



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

(11) BR 112016001935-0 B1



(22) Data do Depósito: 29/07/2014

(45) Data de Concessão: 16/11/2022

(54) Título: DISPOSITIVO E MÉTODO PARA RECIRCULAÇÃO DE MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE POLIBUTENO

(51) Int.Cl.: C08F 2/01; C08F 10/08; B01J 19/00.

(30) Prioridade Unionista: 30/07/2013 KR 10-2013-0090023.

(73) Titular(es): DL CHEMICAL CO., LTD.

(72) Inventor(es): PARK MIN SUP; KIM MYEONG SEOK; MIN KYOUNG TAE.

(86) Pedido PCT: PCT KR2014006933 de 29/07/2014

(87) Publicação PCT: WO 2015/016577 de 05/02/2015

(85) Data do Início da Fase Nacional: 28/01/2016

(57) Resumo: DISPOSITIVO E MÉTODO PARA RECIRCULAÇÃO DE MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE POLIBUTENO. São divulgados um dispositivo e um método para polimerização contínua de polibuteno através da remoção do ácido halogênico, que está incluído em uma matéria-prima de reação, pela adsorção do ácido halogênico, utilizando um adsorvente e, então, fornecendo novamente a matéria-prima de reação a um reator. O dispositivo para recirculação de matéria-prima na fabricação de polibuteno compreende um reator no qual um catalisador e uma matéria-prima de reação (diluída com um solvente orgânico inativo) são fornecidos e polimerizados para produzir um produto de reação, um tanque de neutralização/lavagem para remover o catalisador do produto da reação e neutralizar o produto da reação, um tanque de separação para separar o produto de reação em compostos orgânicos e água, uma coluna de destilação de C4 para destilar uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo de compostos orgânicos e uma coluna de adsorção de impurezas para remover o ácido halogênico da matéria-prima destilada não reagida e do solvente orgânico inativo, utilizando um adsorvente.

**"DISPOSITIVO E MÉTODO PARA RECIRCULAÇÃO DE
MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE POLIBUTENO".**

CAMPO TÉCNICO

[0001] A presente invenção refere-se a um dispositivo para preparação de polibuteno por recirculação de uma matéria-prima na preparação do polibuteno, a um método de recirculação da matéria-prima e, mais particularmente, a um dispositivo para preparar continuamente o polibuteno, adsorvendo e removendo o ácido de halogênio incluído na matéria-prima utilizando um adsorvente e, então, realimentando a matéria-prima em um reator, e a um método de recirculação da mesma.

TÉCNICA PRÉVIA

[0002] Em geral, o polibuteno é preparado pela polimerização de um ingrediente de olefina C4 gerado em um processo de decomposição de NAFTA, utilizando um catalisador de Friedel-Crafts, tendo um número médio de peso molecular (Mn) de cerca de 300 a 5.000. Como uma matéria-prima utilizada, há o refinado-1 de C4 que é um remanescente após a extração de 1,3-butadieno de uma matéria-prima de C4. O referido refinado-1 de C4 inclui parafinas, tais como isobuteno e butano normal, e olefinas, tais como isobuteno, 2-buteno e 1-buteno. O isobuteno, um ingrediente olefina do refinado-1 de C4, está incluído em uma quantidade de aproximadamente 30 a 50% em peso e tem a reatividade mais alta. Por conseguinte, o polibuteno gerado é composto principalmente de unidades de isobuteno. Além disso, o polibuteno pode ser polimerizado, utilizando uma fração de butano-buteno (fração B-B) que é uma mistura de C4 gerada em um processo de refinamento do petróleo bruto. Além disso, o polibuteno pode ser

polimerizado utilizando isobuteno puro que pode ser diluído com um solvente à base de butano.

[0003] A viscosidade do polibuteno aumenta com o aumento do peso molecular. Por exemplo, o polibuteno tem uma viscosidade de aproximadamente 4 a 40.000 centistokes (cSt) a 100°C. Além disso, o polibuteno é quebrado termicamente a uma temperatura de 300°C ou superior sem deixar restos para trás e é altamente solúvel em um lubrificante ou combustível, desde que o polibuteno tenha uma estrutura de alquila ramificada. Portanto, o polibuteno é muitas vezes utilizado como um agente antiderrapante ou um melhorador do índice de viscosidade, quando adicionado ao óleo de motor de carro, e também utilizado como um detergente, quando misturado com um combustível em motores de combustão interna para automóveis.

[0004] Uma vez que o polibuteno é utilizado principalmente em agentes de colagem, adesivos ou óleos isolantes, polibutenos de alta reatividade não têm sido favorecidos. Nos últimos anos, no entanto, as exigências por polibuteno de alta reatividade aumentaram firmemente com o uso crescente de polibutenos tendo grupos polares introduzidos para melhorar a reatividade como um combustível mais limpo ou um lubrificante aditivo. Assim, um polibuteno não reativo (geralmente chamado e referido como "polibuteno regular" neste relatório descritivo, conforme necessário) é utilizado em agentes de colagem, adesivos, isolantes, óleos, etc., enquanto um polibuteno de alta reatividade e um polibuteno de reatividade média, capazes de ter grupos polares introduzidos utilizando reatividade, são utilizados principalmente em limpadores de combustível ou

aditivos lubrificantes. Os produtos de polibuteno mais amplamente utilizados, produzidos pela introdução de grupos polares no polibuteno, são, por exemplo, os anidridos poliisobutenil succínicos (PIBSA | *polyisobutenyl succinic anhydrides*) preparados através da ligação dupla terminal de um polibuteno de alta reatividade com um anidrido maleico em um processo térmico, e alquilfenóis (por exemplo, polibutenil fenol, etc.) preparados pela reação de Mannich de fenóis e um polibuteno de reatividade média. Estes produtos de polibuteno são vantajosamente considerados como polímeros funcionais. A maioria dos aditivos lubrificantes ou líquidos de limpadores de combustível é preparada com o PIBSA utilizado como um intermediário. Conforme as ligações duplas do polibuteno utilizado na preparação do PIBSA são posicionadas no final do polibuteno, o PIBSA pode ser produzido com um rendimento mais elevado. Contudo, o rendimento da PIBSA possivelmente diminui devido ao impedimento estérico e a reatividade inferior resultante no caso das ligações duplas serem posicionadas para a direção do interior do polibuteno e dos grupos alquila mais associados às ligações duplas como substituintes.

[0005] O fenômeno de uma ligação dupla que é gerada no terminal de uma molécula e a polimerização encerrada é contrário à teoria geral de reação química. Nesse sentido, a fim de preparar um polibuteno de alta reatividade e um polibuteno de reatividade média que raramente são gerados, a seleção de um catalisador e a constituição do sistema de cocatalisação são mais importantes e muitas variáveis como a intensidade de temperatura ou a reação do catalisador devem ser controladas.

[0006] Antes do advento do polibuteno de alta reatividade, o polibuteno regular, ou seja, o polibuteno não reativo, foi utilizado na preparação do PIBSA. Para melhorar a reatividade do polibuteno não reativo, o polibuteno é desinfetado com gás de cloro através de uma reação de cloração e reagido com anidrido maleico para produzir PIBSA. Em seguida, aminas são adicionadas ao PIBSA para completar o produto final. No entanto, esse método não é desejável nos aspectos econômicos e ambientais, uma vez que os custos são muito altos devido ao equipamento caro utilizado para prevenir a corrosão do reator e usa uma grande quantidade de solução base para neutralizar o gás cloro reagido. Além disso, quando o produto final preparado pela adição de aminas ao PIBSA com o conteúdo de cloro gerado através da reação de cloração é utilizado como um aditivo para combustíveis ou coisa parecida, ele pode causar alguns problemas, incluindo corrosão do motor de combustão interna, como motores de automóveis, etc. e a emissão de cloro como um gás de exaustão. Consequentemente, uma melhoria foi feita no método de preparação de aditivos lubrificantes ou limpadores de combustível, utilizando polibuteno de alta reatividade. Tal avanço na utilização de polibutenos de alta reatividade no lugar de polibutenos não reativos nos aditivos lubrificantes ou limpadores de combustível pode ser considerado como uma melhoria do processo que elimina uma etapa da reação e como um método ecologicamente correto que exclui a emissão do gás tóxico de cloro (Cl_2).

[0007] O polibuteno não reativo é utilizado de forma variada em adesivos, selantes, aditivos lubrificantes, óleos isolantes, etc. que exigem estabilidade química (propriedades não

reativas), estabilidade térmica, propriedades de barreira de água, viscosidade, adesividade, etc. Tal polibuteno de alta reatividade, polibuteno de reatividade média e polibuteno não reativo são utilizados de acordo com a utilização de cada um deles.

[0008] As Patentes Norte-americanas N° 4.605.808, 5.068.490, 5.191.044, 5.408.018, 5.962.604, e 6.300.444 divulgam um método de preparação de um polibuteno de alta reatividade que tem um teor de vinilideno de, pelo menos, 70%, mais preferencialmente de, pelo menos, 80%, utilizando o trifluoreto de boro ou um composto complexo de trifluoreto de boro na presença de um cocatalisador, tal como água, álcool, éter, etc. A Patente Norte-Americana N° 7.037.999 B2 descreve um polibuteno, tendo um conteúdo de vinilideno menor que 70% e uma ligação dupla tetrassubstituída, contendo menos que 10%, e seu método de preparação. A Patente Coreana N° 10-0787851 menciona as vantagens das ligações duplas tetrassubstituídas e um método de preparação economicamente eficaz para polibutenos e especifica um método de preparação para polibutenos de reatividade média. Além disso, a Patente Norte-americana N° 6.518.373, que sugere uma tecnologia semelhante a presente invenção, divulga um método de descarregar continuamente um produto de reação através da polimerização do isobuteno que é diluída com um solvente orgânico inativo na presença de trifluoreto de boro e um catalisador, incluindo, pelo menos, um cocatalisador. Aqui, o solvente e o isobuteno, que não é convertido, devem ser destilados e recirculados para o reator de polimerização após separar ou inativar o catalisador no produto de reação descarregado, seguido por destilação. Aqui, o ácido de halogênio e as impurezas presentes no solvente e o isobuteno não

convertido são removidos por lavagem com água várias vezes e secagem. Por conseguinte, uma matéria-prima pode ser recirculada e, ao mesmo tempo, o polibuteno pode ser continuamente preparado. No entanto, a fim de lavar com água uma vez ou mais, um tanque para misturar todo o solvente orgânico inativo, o isobuteno não convertido e a água, e um separador para a separação de uma camada de água de uma camada orgânica, são necessários. Portanto, se a lavagem for executada várias vezes, problemas como elevados custos de investimento, uso de uma grande quantidade de água, etc. podem ocorrer.

DIVULGAÇÃO

PROBLEMA TÉCNICO

[0009] Portanto, é um objeto da presente invenção fornecer um dispositivo para recirculação de uma matéria-prima a um reator de polimerização na preparação do polibuteno, removendo as impurezas da matéria-prima, a fim de preparar continuamente o polibuteno, e um método de recirculação da matéria-prima.

[00010] É outro objeto da presente invenção fornecer um dispositivo para aumentar a quantidade de produção de polibuteno com uma quantidade mínima de matéria-prima (montante unitário de matéria-prima) por recirculação da matéria-prima e um método para aumentar a quantidade de produção de polibuteno.

SOLUÇÃO TÉCNICA

[00011] Para alcançar os objetos da presente invenção, é fornecido um dispositivo para recirculação de uma matéria-prima na preparação de um polibuteno, caracterizado por compreender: um reator, no qual um catalisador e uma matéria-prima de reação

(diluída com um solvente orgânico inativo) são fornecidos e polimerizados para produzir um produto de reação, um tanque de neutralização/lavagem para remover o produto da reação do catalisador e neutralizar o produto de reação, um tanque de separação para separar o produto de reação em compostos orgânicos e água, uma coluna de destilação de C4 para a destilação de uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo de compostos orgânicos e uma coluna de adsorção de impureza para remover o ácido halogênico da matéria-prima não reagida e do solvente orgânico inativo utilizando um adsorvente.

[00012] Além disso, é fornecido um método para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, caracterizado por compreender: produzir um produto de reação em um reator, no qual um catalisador e uma matéria-prima de reação diluída com um solvente orgânico inativo são fornecidos e polimerizados, remover o catalisador do produto de reação e neutralizar o produto de reação, separar o produto de reação em compostos orgânicos e água, destilar uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo dos compostos orgânicos, após o aquecimento dos compostos orgânicos, remover o ácido halogênico da matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo utilizando um adsorvente e fornecer novamente a matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo, do qual o ácido halogênico é removido, ao reator.

EFEITO DA INVENÇÃO

[00013] Através de um dispositivo para recirculação de uma matéria-prima na preparação de um polibuteno e de um método para o mesmo, de acordo com a presente invenção, a matéria-prima

é recirculada e, portanto, apenas uma quantidade mínima de matéria-prima é utilizada na preparação de polibuteno, segundo o qual os custos de produção podem ser reduzidos através da maximização de um rendimento de produção de polibuteno. Por exemplo, o dispositivo para recirculação de uma matéria-prima e o método de recirculação da mesma, de acordo com a presente invenção, aumentam o rendimento de produção em aproximadamente 20%, de forma que aproximadamente 90.000 toneladas de polibuteno são preparadas a partir de 100.000 toneladas de matéria-prima de isobuteno, enquanto que, com a técnica prévia, cerca de 75.000 toneladas de polibuteno são preparadas a partir de 100.000 toneladas de matéria-prima de isobuteno. Portanto, a competitividade do produto no mercado mundial pode ser aumentada, causando o crescimento da receita.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[00014] A Fig. 1 ilustra esquematicamente um dispositivo para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, de acordo com uma aplicação da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[00015] Uma descrição mais detalhada da invenção será feita por referência aos desenhos anexados.

[00016] Conforme mostrado na Fig. 1, um dispositivo para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, de acordo com a presente invenção, inclui (a) um reator 10, (b) um tanque de neutralização/lavagem 20, (c) um tanque de separação 30, (d) uma coluna de destilação de C4 40 e (e) uma coluna de adsorção de impureza 42 e inclui, ainda, uma coluna de remoção de água 44 e uma coluna de destilação de polímero leve (LP | *light*

polymer) 50.

[00017] O reator 10 é fornecido com um catalisador através de uma linha de injeção de catalisador e uma matéria-prima, tal como o isobuteno, que é diluída com um solvente orgânico inativo através de uma linha de injeção de matéria-prima, e, no reator 10, a matéria-prima é polimerizada, produzindo, assim, um produto de reação. O produto de reação 10 é descarregado através de uma parte inferior do reator 10 e depois é alimentado ao tanque de neutralização/lavagem 20.

[00018] O catalisador é composto por um catalisador principal, um cocatalisador e um cocatalisador auxiliar. Um exemplo de catalisador principal é um ácido de Lewis selecionado do grupo constituído, por exemplo, de trifluoreto de boro, tricloreto de boro, tricloreto de alumínio e cloreto de zinco; exemplos de um cocatalisador inclui água ou um composto alcoólico e do cocatalisador auxiliar inclui um composto de éter alquílico. Um catalisador de Friedel-Crafts típico pode ser utilizado como catalisador principal sem limitação. Por exemplo, um ácido de Lewis, tal como o trifluoreto de boro, tricloreto de boro, tricloreto de alumínio e cloreto de zinco pode ser utilizado como catalisador principal, porém, a utilização de trifluoreto de boro com uma excelente atividade para induzir a produção de vinilideno terminal e favorável para fins comerciais é mais preferida. O trifluoreto de boro é alimentado, de forma que o conteúdo do trifluoreto de boro esteja em uma faixa de 0,05 a 1 partes em peso, preferencialmente, de 0,1 a 1 partes em peso, mais preferencialmente de 0,15 a 0,95 partes em peso, com base em 100 partes em peso de isobuteno.

[00019] O cocatalisador essencial para as reações serve como um doador de próton (H^+) para a iniciação da reação e água ou um composto de álcool, tendo de 1 a 4 átomos de carbono, pode ser utilizada(o) sem limitação. Exemplos de compostos de álcool podem incluir metanol, etanol, propanol, álcool isopropílico (isopropanol), butanol, isobutanol, etc.

[00020] Além disso, o cocatalisador auxiliar serve para estabilizar os prótons produzidos pelo cocatalisador e ajustar a reatividade e um éter alquílico (R_1-O-R_2), tendo de 2 a 10 átomos de carbono, pode ser utilizado sem limitação. Exemplos de éteres alquílicos podem incluir éter dimetílico, éter dietílico, éter dipropílico, éter sec-butil isopropílico, éter sec-butílico, éter isoamílico, éter isoamil isopropílico, éter isoamil sec-butílico, etc.

[00021] Entretanto, é preferível que o catalisador seja injetado, de modo que a qualidade do produto possa ser facilmente controlada. O catalisador pode ser injetado como um complexo, que é uma mistura do catalisador principal, do cocatalisador e do cocatalisador auxiliar, ou, alternativamente, o catalisador principal, o cocatalisador e o cocatalisador auxiliar podem ser individual e seletivamente injetados.

[00022] A matéria-prima de reação utilizada para preparar o polibuteno inclui 10% em peso ou mais, preferencialmente de 25 a 70% em peso, de isobuteno. Por exemplo, o isobuteno puro diluído com um solvente orgânico inativo pode ser utilizado. Isobutano, butano normal, pentano normal, isopentano e hexanos são exemplos de solventes orgânicos inativos. Entre eles, o isobutano e o butano normal são preferidos uma vez

que estes têm o ponto de ebulição similar ao do isobuteno de forma a serem facilmente recirculados após destilação.

[00023] Em seguida, água e um agente neutralizante, que são alimentados através de uma linha de transferência entre o reator 10 e o tanque de neutralização/lavagem 20, são adicionados ao produto de reação (b) no tanque de neutralização/lavagem 20 para remover o catalisador do produto da reação para neutralização e remover as impurezas no produto de reação por lavagem. A produção de reação após a remoção do catalisador e da neutralização é descarregada ao lado do tanque de neutralização/lavagem 20 e é alimentada ao (c) tanque de separação 30.

[00024] Em (c), o tanque de separação 6 serve para separar o produto de reação em compostos orgânicos e água, utilizando o princípio da separação de camada. A água (águas residuais), incluindo o catalisador que é lavado no tanque de neutralização/lavagem 20, é descarregada na parte inferior do tanque de separação 30 e os compostos orgânicos sem o catalisador são descarregados na parte superior do tanque de separação 30.

[00025] Em (d), a coluna de destilação de C4 40, entre os compostos orgânicos alimentados do tanque de separação 30, a matéria-prima não reagida, tal como o isobuteno e o solvente orgânico inativo, é destilada. A matéria-prima destilada e o solvente orgânico inativo são fornecidos à coluna de adsorção de impureza 42 através da parte superior da coluna de destilação de C4 40 e os compostos orgânicos restantes são descarregados na parte inferior da coluna de destilação de C4 40 e alimentados à coluna de destilação de polímero leve (LP) 50.

[00026] Em (e), a coluna de adsorção de impureza 42, o

ácido halogênico incluído na matéria prima não reagida, tal como o isobuteno destilado não reagido e o solvente orgânico inativo da coluna de destilação de C4 40, é removido por um adsorvente preenchido na coluna de adsorção de impurezas 42; desse modo, a matéria-prima é capaz de ser recirculada. A matéria-prima não reagida como o isobuteno e o solvente orgânico inativo, que são livres do ácido halogênico, são descarregados na parte superior da coluna de adsorção de impureza 42 e fornecidos à coluna de remoção de água 44 ou à linha de injeção de matéria-prima, sendo um componente opcional. Um elemento de halogênio no ácido halogênico é incluído em um catalisador principal, tal como o trifluoreto de boro (BF_3) e o ácido halogênico é um tipo HX gerado em um processo de morte (inativação) do catalisador após a reação de polimerização. São exemplos de ácido halogênico o ácido fluorídrico (HF) ou o ácido clorídrico (HCl), etc.

[00027] Exemplos de adsorventes preenchidos na coluna de adsorção de impurezas 42 incluem hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2), óxido de cálcio (CaO), carbonato de cálcio (CaCO_3), cloreto de cálcio (CaCl_2), hidróxido de potássio (KOH), carbonato de potássio (K_2CO_3), bicarbonato de potássio (KHCO_3), cloreto de potássio (KCl), hidróxido de sódio (NaOH), carbonato de sódio (Na_2CO_3), hidrogenocarbonato de sódio (NaHCO_3), sílicas sólidas, aluminas sólidas, uma resina de troca de ânion, tendo uma resina na qual um grupo amina é anexado, e resinas de troca catiônica, tendo uma resina na qual um grupo de sulfo é anexado. Entre eles, é preferível utilizar hidróxido de cálcio, óxido de cálcio, carbonato de cálcio, cloreto de cálcio, sílicas sólidas, aluminas sólidas, resinas e semelhantes, que sejam insolúveis em água, após a adsorção de íons

de halogênio (X^-), por exemplo, do íon fluoreto (F^-).

[00028] O tamanho das partículas do adsorvente deve ser adequado, de modo a ser facilmente aplicado a um reator de leito fixado de forma tubular, em que os catalisadores são fixados e a substância a ser reagida flui para fora. O tamanho (diâmetro) da partícula adsorvente é de 0,1 a 100 mm, preferencialmente de 0,5 a 100 mm, mais preferencialmente de 1 a 95 mm. Quando o diâmetro é inferior a 0,1 mm, ou seja, quando as partículas são partículas de pó minúsculas, pode ser difícil de aplicar a partícula adsorvente no reator de leito fixado de forma tubular. Quando o diâmetro for maior que 100 mm, a eficiência de adsorção pode ser rapidamente reduzida. Além disso, as partículas adsorventes devem ser processadas (moldadas) em uma forma constante. Por exemplo, as partículas adsorventes podem ser processadas em uma forma esférica, em uma forma cilíndrica, uma forma de pastilha, etc., e a forma esférica é a mais preferida. Obviamente, todos os tipos de catalisador podem ser aplicados a um reator de tanque de agitação contínua (CSTR | *continuous stirred-tank reactor*), sendo um reator de fluxo misto (MFR | *mixed flow reactor*), no entanto, um pó minúsculo permanece no reator e, assim, neste caso, o reator não é adequado.

[00029] Conforme necessário, a coluna de remoção de água 44 pode, ainda, ser incluída. A água na matéria-prima não reagida, tal como o isobuteno não reagido e o solvente orgânico inativo fornecido da coluna de adsorção de impureza 42, é removida na coluna de remoção de água 44. Então, a matéria-prima não reagida, tal como o isobuteno não reagido e o solvente orgânico inativo que são livres de água, é realimentada na linha de injeção de

matéria-prima. Além disso, na coluna de destilação de LP 50, o polibuteno é obtido pela destilação do polímero leve (LP) nos compostos orgânicos restantes da coluna de destilação de C4 40. O polímero leve destilado (LP) é descarregado na parte superior da coluna de destilação de LP 50 e recolhido na mesma e o polibuteno sem o LP é transferido para a parte inferior da coluna de destilação de LP 50 e armazenado em um tanque de produto.

[00030] A seguir, o método de recirculação de matéria-prima na preparação de polibuteno, de acordo com a presente invenção, é descrito detalhadamente com referência à Fig. 1. A Fig. 1 fornecida para descrever o método mostra apenas uma aplicação e a presente invenção não está limitada a esta figura.

[00031] Um método para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, de acordo com a presente invenção, inclui as etapas de produzir um produto de reação em um reator, no qual um catalisador e uma matéria-prima de reação, diluídos com um solvente orgânico inativo, são fornecidos e polimerizados, remover o catalisador do produto da reação e neutralizar o produto da reação, separar o produto de reação em compostos orgânicos e água, destilar uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo de compostos orgânicos, após o aquecimento dos compostos orgânicos, remover o ácido halogênico da matéria-prima destilada não reagida e do solvente orgânico inativo, utilizando um adsorvente, e fornecer novamente a matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo, dos quais o ácido halogênico é removido, ao reator.

[00032] O método para recirculação de matéria-prima para preparação do polibuteno é descrito em detalhes. O catalisador

principal, o cocatalisador, o cocatalisador auxiliar e uma matéria-prima, tal como o isobuteno, que é diluído em um solvente orgânico inativo, são fornecidos ao reator 10 e são polimerizados nele, produzindo, assim, um produto de reação, caracterizado pelo peso molecular do produto e pelo conteúdo de vinilideno e similares serem determinados através do controle de temperatura de reação, da intensidade do catalisador e de um conteúdo de isobuteno após a reação. Água e um agente neutralizante, alimentados através da linha de transferência entre o reator 10 e o tanque de neutralização/lavagem 20, são adicionados para a produção de reação, descarregados a partir do reator 10. O catalisador é retirado do produto de reação por lavagem e, depois, a neutralização é feita para remover as impurezas do produto de reação. O produto de reação entregue ao tanque de separação 30 é separado em compostos orgânicos e água (águas residuais) por um princípio de separação de camada. Posteriormente, a água contendo o catalisador é tratada como água residual e os compostos orgânicos são descarregados na coluna de destilação de C4 40. Na coluna de destilação de C4 40, os compostos orgânicos alimentados do tanque de separação 30 são aquecidos, de forma que entre os compostos orgânicos, a matéria-prima não reagida, como o isobuteno não reagido, e um solvente orgânico inativo nos compostos orgânicos, sejam destilados. A matéria-prima destilada e o solvente orgânico inativo são transferidos para a coluna de adsorção de impurezas 42, e os compostos orgânicos restantes são transferidos para a coluna de destilação de polímeros leves (LP) 50. Em seguida, na coluna de adsorção de impurezas 42, o ácido halogênico incluído na matéria-prima, tais como o isobuteno

destilado não reagido e o solvente orgânico inativo, os quais são fornecidos através da coluna de destilação de C4 40, são adsorvidos e removidos utilizando um adsorvente preenchido na coluna de adsorção de impurezas 42, a fim de recircular a matéria-prima. A matéria-prima, como o isobuteno não reagido, e o solvente orgânico inativo, os quais são livres de ácido halogênico, são reforcidos ao reator pela coluna de remoção de água 44 ou pela linha de injeção de matéria-prima, preparando continuamente o polibuteno.

[00033] Conforme necessário, as águas contidas na matéria-prima, tal como o isobuteno não reagido e o componente orgânico inativo que são fornecidos a partir da coluna de adsorção de impurezas 42, são removidas na coluna de remoção de água 44 e, então, a matéria-prima, tal como o isobuteno não reagido e o solvente orgânico inativo que são livres de água, é realimentada no reator pela linha de injeção de matéria-prima, efetuando uma polimerização contínua. Além disso, na coluna de destilação de LP 50, o polímero leve (LP) presente nos compostos orgânicos remanescentes da coluna de destilação de C4 é destilado para, na sequência, ser descarregado e coletado. Os polibutenos são armazenados no tanque de produto após remoção do PL.

[00034] Enquanto isso, o polibuteno é classificado em polibuteno de alta reatividade, polibuteno de reatividade média, e polibuteno geral (referido neste documento como polibuteno não reativo). Nos polibutenos de reatividade alta, o teor de vinilideno em um terminal molecular é maior que 70%, preferencialmente de 71 a 99%, mais preferencialmente de 75 a 95%, mais preferencialmente de 80 a 95%. Nos polibutenos de reatividade

media, o teor de vinilideno em um terminal molecular é de 40 a 70%, preferencialmente de 41 a 69%, mais preferencialmente de 45 a 65%. Nos polibutenos não reativos, o teor de vinilideno em um terminal molecular é menor que 40%, preferencialmente de 1 a 39%, mais preferencialmente de 5 a 35%. Além disso, o polibuteno reativo e o polibuteno não reativo preparados por polimerização geralmente têm um número de peso molecular médio (M_n) de 300 a 5.000.

[00035] O polibuteno de alta reatividade e o polibuteno de reatividade média podem ser polimerizados em condições gerais de reação. Por exemplo, é econômico efetuar a polimerização a uma temperatura entre -40 e 20°C , preferencialmente de -35 a 10°C a uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, preferencialmente de $3,5$ a 10 kg/cm^2 , por um tempo de retenção de 5 a 100 minutos, preferencialmente de 10 a 45 minutos, de forma que a matéria-prima seja mantida em um estado líquido. Além disso, a taxa de conversão do isobuteno é de 70% ou mais, preferencialmente de 80 a 95%, durante a polimerização do polibuteno.

[00036] O polibuteno não reativo pode ser polimerizado em condições gerais de reação. Por exemplo, é econômico efetuar a reação, de forma que a matéria-prima esteja em um estado líquido a uma temperatura entre -20 a 60°C , preferencialmente de -10 a 40°C , por um tempo de retenção de 5 a 100 minutos, preferencialmente de 10 a 45 minutos a uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, preferencialmente de $3,5$ a 10 kg/cm^2 . Além disso, uma taxa de conversão do isobuteno é de 70% ou mais, preferencialmente de 90 a 95% durante a polimerização do polibuteno.

[00037] Conforme descrito acima, quando o polibuteno é

preparado de acordo com o método da presente invenção, o isobuteno, como matéria-prima, é recirculado e, então, uma polimerização contínua é efetuada. Dessa forma, a matéria-prima participando no início da primeira reação é raramente perdida. Uma vez que o isobuteno é amplamente utilizado como matéria-prima, ao invés do polibuteno, do éter metil t-butílico (MTBE | *methyl t-butyl ether*) para aumento do número de octanos da gasolina, t-butanol, como um produto químico, e borracha de isobuteno isopreno (IIR | *isoprene isobutene rubber*) utilizada em pneus de automóveis e na indústria de borracha, além de outros semelhantes, a quantidade de isobuteno é insuficiente. Dessa forma, o rendimento de produção aumenta através da presente invenção, a qual possui uma grande vantagem na utilização eficiente da matéria-prima insuficiente.

[00038]

A seguir, a presente invenção será descrita em mais detalhes com referência aos Exemplos que seguem. O escopo da presente invenção não se limita aos Exemplos a seguir e abrange modificações do campo técnico substancialmente equivalente ao mesmo.

EXEMPLO 1: POLIMERIZAÇÃO DE POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM PESO MOLECULAR DE 2.300, QUANDO A MATÉRIA-PRIMA É RECIRCULADA ATRAVÉS DA COLUNA DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00039]

Um catalisador complexo, incluindo isopropanol (cocatalisador) / trifluoreto de boro (catalisador principal) em uma relação molar de 1,5 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, juntamente com butano normal, como um solvente orgânico inativo, foram injetados em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura do reator a -27°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, de forma que a

matéria-prima fosse mantida em estado líquido. O tempo médio de retenção foi de 45 minutos e o catalisador foi alimentado tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,27 partes em peso com base em 100 partes em peso do isobuteno. Após 180 minutos, um produto de reação descarregado do reator foi misturado com 5% em peso de uma solução de soda cáustica, como um agente neutralizante, e depois transferido para um tanque de neutralização/lavagem, parando a polimerização e removendo o catalisador. Posteriormente, as águas residuais sem o catalisador foram transferidas para o tanque de separação e, então, descarregadas a uma parte inferior do tanque de separação e removidas. Os compostos orgânicos restantes após a remoção do catalisador no produto da reação foram impulsionados a uma parte superior do tanque de separação e, então, alimentados em uma coluna de destilação de C4. Os compostos orgânicos alimentados na coluna de destilação de C4 foram aquecidos a 100°C e o isobuteno não reagido e o butano normal entre os compostos orgânicos foram destilados na proporção de peso de aproximadamente 14:86 e transferidos para uma coluna de adsorção de impureza, que foi preenchida com hidróxido de cálcio como adsorvente de impureza através de uma parte superior da coluna de destilação de C4. A água no isobuteno não reagido e no butano normal, que são livres de ácido halogênico na coluna de adsorção de impureza, foi removida da coluna de remoção de água e, em seguida, fornecida ao reator através da linha de injeção de matéria-prima. Os remanescentes dos compostos orgânicos alimentados a uma coluna de destilação de LP através da parte inferior da coluna de destilação de C4 foram aquecidos a 230°C e 25 torrs por um tempo de retenção de 30 minutos. O LP foi destilado, descarregado e

coletado na parte superior da coluna de destilação de LP. O polibuteno de alta reatividade foi descarregado na parte inferior da coluna de destilação de LP e armazenado no tanque de produto. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 951 g (rendimento = 95,1%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado. O peso molecular e a polidispersividade do polibuteno de alta reatividade foram medidos através de cromatografia de permeação em gel (GPC | *gel permeation chromatography*) e o vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi analisado utilizando C13-NMR. Como resultado, o conteúdo de vinilideno foi de 87,5% (número de peso molecular médio (Mn) = 2.370 e polidispersividade (Pd) = 1,81).

EXEMPLO 2: POLIMERIZAÇÃO DE POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM PESO MOLECULAR DE 1.000, QUANDO A MATÉRIA-PRIMA É RECIRCULADA ATRAVÉS DA COLUNA DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00040] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,75 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, junto com butano normal, como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar a polimerização, mantendo a temperatura do reator a -17°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. Foi realizada polimerização para obtenção de um produto da mesma forma que no Exemplo 1, exceto por um catalisador que foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,33 partes em peso com base em 100 partes em peso do isobuteno e o isobuteno não reagido

e o butano normal em um composto orgânico alimentados em uma coluna de destilação de C4 foram destilados em uma relação de peso de aproximadamente 12:88. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 938 g (rendimento = 93,8%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado e o teor de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi de 89,2% (Mn=960 e Pd=1,31).

EXEMPLO 3: POLIMERIZAÇÃO DE POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM PESO MOLECULAR DE 750, QUANDO A MATÉRIA-PRIMA É RECIRCULADA ATRAVÉS DA COLUNA DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00041] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,8 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foram injetados em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -12°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o trifluoreto de boro foi alimentado em uma quantidade de 0,4 partes de peso com base em 100 partes em peso do isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal em compostos orgânicos, alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destilados em uma relação de peso de aproximadamente 12:88. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 926 g (rendimento=92,6%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado e o teor de vinilideno do polibuteno de alta reatividade

foi de 88% (Mn=780 e Pd=1,24).

EXEMPLO COMPARATIVO 1: POLIMERIZAÇÃO DO
POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 2.300,
QUANDO A MATERIA-PRIMA É RECIRCULADA SEM A APLICAÇÃO DA COLUNA
DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00042] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foram injetados em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -27°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,27 partes em peso com base em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destilados na proporção de peso de aproximadamente 15:85 e, então, alimentados diretamente em uma coluna de remoção de água sem passar por uma coluna de adsorção de impurezas. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 949 g (rendimento =94,9%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi 78,8% (Mn=2.320 e Pd=1,84).

EXEMPLO COMPARATIVO 2: POLIMERIZAÇÃO DO
POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 2.300,

QUANDO A MATERIA-PRIMA NÃO É RECIRCULADA.

[00043] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -27°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,27 partes em peso com base em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destiladas na proporção de peso de aproximadamente 14:86 e, então, coletados sem recirculação. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 722 g (rendimento=72,2%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi 87,6% ($M_n=2.370$ e $P_d=1,85$).

EXEMPLO COMPARATIVO 3: POLIMERIZAÇÃO DO POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 1.000, QUANDO A MATERIA-PRIMA É RECIRCULADA SEM A APLICAÇÃO DA COLUNA DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00044] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano

normal como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -17°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,33 partes em peso com base em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destilados na proporção de peso de aproximadamente 12:88 e, então, diretamente alimentados na coluna de remoção de água sem passar pela coluna de adsorção e impurezas. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 935 g (rendimento=93,5%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi 79,7% ($M_n=970$ e $P_d=1,3$).

EXEMPLO COMPARATIVO 4: POLIMERIZAÇÃO DO POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 1.000, QUANDO A MATERIA-PRIMA NÃO É RECIRCULADA.

[00045] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -17°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido,

e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,33 partes em peso com base em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destilados na proporção de peso de aproximadamente 12:88 e, então, coletados sem recirculação. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 714 g (rendimento=71,4%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi 88,8% (Mn=970 e Pd=1,34).

EXEMPLO COMPARATIVO 5: POLIMERIZAÇÃO DO POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 750, QUANDO A MATERIA-PRIMA É RECIRCULADA SEM A APLICAÇÃO DA COLUNA DE ADSORÇÃO DE IMPUREZAS.

[00046] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -12°C. O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm² ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,4 partes em peso com base

em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destiladas na proporção de peso de aproximadamente 12:88 e, então, diretamente alimentados em uma coluna de remoção de água sem passar através de uma coluna de adsorção de impurezas. A partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 920 g (rendimento = 92%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi de 79% ($M_n=770$ e $Pd=1,23$).

EXEMPLO COMPARATIVO 6: POLIMERIZAÇÃO DO POLIBUTENO DE ALTA REATIVIDADE COM UM PESO MOLECULAR DE 750, QUANDO A MATERIA-PRIMA NÃO É RECIRCULADA.

[00047] Um catalisador complexo, incluindo trifluoreto de boro/isopropanol em uma relação molar de 1,6 e isobuteno controlado em uma quantidade de 50% em peso, utilizando o butano normal como um solvente orgânico inativo, foi injetado em um reator para realizar polimerização, mantendo a temperatura de um reator a -12°C . O reator foi mantido sob uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais, tal que a matéria-prima foi mantida em estado líquido, e o tempo médio de retenção foi de 45 minutos. A polimerização para obtenção de um produto foi realizada da mesma forma que no Exemplo 1, exceto que o catalisador foi alimentado, tal que a quantidade de fluoreto de boro foi de 0,4 partes em peso com base em 100 partes em peso de isobuteno e o isobuteno não reagido e o butano normal, em compostos orgânicos alimentados em uma coluna de destilação de C4, foram destilados na proporção de peso de aproximadamente 12:88 e, então, coletados sem recirculação. A

partir de 180 minutos após o início da reação, uma quantidade de produção de polibuteno de alta reatividade foi de 705 g (rendimento=70,5%) com base em 1 kg de isobuteno puro injetado, sendo que o conteúdo de vinilideno no polibuteno de alta reatividade foi de 88,1% (Mn=760 e Pd=1,22).

[00048] As propriedades físicas e as condições de reação do polibuteno preparado de acordo com os Exemplos de 1 a 3 e os Exemplos Comparativos de 1 a 6 são resumidas na Tabela 1 abaixo.

TABELA 1

	Quantidade de produção (g) de polibuteno por 1 kg de isobuteno/rendimento (%)	Quantidade utilizada do catalisador com base em 100 partes em peso do isobuteno (partes em peso)	Temperatura de reação (°C)	Teor de vinilideno (%)	Mn (Pd)
Exemplo 1	951/95,1	0,27	-27	87,5	2370 (1,81)
Exemplo 2	938/93,8	0,33	-17	89,2	960 (1,31)
Exemplo 3	926/92,6	0,4	-12	88	780 (1,24)
Exemplo Comparativo 1	949/94,9	0,27	-27	78,8	2320 (1,84)
Exemplo Comparativo 2	722/72,2	0,27	-27	87,6	2370 (1,85)
Exemplo Comparativo 3	935/93,5	0,33	-17	79,7	970 (1,3)
Exemplo Comparativo 4	714/71,4	0,33	-17	88,8	970 (1,34)
Exemplo Comparativo 5	920/92	0,4	-12	79	770 (1,23)
Exemplo Comparativo 6	705/70,5	0,4	-12	88,1	760 (1,22)

[00049] Conforme mostrado na Tabela 1, quando o método para recirculação do isobuteno não reagido da matéria-prima e o solvente orgânico inativo no reator são utilizados após a remoção do ácido halogênico através da coluna de adsorção de impurezas (Exemplos 1 a 3), uma quantidade de produção de polibuteno por unidade de peso de uma matéria-prima pode ser maximizada e o

conteúdo de vinilideno é aumentado, produzindo, assim, polibuteno de alta qualidade. Por outro lado, quando a matéria-prima é recirculada sem aplicação da coluna de adsorção de impurezas (Exemplos Comparativos 1, 3 e 5), a quantidade de produção de polibuteno por unidade de peso de uma matéria-prima é alta, mas o conteúdo de vinilideno é baixo. Quando a matéria-prima não é recirculada (Exemplos Comparativos 2, 4 e 6), o conteúdo de vinilideno é alto, mas a quantidade de produção de polibuteno por unidade de peso de uma matéria-prima é baixa. Por conseguinte, pode-se confirmar que o polibuteno de baixa qualidade é preparado ou uma grande quantidade de matéria-prima é consumida em comparação com os Exemplos de 1 a 3, em que a coluna de adsorção de impurezas é utilizada.

REIVINDICAÇÕES:

1. Dispositivo para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, compreendendo:

um reator, no qual um catalisador e uma matéria-prima de isobuteno, a qual é diluída com um solvente orgânico inativo, são fornecidos e polimerizados para produzir um produto de reação;

um tanque de neutralização/lavagem para remover o catalisador do produto de reação e neutralizar o produto de reação o qual é descarregado de um reator;

um tanque de separação para separar o produto de reação, o qual é entregue do tanque de neutralização/lavagem em compostos orgânicos e água;

uma coluna de destilação de C4 para destilar uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo a partir de compostos orgânicos, a qual é entregue do tanque de separação;
e

uma coluna de adsorção de impurezas para remover o ácido halogênico da matéria-prima destilada e não reagida e do solvente orgânico inativo, o qual é transferido da coluna de destilação de C4 utilizando um adsorvente, e

meios para reabastecer a matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo, a partir do qual o ácido de halogênio é removido, para o reator,

caracterizado por o ácido de halogênio ser ácido fluorídrico (HF) ou ácido clorídrico (HCl), e

o adsorvente ser selecionado do grupo constituído de hidróxido de cálcio, óxido de cálcio, carbonato

de cálcio, cloreto de cálcio, hidróxido de potássio, carbonato de potássio, bicarbonato de potássio, cloreto de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, hidrogenocarbonato de sódio, sílicas sólidas, aluminas sólidas, uma resina de troca de ânion, tendo uma resina na qual é anexado um grupo amina, e resinas de troca catiônica, tendo uma resina na qual é anexado um grupo de sulfo.

2. Dispositivo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo diâmetro da partícula adsorvente ser de 0,1 a 100 mm.

3. Dispositivo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo composto alcoólico ser selecionado do grupo constituído por metanol, etanol, propanol, álcool isopropílico (isopropanol), butanol e isobutanol e o composto de éter alquílico ser selecionado do grupo constituído de éter dimetílico, éter dietílico, éter dipropílico, éter sec-butil isopropílico, éter sec-butílico, éter isoamílico, éter isoamil isopropílico e éter isoamil sec-butílico.

4. Dispositivo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo conteúdo de trifluoreto de boro ser de 0,05 a 1 partes em peso em relação a 100 partes em peso do isobuteno.

5. Método para recirculação de uma matéria-prima na preparação de polibuteno, compreendendo:

produzir um produto de reação em um reator no qual um catalisador e uma matéria-prima de isobuteno a qual é diluída com um solvente orgânico inativo, são fornecidos e polimerizados nele;

remover o catalisador do produto de reação e

neutralizar o produto de reação;

separar o produto de reação em compostos orgânicos e água;

destilar uma matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo a partir de compostos orgânicos após o aquecimento dos compostos orgânicos;

remover o ácido halogênico da matéria-prima destilada não reagida e do solvente orgânico inativo, utilizando um adsorvente em uma coluna de adsorção de impurezas ; e

fornecer novamente a matéria-prima não reagida e o solvente orgânico inativo, dos quais o ácido halogênico é removido, ao reator;

caracterizado por o catalisador compreender um catalisador principal, um cocatalisador e um cocatalisador auxiliar, em que o catalisador principal é um ácido de Lewis selecionado do grupo constituído de trifluoreto de boro, tricloreto de boro, tricloreto de alumínio, cloreto de zinco, o cocatalisador é água ou um composto alcoólico e o cocatalisador auxiliar é um composto de éter alquílico,

o ácido de halogênio ser ácido fluorídrico (HF) ou ácido clorídrico (HCl), e

o adsorvente ser selecionado do grupo constituído de hidróxido de cálcio, óxido de cálcio, carbonato de cálcio, cloreto de cálcio, hidróxido de potássio, carbonato de potássio, bicarbonato de potássio, cloreto de potássio, hidróxido de sódio, carbonato de sódio, hidrogenocarbonato de sódio, sílicas sólidas, aluminas sólidas, uma resina de troca de ânion, tendo uma resina na qual é anexado um grupo amina, e resinas

de troca catiônica, tendo uma resina na qual é anexado um grupo de sulfo.

6. Método de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo polibuteno ser um polibuteno de alta reatividade, um polibuteno de reatividade média e um polibuteno não reativo.

7. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo polibuteno de alta reatividade ser polimerizado a uma temperatura de -40 a 20°C e a uma pressão de 3 kg/cm^2 ou mais por um tempo de retenção de 5 a 100 minutos.

FIG.1

