidade (4) geralmente possui diâmetro maior que o diâmetro da porção de leito fluidizado do reator. O leito de poliolefina é mantido em estado fluidizado por um

fluxo de gás ascendente impelido pela grade de distribuição de gás (3) colocada na porção inferior do reator (1). O fluxo gasoso do gás de reação que deixa a porção superior da zona redutora de velocidade (4) pelo tubo de reciclagem (5) é comprimido pelo compressor (6), transferido para um trocador de calor (7) no qual é resfriado e depois reciclado na porção inferior do reator de leito fluidizado (1) em um ponto abaixo da grade de distribuição de gás (3) na posição (8). O gás reciclado pode, se isto for apropriado, ser resfriado abaixo do ponto de condensação de um ou mais componentes do gás reciclado no trocador de calor de modo a operar o reator com material condensado, isto é, em modo condensante. Além dos monômeros não reagidos, o gás reciclado compreende um alcano  $C_3-C_5$  como diluente de polimerização. Monômeros adicionais, reguladores de peso molecular e aditivos do processo podem ser adicionados no reator (1) em diversas posições, como por exemplo pelo tubo (9) à montante do compressor (6), sendo que isto não limita o escopo da invenção. Geralmente, o catalisador é introduzido no reator (1) por um tubo (10), preferivelmente posicionado na porção inferior do leito fluidizado (2).

[0055] As partículas poliolefínicas obtidas no reator de leito fluidizado (1) são descarregadas pelo tubo (11) e introduzidas no primeiro recipiente de desgaseificação (12), no qual as partículas poliolefínicas entram em contato com um fluxo de propano gasoso. Entretanto, também é possível não descarregar diretamente as partículas poliolefínicas no recipiente de desgaseificação (12), mas descarregá-las primeiramente em um recipiente de separação (não mostrado), separá-las no interior do mesmo da porção principal do gás de reação que foi descarregado ao mesmo tempo e, em seguida, transferir as partículas do recipiente de separação para o recipiente de desgaseificação (12). O propano é introduzido no recipiente de desgaseificação (12) na porção inferior na posição (13) e flui em sentido ascendente em sentido

contracorrente ao fluxo de partículas poliolefínicas. O gás que deixa o recipiente de desgaseificação (12) pelo tubo (14) compreende, além do propano introduzido na posição (13), o gás de reação, que foi descarregado do reator de leito fluidizado (1) ao mesmo tempo em que as partículas poliolefínicas, e os componentes gasosos eliminados junto com as partículas poliolefínicas. O fluxo de gás que deixa o recipiente de desgaseificação (12) pelo tubo (14) é resfriado em um trocador de calor (15) e transferido pelo compressor (16) à unidade de recuperação de propano e monômeros (17), à partir do qual os monômeros purificados e o propano purificado são reciclados para o reator de leito fluidizado (1) através de um ou mais tubos (18). Além disso, o propano purificado é introduzido pelo tubo (19) da unidade de recuperação de propano e monômeros (17) no recipiente de desgaseificação (12) para realizar a primeira etapa de desgaseificação.

[0056] Na porção inferior do primeiro recipiente de desgaseificação (12), as partículas poliolefínicas são retiradas e transferidas para um segundo recipiente de desgaseificação (20) por força da gravidade. O segundo recipiente de desgaseificação (20) é o recipiente de desgaseificação utilizado para realizar a penúltima etapa de desgaseificação do processo de desgaseificação mostrado na Figura 1. As partículas poliolefínicas são postas em contato com um fluxo de nitrogênio e vapor introduzido no recipiente de desgaseificação (20) na porção inferior na posição (21) e flui em sentido ascendente em sentido contracorrente ao fluxo de partículas poliolefínicas. As condições no recipiente de desgaseificação (20) são selecionadas de modo que a condensação de água não ocorra.

[0057] O gás que deixa o recipiente de desgaseificação (20) pelo tubo (22) sai do sistema de polimerização como gás de exaustão. A mistura gasosa usada para tratar partículas de poliolefina na segunda etapa de desgaseificação é composta por vapor introduzido pelo tubo

(23) e nitrogênio, que pode ser adicionado como nitrogênio fresco pelo tubo (24) ou como nitrogênio reutilizado originário da terceira etapa de desgaseificação pela linha (25). Preferivelmente, pelo menos a maioria do nitrogênio introduzido no recipiente de desgaseificação (20) na posição (21) é nitrogênio reutilizado originário do tubo (25).

[0058] Na porção inferior do recipiente de desgaseificação (20), as partículas poliolefínicas são retiradas e transferidas para um terceiro recipiente de desgaseificação (26) pelo nitrogênio reutilizado originário do tubo (27). O terceiro recipiente de desgaseificação (26) é o recipiente de desgaseificação utilizado para realizar a última etapa de desgaseificação do processo de desgaseificação mostrado na Figura 1. No terceiro recipiente de desgaseificação (26), as partículas poliolefínicas são postas em contato em sentido contracorrente com um fluxo de nitrogênio, que é introduzido como nitrogênio fresco pelo tubo (28) na posição (29). Na porção inferior do recipiente de desgaseificação (26), as partículas poliolefínicas são retiradas e transferidas pelo tubo (34) para processamento posterior, que pode consistir em sua utilização como aditivos de polímeros e peletização em uma etapa de extrusão. O recipiente de desgaseificação (26) é preenchido apenas parcialmente com partículas poliolefínicas e o volume vazio em seu interior é suficiente para receber mais partículas poliolefínicas por pelo menos três horas se a transferência de partículas poliolefínicas pelo tubo (34) for interrompida e a transferência de partículas poliolefínicas do reator de polimerização pelo tubo (11) for mantida a uma taxa inalterada. O gás que deixa o terceiro recipiente de desgaseificação (26) pelo tubo (30) é resfriado em um trocador de calor (31), comprimido por um compressor (32) e introduzido tanto no tubo (25) para utilização posterior no fluxo de gás no segundo recipiente de desgaseificação (20) e para o trocador de calor (33) para resfriamento e depois para utilização, através do tubo (27) para transportar partículas poliolefínicas do

recipiente de desgaseificação (20) para o recipiente de desgaseificação (26).

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo de preparação de um polímero poliolefínico, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas:

a) formação de um polímero particulado de poliolefina por meio de polimerização de uma ou mais olefinas na presença de um catalisador de polimerização em um reator de polimerização;

b) descarga das partículas poliolefínicas assim formadas do reator de polimerização;

c) desgaseificação das partículas poliolefínicas por um processo que compreende pelo menos uma etapa final de exposição de partículas poliolefínicas a um fluxo de nitrogênio em um recipiente desgaseificado; e

d) transferência das partículas poliolefínicas de um recipiente no qual as partículas poliolefínicas são postas em contato com o fluxo de nitrogênio para um dispositivo de mistura de produtos fundidos no qual as partículas poliolefínicas são fundidas, misturadas e posteriormente peletizadas sem que as partículas passem por um dispositivo de tamponamento;

que compreende um recipiente de desgaseificação preenchido apenas parcialmente com partículas poliolefínicas e em que o volume vazio no interior do recipiente de desgaseificação é suficiente para receber mais partículas poliolefínicas por pelo menos três horas se a transferência de partículas poliolefínicas da etapa d) do recipiente de desgaseificação para o dispositivo de mistura de produtos fundidos for interrompida e a transferência de partículas poliolefínicas do reator de polimerização de acordo com a etapa b) for mantida a uma taxa inalterada.

2. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o recipiente de desgaseificação está localizado acima do dispositivo mistu-

rador de produtos fundidos e pela transferência do recipiente de desgaseificação para o dispositivo misturador de produtos fundidos ser realizada por meio da gravidade.

3. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo de desgaseificação da etapa c) compreende mais de uma etapa de desgaseificação e a etapa de contato das partículas poliolefínicas com o fluxo de nitrogênio é a etapa final da totalidade do processo de desgaseificação.

4. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que as partículas poliolefínicas são transferidas pneumáticamente por um fluxo de gás da penúltima etapa de desgaseificação para a última etapa de desgaseificação, e o gás empregado para realizar a transferência pneumática ser composto ao menos parcialmente de nitrogênio que foi utilizado anteriormente para desgaseificar as partículas poliolefínicas na etapa final de desgaseificação.

5. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a etapa de desgaseificação realizada logo antes da etapa final do processo de desgaseificação, na qual as partículas poliolefínicas são postas em contato com o fluxo de nitrogênio, é uma etapa que inclui a desativação do sistema catalisador.

6. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a penúltima etapa de desgaseificação é realizada colocando-se as partículas poliolefínicas em contato com um fluxo compreendendo nitrogênio e vapor.

7. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o con-

tato das partículas poliolefínicas com o fluxo que compreende nitrogênio e vapor na penúltima etapa de desgaseificação é realizado sob condições nas quais não ocorre nenhuma condensação de água.

8. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que pelo menos parte do nitrogênio no fluxo que compreende nitrogênio e vapor empregado na penúltima etapa de desgaseificação do processo de desgaseificação da etapa c) ter sido usado anteriormente na etapa final do processo de desgaseificação.

9. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o processo de desgaseificação da etapa c) compreende uma etapa adicional de desgaseificação antes da penúltima etapa de desgaseificação, incluindo a desativação do sistema catalisador.

10. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a polimerização é uma polimerização em fase gasosa na presença de um alcano C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> usado como diluente de polimerização e pela desgaseificação na primeira etapa de desgaseificação do processo total de desgaseificação da etapa c) é realizada colocando-se as partículas poliolefínicas em contato com um fluxo gasoso compreendendo pelo menos 85mol-% do alcano C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> usado como diluente no reator de polimerização de fase gasosa.

11. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que as etapas de desgaseificação são realizadas colocando-se as partículas poliolefínicas em contato com uma contracorrente com os respectivos fluxos de gás.

12. Processo de preparação de um polímero poliolefínico de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado

pelo fato de que o polímero de poliolefina é um homopolímero ou copolímero de etileno.

Figura 1

