



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

(11) PI 0718752-1 B1

(22) Data do Depósito: 24/10/2007

(45) Data de Concessão: 10/04/2018



* B R P I 0 7 1 8 7 5 2 B 1 *

(54) Título: PROCESSO MULTISTÁGIO PARA A POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINAS.

(51) Int.Cl.: C08F 10/00; C08F 297/08; C08L 23/00; B01J 8/24; B01J 8/26

(30) Prioridade Unionista: 15/11/2006 EP 06124105.5

(73) Titular(es): BASELL POLIOLEFINE ITALIA S.R.L.

(72) Inventor(es): GIUSEPPE PENZO; ROBERTO RINALDI

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO MULTISTÁGIO PARA A POLIMERIZAÇÃO DE OLEFINAS"**.

A presente invenção refere-se a um processo multistágio para a polimerização de olefinas. A invenção refere-se também ao uso de um aparelho para realizar tal processo de polimerização multistágio.

A polimerização de olefinas em dois ou mais reatores de fase de gás serialmente conectados permite produzir polímeros de olefina com propriedades aperfeiçoadas e/ou simplificar os processos de produção existentes. Isto é tornado possível através da escolha de condições de polimerização nos segundo ou subsequentes reatores diferentes das condições de reação existentes no primeiro reator de polimerização. Tipicamente, polímeros de olefina se formam em grânulos incluindo um componente catalisador, que continua a exercer uma atividade catalítica mesmo quando as partículas de polímero são transferidas para um reator de fase de gás sucessivo. O polímero resultante do primeiro reator de fase de gás é transferido para o segundo reator de fase de gás, onde polimerização é continuada sob condições diferentes. Deste modo, frações de polímero diferentes podem se formar no mesmo grânulo catalítico através da manutenção de uma composição diferente da mistura de fase de gás em cada reator.

Exemplos de polímeros que podem ser produzidos através de um processo de fase de gás multistágio incluem polímeros bimodais ou multimodais obtidos através da manutenção em uma concentração diferente de terminador de cadeia, tal como hidrogênio, em cada reator; e copolímeros aleatórios ou heterofásicos obtidos através de polimerização de (co)monômeros diferentes em cada reator. O termo "copolímero heterofásico" inclui também misturas de polímero em reator.

Dependendo do polímero produzido, processos de fase de gás multistágio podem ter deficiências com relação à capacidade de fluxo do polímero, ou porque o polímero é pegajoso e tem tendência a aglomerar ou porque ele pode ser indesejavelmente compactado em certas zonas do aparelho, incluindo as zonas de transferência de um reator para o sucessivo.

A transferência do polímero de um reator de fase de gás para o

outro é uma etapa crítica de um processo de polimerização multiestágio. Uma descarga direta de polímero de um reator a montante para um reator a jusante não permite manter condições de polimerização realmente diferentes no reator a jusante, devido à quantidade substancial de gases e hidrocarbó-
5 nos dissolvidos associada com o polímero transferido para o reator a jusante.

Uma solução que foi proposta por um longo tempo é desgaseificação do polímero sólido descarregado do reator a montante, então submissão do polímero para um estágio de compressão e transferência dele para o
10 reator de polimerização a jusante.

Um processo de acordo com a solução acima é revelado na EP-B-192427. A transferência do polímero para o reator a jusante após o estágio de compressão é realizada por meio de uma corrente de gás compreendendo a mistura de gás vindo da linha de reciclagem de gás do reator a jusante. A dita mistura de gás foi esfriada para uma temperatura de pelo menos 20° C menor do que a temperatura do reator a jusante. O dispositivo de transferência descrito compreende pelo menos três recipientes separados: um recipiente de descarga conectado ao reator a montante, equipado com válvulas para prevenir retirada excessiva de polímero do reator a montante;
15 uma câmara de descompressão equipada com válvulas e conectada ao recipiente de descarga; uma câmara de compressão equipada com válvulas e conectada ao reator a jusante. O curso do polímero através desta série de recipientes e válvulas e tubos associados é bastante tortuoso e, no caso de polímeros tendo a tendência em serem pegajosos ou serem compactados,
20 pode gerar agregados de polímero indesejados e, eventualmente, pedaços que comprometem a operação da instalação. Acima de tudo, o dispositivo de transferência acima sofre a grande desvantagem de falhar em prover uma transferência contínua de polímero do reator de reator-gás a montante para o reator a jusante, conforme mostrado pela revelação da EP-B-192427 (col.
25 14, linhas 14-19): todas as operações de retirada, descompressão, compressão, transferência e introdução de polímero no reator a jusante são realizadas periodicamente.
30

Um dispositivo de transferência similar é revelado na EP-B-050013. De acordo com esta patente, o dispositivo de transferência compreende um recipiente onde o polímero é descarregado, o dito recipiente definindo uma zona de gás inerte onde um gás inerte é passado para cima a partir do fundo para substituir a maioria da mistura de gás de reação vindo do reator a jusante. Depois o polímero, sempre mantido em uma atmosfera do gás inerte acima, é transferido para uma câmara pequena (zona de coleta de polímero), que é conectada com a mistura de reação de gás vindo do reator a jusante. A substituição de mistura de reação de gás com um gás inerte ajuda a reduzir ou prevenir polimerização no dispositivo de transferência, deste modo, eliminando a deposição de polímero sobre as paredes do dispositivo de transferência e bloqueio do mesmo. No entanto, a solução proposta sofre a desvantagem de que a mistura de gás de reação no segundo reator de polimerização é consideravelmente enriquecida no dito gás inerte. Isto torna necessário introduzir uma quantidade adicional considerável de monômeros de olefina no reator a jusante, que pode requerer um aumento do tamanho do reator ou um aumento da pressão total do gás neste reator. Além disso, também o dispositivo de transferência descrito na EP-B-050013 falha em prover uma transferência contínua de polímero do reator a montante para o reator a jusante. Isto é porque a câmara pequena coletando o polímero deve ser primeiro carregada com o polímero, e apenas sucessivamente o polímero pode ser descarregado dela através da abertura da linha conectada com a mistura de reação de gás do reator a jusante.

A EP-B-503791 refere-se a um processo de fase de gás multietágio para produção de uma mistura de polímero de etileno bimodal em uma sequência de dois reatores de leito fluidizado. Um polietileno de peso molecular alto (HMV) é produzido no primeiro reator, sucessivamente transferido para o segundo reator onde um polietileno de peso molecular baixo (LMW) é produzido. O dispositivo de transferência compreende um tanque de descarga para coleta do polímero de HMW descarregado do primeiro reator e uma base de transferência conectada ao segundo reator de fase de gás. Periodicamente, quando polímero de HMW suficiente é formado no primeiro reator,

o polímero e o catalisador são transferidos para o tanque de descarga, onde o gás de reação aprisionado com o polímero é descarregado do topo do tanque de descarga. Uma vez a quantidade desejada de polímero tendo sido introduzida no tanque de descarga, o sistema de transferência para o segundo reator é ativado através da abertura de uma válvula adequada para forçar o polímero de HMW para o alojamento de transferência. O alojamento de transferência é então isolado do tanque de descarga a montante e pressurizado com gás de ciclo de reator vindo do reator a jusante. O dispositivo de transferência descrito na EP 503791 é eficiente na prevenção do gás de reação do reator a montante de entrar no reator a jusante, no entanto, este dispositivo de transferência não pode assegurar uma transferência contínua e segura de polímero entre os dois reatores de fase de gás, uma vez que todas as operações de descarga, desgaseificação, pressurização, transferência e introdução de polímero de pó de polímero no reator a jusante são realizadas intermitentemente. Desvantagens sérias estão associadas com os sistemas de transferência de polímero revelados nos sistemas de transferência da técnica anterior. No caso de um dispositivo pertencente ao sistema de transferência estar funcionando mal ou entupir, a instalação de polimerização toda tem que ser paralisada. Ainda, a partir do ponto de vista de operação a operação descontínua de transferência de polímero leva a uma flutuação distinta no nível do leito de polímero dentro do reator a jusante, quando uma batelada do produto de polímero é introduzida no reator a jusante. Esta flutuação influencia alguns parâmetros de operação no reator a jusante e pode ter um impacto considerável sobre a qualidade do polímero produzido.

O IBM Technical Disclosure Bulletin Vol. 40, Nº 09 (Setembro 1997) descreve um dispositivo para transferência de polímero entre dois reatores de leito fluidizado conectados em série. Polímero granular e gás de reação são intermitentemente descarregados do reator a montante para um dos dois tanques de descarga intermediários dispostos em paralelo, onde o gás e polímero se separam. Gás de reação aprisionado é transferido de cada tanque de descarga para um tanque de agitação, onde o gás de reação é

temporariamente armazenado para equalizar a pressão entre os dois tanques. Além disso, a fim de minimizar o carregamento do gás de reator a montante para o reator a jusante, o tanque de descarga é despressurizado e um filtro de tanque é conectado a cada tanque de descarga para prevenir
5 que sólidos atinjam o equipamento a jusante. O mesmo tanque de descarga, previamente despressurizado, é então pressurizado com o gás de reciclagem que vem da liberação do compressor pertencente ao reator a jusante. O polímero é então transportado para o reator a jusante usando o dito gás de reciclagem como o meio de condução. Embora sendo capaz de transferir o
10 polímero entre os dois reatores de fase de gás de uma maneira contínua, este dispositivo de transferência resulta particularmente complexo devido à presença de muitos recipientes, tal como um par de tanques de agitação e um par de filtros de tanque, que são conectados a cada tanque de descarga intermediário. Como uma consequência, muitas linhas conectando os recipientes
15 acima e um grande número de válvulas liga/desliga postas nas ditas linhas têm que ser usadas para conseguir uma transferência de polímero confiável, então tornando este dispositivo de transferência particularmente complexo e não fácil de ser controlado.

Deste modo, há a necessidade de prover um dispositivo simples
20 e confiável de polimerização de fase de gás multiestágio para transferir continuamente as partículas de polímero de um reator a montante para um reator a jusante, sem qualquer alteração indesejada da composição de gás no reator a jusante.

É um objeto da presente invenção um processo para a polimeri-
25 zação multiestágio de olefinas compreendendo uma polimerização de fase de gás realizada em pelo menos dois reatores de fase de gás serialmente conectados, a descarga contínua de polímero e mistura de reação de gás a partir de um reator a montante para um dispositivo de transferência e a alimentação contínua de polímero a partir do dito dispositivo de transferência
30 para um reator a jusante, o dito dispositivo de transferência compreendendo:

a) uma câmara de separação onde a dita mistura de reação de gás é removida do polímero;

b) pelo menos um par de câmaras estanques trabalhando intermitentemente em paralelo, onde uma das ditas câmaras estanques é continuamente cheia com o polímero vindo da etapa a), enquanto simultaneamente a outra é continuamente pressurizada por meio de um gás compreendendo a mistura de reação vindo do dito reator a jusante.

O processo para a polimerização de olefinas de acordo com a presente invenção compreende uma polimerização de fase de gás multiestágio realizada em pelo menos dois reatores de fase de gás serialmente conectados um ao outro. O processo pode compreender reator(es) adicional(ais), onde a polimerização é realizada na fase de gás ou em um meio líquido compreendendo um ou mais monômeros líquidos e, opcionalmente, um diluente de polimerização. Tipicamente, polimerização em meio líquido é realizada a montante da polimerização na fase de gás e pode incluir um estágio de pré-polimerização. É uma modalidade preferida da invenção realizar, polimerização de fase de gás multiestágio a montante, uma primeira etapa de polimerização em monômero líquido, opcionalmente na presença de um diluente, realizada em um reator de alça.

Os dois reatores de fase de gás serialmente conectados usados no processo da invenção podem ser qualquer tipo de reator de fase de gás, por exemplo, ou um reator de leito fluidizado de fase de gás ou um dos reatores de leito agitado, onde um leito de polímero é formado na presença de um catalisador de polimerização. Para os propósitos do processo da invenção, é importante que a maioria do fluido de reação esteja no estado gasoso e o polímero esteja em forma de partícula. Também reator de polimerização de fase de gás tendo duas zonas de polimerização interconectadas distintas, conforme descrito na EP 782587 e na EP 1012195, pode ser usado no processo da invenção.

Os reatores de fase de gás preferidos são reatores de leito fluidizado. Este tipo de reator é provido com um dispositivo para descarregar sólidos do fundo do reator, e com uma linha de reciclagem externa para a mistura de gás de reação, equipado com um compressor e um trocador de calor. Tal linha de reciclagem assegura que o leito de polímero seja mantido

em um estado fluidizado.

Como o catalisador de polimerização, é possível usar todos os tipos conhecidos de catalisador que são adequados para polimerização de olefina. Menção particular pode ser feita de catalisadores Ziegler/Natta, catalisadores Phillips baseados em cromo e catalisadores de sítio único, em particular catalisadores de metalloceno, sem ser restrito a eles.

A poliolefina se cria na forma de grânulos tendo morfologia e tamanho mais ou menos regulares, dependendo da morfologia e do tamanho do catalisador, e em condições de polimerização. Dependendo do catalisador usado, as partículas de polímero geralmente têm um tamanho médio de a partir de algumas centenas a alguns milhares de microns. No caso de catalisadores de cromo, as partículas médias têm um tamanho de a partir de cerca de 400 a 600 μm e no caso de catalisador Ziegler/Natta o tamanho de partícula médio é cerca de 1200-3000 μm .

De acordo com a presente invenção pelo menos dois reatores de polimerização de fase de gás são conectados por meio de um dispositivo de transferência, que recebe uma quantidade controlada de polímero e mistura de gás de reação do reator de fase de gás a montante. O dispositivo de transferência compreende uma câmara de separação onde a mistura de reação de gás é removida do polímero (etapa a), de modo a prevenir a mistura de reação de reator a montante de entrar no reator a jusante. Técnicas de separação diferentes podem ser realizadas na etapa a) de acordo com o conhecimento daqueles versados na técnica. De preferência na câmara de separação da etapa a) o polímero é desgaseificado: a pressão parcial de todos os componentes para a mistura de gás é diminuída, que torna possível queimar a maioria dos hidrocarbonos dissolvidos nas partículas de polímero, também aqueles em uma forma líquida. Tal queima ou evaporação rápida de hidrocarbonos líquidos está associada com uma diminuição de temperatura, que junto com uma pressão parcial reduzida de monômeros, inibe continuação da reação de polimerização no dispositivo de transferência da presente invenção.

As condições de polimerização em ambos os reatores de fase

de gás da invenção são tais de modo a ter uma temperatura em uma faixa de a partir de 50 a 120° C e uma pressão em uma faixa de 5 a 40 bar. Em geral, com relação às condições de polimerização no reator a montante a pressão na câmara de separação da etapa a) é diminuída em valores próximos da pressão atmosférica, geralmente em uma faixa de 10 a 300 kPa (0,1 a 3,0 bar), de preferência 50 a 200 kPa (0,5-2,0 bar). Deste modo, o polímero é continuamente desgaseificado na câmara de separação da etapa a) e continuamente transferido para um par de câmaras estanques trabalhando intermitentemente em paralelo (etapa b). Cada uma dessas câmaras estanques opera de um modo contínuo esta sequência de operações:

- (1) carregamento com polímero vindo da etapa a), enquanto mantendo o funil isolado do reator a jusante;
- (2) pressurização por meio de um gás compreendendo a mistura de reação do reator a jusante, enquanto mantendo o funil isolado da câmara de separação da etapa a).

Durante a pressurização (2) o polímero é também simultaneamente descarregado da câmara estanque e então transferido para o reator a jusante.

Quando o primeiro funil de compressão está envolvido com a etapa (1), o segundo está envolvido com a etapa (2) e vice-versa. Este trabalho em paralelo maximiza a taxa de fluxo de descarga do reator a montante e otimiza a transferência de polímero, substancialmente contínua, do reator a jusante para o reator a montante. Ainda, a pressurização por meio de uma mistura de gás vindo do reator a jusante reduz o risco de mudanças indesejadas em condições de reação existentes no reator de fase de gás a jusante.

De acordo com uma modalidade preferida da invenção, o dito gás operando a pressurização das câmaras estanques é retirado da linha de reciclagem do reator a montante em um ponto a jusante do compressor e a jusante do trocador de calor. De acordo com este aspecto, a porção da mistura de gás de reação alimentada às câmaras estanques não sofre nenhum estágio de esfriamento, então sua temperatura é substancialmente não me-

nor do que a temperatura da mistura de gás de reação no reator a jusante.

Ainda, tal corrente vindo da linha de reciclagem do reator a jusante é de preferência alimentada às câmaras estanques, sem qualquer adição de gás inerte ou formação de monômeros. Então, sua composição é
5 substancialmente a mesma que aquela da mistura de gás de reação dentro do reator a jusante.

De acordo com outro aspecto da invenção, o dispositivo de transferência da presente invenção está geralmente localizado em um ponto acima do nível do leito fluidizado no reator a jusante, de modo que a transfe-
10 rência de polímero para o reator a jusante é realizada por uma ação combinada de pressão e gravidade.

Como um resultado do processo da invenção, a transferência de mistura de gás de reação do reator a montante A para o reator a jusante B é muito limitada e depende apenas da pressão de desgaseificação adotada na
15 câmara de separação da etapa a). Foi constatado que se a pressão de desgaseificação na etapa a) for mantida dentro da faixa de 20 a 200 kPa (0,2 – 2 bar), é possível operar os dois reatores de fase de gás em condições de composição diferentes, sem qualquer contaminação significativa de reator a jusante B a partir da mistura de gás de reação presente em reator A a mon-
20 tante.

Outra vantagem do processo de acordo com a invenção é que a transferência de polímero do reator a montante para o reator a jusante não requer nem adição de gás inerte na linha de transferência nem um esfria-
25 mento da corrente de gás usada para transferir o polímero para o reator a jusante.

A invenção refere-se também a um aparelho para realizar o processo multiestágio descrito acima para a polimerização de olefina, o aparelho compreendendo pelo menos dois reatores de fase de gás serialmente conectados e um dispositivo de transferência transferindo o polímero do rea-
30 tor a montante para o reator a jusante, cada reator tendo uma linha de reciclagem externa (R, R') que recicla continuamente o gás de fluidização através dos ditos reatores, a dita linha (R, R') sendo equipada com um compres-

sor e um trocador de calor a jusante do dito compressor, o dito dispositivo de transferência compreendendo:

- uma câmara de separação de gás/sólido posta entre o dito reator a montante e um par de câmaras estanques;

5 - um par de câmaras estanques, posto em disposição em paralelo, diretamente conectado com a dita linha de reciclagem R' do dito reator a jusante e em conexão com a zona de polimerização do dito reator a jusante.

No que segue da descrição, o processo e aparelho de acordo com a invenção serão descritos com referência a dois reatores de leito fluidi-
10 zado conectados em série, sendo compreendido que outros reatores de fase de gás ou líquidos podem ser ajustados a montante e/ou a jusante dos dois reatores de leito fluidizado.

A invenção é ilustrada ainda por meio da Figura 1, que é um diagrama simplificado representando uma modalidade preferida, mas não-
15 limitante, da presente invenção.

No aparelho esquematicamente representado na Figura 1, A e B são reatores de leito fluidizado de fase de gás para a polimerização de olefinas. O reator A pode ser o primeiro reator de polimerização do processo multiestágio ou outro(s) reator(es) pode(m) ser disposto(s) a montante do reator A. Para o propósito da presente descrição, o reator A pode receber
20 através da linha 1 a partir do dispositivo F a montante um polímero produzido em um reator a montante ou um pré-polímero e/ou componente de catalisador. No desenho simplificado na Figura 1 linhas de alimentação para monômero, gás inerte, regulador de peso molecular e outros ingredientes possíveis foram omitidas, uma vez que elas são conhecidas da pessoa versada na técnica. Cada reator A, B de leito fluidizado é equipado com uma linha de reciclagem R, R' para continuamente reciclar o gás de fluidização através do leito do polímero 2, 3, respectivamente. Cada linha de reciclagem R, R' é
25 equipada com um compressor 4, 4' e um trocador de calor 5, 5' posto a jusante do compressor.
30

As partículas de polímero produzidas nos reatores A e B são continuamente descarregadas do fundo do leito do polímero por meio das

válvulas de descarga 6, 6' controladas por um dispositivo de controle de nível LC. Isto assegura que o nível do leito de polímero 2, 3 nos reatores A e B, respectivamente, seja mantido constante.

O polímero e a mistura de gás de reação acompanhante são então descarregados do reator A por meio de válvula de descarga 6 e transportados através da linha 7 para o dispositivo de transferência da presente invenção, substancialmente compreendendo uma câmara de separação de gás-sólido 8 e um par de câmara estanque 9, 9' disposto em paralelo. Cada uma das ditas câmaras estanques 9, 9' está conectada à dita câmara de separação 8 através de duas válvulas de descarga separadas 12 e 12'.

A câmara de separação de gás-sólido 8 está localizada em um ponto alto o suficiente para tornar possível descarga sucessiva de sólidos nas câmaras estanques 9, 9' essencialmente pela gravidade. Um estágio de descompressão é realizado na câmara de separação 8, onde a pressão é mantida próximo da pressão atmosférica, de preferência na faixa de 20 a 200 kPa (0,2-2,0 bar). Gás separado do polímero sólido passa por um filtro 10 na porção superior da câmara de separação 8 e é sucessivamente reciclado para a linha de reciclagem do reator A por meio da linha 11. O tamanho da câmara de separação 8 é grande o suficiente para conter uma quantidade de polímero que permite uma transferência suave de sólido para estágios sucessivos. No caso de polímeros pegajosos ou facilmente compactáveis, polímero na câmara 8 é mantido sob condições de fluidização através da reciclagem de uma porção do gás separado para a câmara 8 abaixo de uma grade de distribuição (não mostrada), posta na parte de fundo da dita câmara de separação 8. Se apropriado, condições de fluidização podem ser apoiadas por agitação mecânica.

Polímero é então transferido para um par de câmaras estanques 9, 9' posto abaixo da câmara de separação 8 e acima do leito de polímero 3 no reator a jusante B. As câmaras estanques 9, 9' têm uma porção inferior cônica com paredes inclinadas de um ângulo maior do que o ângulo de repouso dos grânulos de polímero.

Enchimento da câmara estanque 9 é promovido através da aber-

tura da válvula de descarga 12 posta a jusante da câmara de separação 8 e simultaneamente pela abertura da válvula 13 posta na linha 14, que é uma tubulação de descarga que permite descarregar na câmara de separação 8 gás residual transferido para a câmara estanque 9 junto com as partículas de polímero. Da mesma maneira, enchimento da câmara estanque 9' é promovido através da abertura da válvula de descarga 12' posta a jusante da câmara de separação 8 e simultaneamente através da abertura da válvula 13' posta na linha 14', que é uma tubulação de descarga que permite descarga para a câmara de separação 8 de gás residual transferido para a câmara estanque 9' junto com o polímero.

Câmaras estanques 9, 9' são providas, respectivamente, com válvulas de descarga de fundo 15, 15' em conexão com os tubos de transferência 16, 16', que transferem alternativamente as partículas de polímero para o leito de polímero fluidizado 3 do reator de fase de gás a jusante. Os tubos 16 e 16' são inclinados de um ângulo com relação à linha vertical. De preferência o dito ângulo não é maior do que 45° , com mais preferência ele é compreendido entre 15° e 30° .

A linha de reciclagem de gás R', que recicla continuamente o gás de fluidização através do leito de polímero 3 do reator a jusante B, é conectada através da linha 17 à parte superior da câmara estanque 9. A corrente de gás reciclado é absorvida em um ponto da linha de reciclagem R' localizada logo a jusante do compressor 4', a jusante do trocador de calor 5'. Ao abrir a válvula de pressurização 18 a mistura de reação reciclada vindo do reator a jusante B pode pressurizar a câmara estanque 9. Da mesma maneira, abrindo a válvula de pressurização 18' a mistura de reação reciclada vindo da linha R' do reator a jusante B pode entrar na câmara estanque 9', então pressurizando-a.

Os dois funis 9 e 9' trabalham intermitentemente em paralelo de acordo com uma sequência regular controlada por uma unidade de controle central.

Enchimento da câmara estanque 9 é realizado fechando a válvula 15 e abrindo as válvulas 12 e 13: sólidos são então descarregados da câ-

mara 8 e enchem o funil 9, enquanto gás aprisionado no polímero é descarregado através da válvula 13 e retornado para a câmara de separação 8. Uma vez o enchimento do funil 9 estando completo, válvulas 12 e 13 são fechadas, enquanto as válvulas 15 e 18 são abertas. Abertura da válvula 18 causa uma pressurização do funil 9 por uma porção da mistura do gás de reação do reator B bombeada pelo compressor 4' através da linha 17. A abertura simultânea da válvula de descarga 15 permite descarregar polímero através do efeito combinado de pressão e gravidade através do tubo 16 no leito de polímero 3 do reator a jusante B. Uso de uma porção da mistura de gás de reação retirado precisamente no compressor a jusante 4' da linha de reciclagem R' permite explorar o cabeçote integral disponível do compressor 4', que torna possível transferir polímero do funil 9 para o reator B em uma taxa de fluxo alta. Quando descarga do polímero do funil 9 é terminada, as válvulas 15 e 18 são fechadas.

A mesma sequência de operações, mas fora de fase, é realizada pelo funil 9'. Enquanto polímero é transferido da câmara de separação 8 para a primeira câmara de pressurização 9, a válvula de descarga 12' é mantida fechada. Nesse ínterim, durante o enchimento do funil 9, as válvulas 15' e 18' são abertas, então causando pressurização do funil 9' e, deste modo, a transferência de partículas de polímero do funil 9' para o reator a jusante B através do tubo 16'. Quando enchimento do funil 9 está completo, a válvula de descarga 12 é fechada e simultaneamente as válvulas 12 e 13 são abertas, de modo a iniciar o enchimento do segundo funil 9': as válvulas 15' e 18' são fechadas, de modo que o funil 9' é cheio com o polímero vindo da câmara de separação 8. Durante o enchimento do funil 9, as válvulas 15 e 18 são abertas, então causando a pressurização do funil 9 e, então, a transferência de partículas de polímero do funil 9 para o reator a jusante B através do tubo 16.

Pressão é liberada do funil 9' através de uma válvula 19 montada em uma linha 20 levando a uma câmara de separação 21 do reator B, tendo o mesmo projeto que aquele do reator A, onde uma mistura de gás é separada do polímero descarregado do reator B. A dita mistura de gás, após

ser recomprimida, é reintroduzida através da linha 22 para a linha de reciclagem R' do reator B. Quando pressões foram equilibradas, um novo ciclo de transferência pode ser realizado.

5 O polímero vindo do reator B a jusante é continuamente desgasificado e descarregado da câmara de separação 21 através da linha 23 e pode ser transferido para um reator de polimerização sucessivo ou para um estágio de tratamento de acabamento, como é conhecido da pessoa versada na técnica.

10 É aparente que o dispositivo de transferência da presente invenção torna possível uma transferência contínua de polímero do reator A para o reator B, uma vez que embora uma das duas câmaras estanques seja cheio com polímero vindo da câmara 8, a outra câmara estanque é esvaziada, então transferindo polímero para o reator a jusante B. O resultado é que polímero é transferido sem qualquer interrupção para o reator a jusante B
15 por meio de tubos 16 e 16'. Opcionalmente os tubos 16, 16' podem continuamente receber fluxo de uma porção da mistura de gás de reação retirada da linha 17, de modo que qualquer depósito de sólido nos ditos tubos é evitado. O projeto do dispositivo de transferência e a sequência de operação de separação de gás/sólido em etapa a) e carregamento de polímero/transferência de pressurização em etapa b) são tais de modo que o nível
20 de polímero na câmara de separação 8 é quase constante. Tipicamente, válvulas 15, 18 e 15', 18' são atuadas por um sinal disparado pelo nível de sólido na câmara de separação 8.

25 Os monômeros de olefina polimerizados através do processo da invenção têm a fórmula $\text{CH}_2=\text{CHR}$, onde R é hidrogênio ou um radical hidrocarbono tendo 1-12 átomos de carbono. Exemplos de poliolefinas que podem ser obtidas são:

- polietileno de alta densidade (HDPE tendo uma densidade relativa maior do que 0,940) incluindo homopolímeros de etileno e copolímeros de etileno com α -olefinas tendo 3 a 12 átomos de carbono;
30

- polietileno linear de baixa densidade (LLDPE tendo uma densidade relativa menor do que 0,940) e de uma densidade muito baixa e densi-

dade ultra baixa (VLDPE e ULDPE tendo uma densidade relativa menos do que 0,920 para 0,880) consistindo em copolímeros de etileno com uma ou mais α -olefinas tendo 3 a 12 átomos de carbono;

5 - terpolímeros elastoméricos de etileno e propileno com proporções pequenas de dieno ou copolímeros elastoméricos de etileno e propileno com um teor de unidades derivadas de etileno de entre cerca de 30 e 70% em peso,

10 - polipropileno isotático e copolímeros cristalinos de propileno e etileno e/ou outras α -olefinas tendo um teor de unidades derivadas de propileno de mais do que 85% em peso;

- copolímeros isotáticos de propileno e α -olefinas, tal como 1-buteno, com um teor de α -olefina de até 30% em peso;

15 - polímeros de propileno resistentes a impacto obtidos através de polimerização sequencial de propileno e misturas de propileno com etileno contendo até 30% em peso de etileno;

- polipropileno atático e copolímeros amorfos de propileno e etileno e/ou outras α -olefinas contendo mais do que 70% em peso de unidades derivadas de propileno.

20 A polimerização de olefina multiestágio aqui descrita não é restrita ao uso de nenhuma família particular de catalisadores de polimerização. A invenção é útil em qualquer reação de polimerização exotérmica empregando qualquer catalisador, seja ele apoiado ou não-apoiado, e sem importar se ele está em forma pré-polimerizada.

25 A reação de polimerização pode ser realizada na presença de sistemas catalíticos altamente ativos, tal como catalisadores Ziegler-Natta, catalisadores de sítio único, catalisadores à base de cromo, catalisadores à base de vanádio.

30 Um sistema de catalisador Ziegler-Natta compreende os catalisadores obtidos através da reação de um composto de metal de transição de grupos 4 a 10 da Tabela Periódica de Elementos (nova notação) com um composto organometálico do grupo 1, 2 ou 13 da Tabela Periódica de Elementos.

Em particular, o composto de metal de transição pode ser selecionado dentre os compostos de Ti, V, Zr, Cr e Hf. Compostos preferidos são aqueles de fórmula $Ti(OR)_nX_{y-n}$ onde n compreendia entre 0 e y; y é a valência de titânio; X é halogênio e R é um grupo hidrocarbono tendo 1-10 átomos de carbono ou um grupo COR. Dentre eles, particularmente preferidos são compostos de titânio tendo pelo menos uma ligação Ti-halogênio tal como tetra haletos de titânio ou halogenoalcoolatos. Compostos de titânio específicos preferidos são $TiCl_3$, $TiCl_4$, $Ti(OBu)_4$, $Ti(OBu)Cl_3$, $Ti(OBu)_2Cl_2$, $Ti(OBu)_3Cl$.

Compostos organometálicos preferidos são os compostos organo-Al e em particular compostos Al-alquila. O composto alquila-Al é de preferência escolhido dentre os compostos de trialquilamônio tal como, por exemplo, trietilamônio, triisobutilalumínio, tri-n-butilalumínio, tri-n-hexilalumínio, tri-n-octilalumínio. É também possível usar haletos de alquilalumínio, hidretos de alquilalumínio ou sesquicloreto de alquilalumínio tal como Et_2AlCl e $Al_2Et_3Cl_3$ opcionalmente em mistura com os ditos compostos trialquil alumínio.

Catalisadores de ZN de alto rendimento particularmente adequados são aqueles onde o composto titânio é apoiado em haleto de magnésio em forma ativa que é de preferência $MgCl_2$ em forma ativa. Particularmente para a preparação de polímeros cristalinos de olefinas CH_2CHR , onde R é um grupo hidrocarbono C_1-C_{10} , compostos doadores de elétron internos podem ser apoiados no $MgCl_2$. Tipicamente eles podem ser selecionados dentre ésteres, éteres, aminas e cetonas. Em partículas, o uso de compostos pertencentes a 1,3-diéteres, éteres cíclicos, ftalatos, benzoatos, acetatos e succinatos é preferido.

Quando for desejado obter um polipropileno cristalino altamente isotático, é aconselhável usar, além do doador de elétron presente no componente catalítico sólido, um doador de elétron externo (ED) adicionado ao componente de cocatalisador de alquil alumínio ou ao reator de polimerização. Esses doadores de elétron externos podem ser selecionados dentre álcoois, glicóis, ésteres, cetonas, aminas, amidas, nitrilas, alcoxisilanos e

éteres. Os compostos doadores de elétron (ED) podem ser usados sozinhos ou em mistura um com os outros. De preferência o composto ED é selecionado dentre éteres alifáticos, ésteres e alcoxissilanos. Éteres preferidos são os éteres alifáticos C₂-C₂₀ e em particular os éteres cíclicos tendo de preferência 3-5 átomos de carbono, tal como tetraidrofurano (THF), dioxana.

Ésteres preferidos são alquil ésteres de ácidos carboxílicos C₁-C₂₀ alifáticos e em particular C₁-C₈ alquil ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos tal como acetato de etila, formiato de metila, etilformiato, metilacetato, propilacetato, i-propilacetato, n-butilacetato, i-butilacetato. Os alcoxissilanos preferidos são de fórmula $R_a^1R_b^2Si(OR^3)_c$, onde a e b são n^{os} inteiros de 0 a 2, c é um n^o inteiro de 1 a 3 e a soma (a+b+c) é 4; R¹, R² e R³ são radicais alquila, cicloalquila ou arila com 1-18 átomos de carbono. Particularmente preferidos são os compostos de silício onde a é 1, b é 1, c é 2, pelo menos um de R¹ e R² é selecionado de grupos alquila, cicloalquila ou arila ramificados com 3-10 átomos de carbono e R³ é um grupo C₁-C₁₀ alquila, em particular metila.

Outros catalisadores úteis são os catalisadores baseados em vanádio, os quais compreendem o produto de reação de um composto vanádio com um composto alumínio, opcionalmente na presença de um composto orgânico halogenado. Opcionalmente o composto vanádio pode ser apoiado em um carreador inorgânico, tal como sílica, alumina, cloreto de magnésio. Compostos vanádio adequados são VCl₄, VCl₃, VOCl₃, acetil acetato de vanádio.

Outros catalisadores úteis são aqueles baseados em compostos de cromo, tal como óxido de cromo em sílica, também conhecidos como catalisadores Phillips.

Outros catalisadores úteis são catalisadores de sítio único, por exemplo, sistemas de catalisador baseado em metalloceno que compreendem:

- pelo menos um composto de metal de transição contendo pelo menos uma ligação π ;
- pelo menos um alumoxano ou um composto capaz de formar

um cátion de alquilmetaloceno; e
opcionalmente um composto organo-alumínio.

Uma classe preferida de compostos de metal contendo pelo menos uma ligação π são compostos metaloceno pertencentes à fórmula (I) que segue:



onde M é um metal de transição pertencente aos grupos 4, 5 ou aos grupos lantanídeo ou actinídeo da Tabela Periódica de Elementos; de preferência M é zircônio, titânio ou háfnio;

os substituintes X, iguais ou diferentes uns dos outros, são ligantes sigma monoaniônicos selecionados do grupo consistindo em hidrogênio, halogênio, R^6 , OR^6 , OCOR^6 , SR^6 , NR^6_2 e PR^6_2 , onde R^6 é um radical hidrocarbono contendo de a partir de 1 a 40 átomos de carbono; de preferência, os substituintes X são selecionados do grupo consistindo em $-\text{Cl}$, $-\text{Br}$, $-\text{Me}$, $-\text{Et}$, $-\text{n-Bu}$, $-\text{sec-Bu}$, $-\text{Ph}$, $-\text{Bz}$, $-\text{CH}_2\text{SiMe}_3$, $-\text{OEt}$, $-\text{Por}$, $-\text{OBu}$, $-\text{OBz}$ e $-\text{NMe}_2$;

p é um n° inteiro igual ao estado de oxidação do metal M menos 2;

n é 0 ou 1; quando n é 0 a ponte L não está presente;

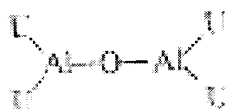
L é uma porção hidrocarbono divalente contendo de a partir de 1 a 40 átomos de carbono, opcionalmente contendo até 5 átomos de silício, ligando em ponte Cp e A, de preferência L é um grupo divalente $(\text{ZR}^7_2)_n$; Z sendo C, Si e os grupos R^7 , iguais ou diferentes uns dos outros, sendo hidrogênio ou um radical hidrocarbono contendo de a partir de 1 a 40 átomos de carbono;

com mais preferência L é selecionado de $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$, SiPh_2 , SiPhMe , $\text{SiMe}(\text{SiMe}_3)$, CH_2 , $(\text{CH}_2)_2$, $(\text{CH}_2)_3$ ou $\text{C}(\text{CH}_3)_2$;

Cp é um grupo ciclopentadienila substituído ou não-substituído, opcionalmente condensado para um ou mais anéis substituídos ou não-substituídos, saturados, insaturados ou aromáticos;

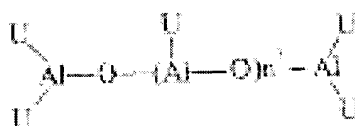
A tem o mesmo significado de Cp ou ele é uma porção NR^7 , $-\text{O}$, S , onde R^7 é um radical hidrocarbono contendo de a partir de 1 a 40 átomos de carbono;

Alumoxanos usados como componente b) são considerados ser compostos lineares, ramificados ou cíclicos contendo pelo menos um grupo do tipo:



onde os substituintes U, iguais ou diferentes, são acima definidos.

5 Em particular, alumoxanos da fórmula:



podem ser usados no caso de compostos lineares, onde n^1 é 0 ou um n° inteiro de a partir de 1 a 40 e onde os substituintes U, iguais ou diferentes, são átomos de hidrogênio, átomos de halogênio, radicais C_1 - C_{20} -alquila, C_3 - C_{20} -cicloalquila, C_6 - C_{20} -arila, C_7 - C_{20} -alquilarila ou C_7 - C_{20} -arilalquila, opcionalmen-
 10 te contendo átomos de silício ou germânio, contanto que pelo menos um U seja diferente de halogênio, e j varie de 0 a 1, sendo também um número não-inteiro; ou alumoxanos da fórmula:



podem ser usados no caso de compostos cíclicos, onde n^2 é um n° inteiro de a partir de 2 a 40 e os substituintes U são definidos como acima.

15 O catalisador pode ser adequadamente empregado na forma de um pó de pré-polímero preparado de antemão durante um estágio de pré-polimerização com o auxílio de um catalisador conforme acima descrito. A pré-polimerização pode ser realizada através de qualquer processo adequado, por exemplo, polimerização em um diluente de hidrocarbono líquido ou
 20 na fase de gás usando um processo em batelada, um processo semicontínuo ou um processo contínuo.

Os exemplos que seguem vão ilustrar mais a presente invenção sem limitar seu escopo.

ExemplosCaracterização

Índice de fusão L (MIL) [dg/min]: medido de acordo com ISO 1133

5 Módulo de elasticidade flexural (MEF) [MPa]: medido de acordo com ISO 178

IZOD a 23°C [kJ/m²]: medido de acordo com ISO 180

Índice de solubilidade (XS) [% em peso]

10 O método que segue é usado para determinar a porcentagem de homopolímero ou copolímero de polipropileno solúvel em orto-xileno a 25° C.

Uma quantidade pesada de amostra é dissolvida em orto-xileno a 135° C: a solução é esfriada sob condições controladas e mantida a 25° C de modo que o material insolúvel precipita. O precipitado é então filtrado, e
15 após filtragem uma alíquota de solução filtrada é evaporada e pesada (solúveis totais).

Exemplo 1

Um copolímero de propileno heterofásico é produzido por meio de um ajuste de processo compreendendo:

20 - um recipiente de pré-contato (não mostrado na Figura 1) para o pré-contato dos componentes do catalisador;

- um primeiro reator A de leito fluidizado para produzir um polipropileno cristalino;

25 - uma câmara de separação 8 para realizar a etapa a) da presente invenção;

- um par de câmaras estanques 9,9' para realizar a etapa b) da presente invenção;

- um segundo reator B de leito fluidizado para produzir um copolímero de etileno/propileno.

30 Ativação do Catalisador

Um sistema de catalisador Ziegler-Natta foi usado como o catalisador de polimerização compreendendo:

- um componente de catalisador sólido de titânio preparado com o procedimento descrito na EP 395 083, Exemplo 3, de acordo com o qual diisobutil ftalato é o doador interno;

- trietilamônio (TEAL) como o cocatalisador;

5 - dicitlopentildimetoxissilano (DCPMS) como o doador externo.

O componente de catalisador sólido acima (daqui em diante referindo como o "cat. sol.") é alimentado ao recipiente de pré-contato, a razão em peso de TEAL/cat.sol. sendo de 5, a razão em peso de TEAL/DCPMS sendo de 5. Os componentes acima fora pré-contatados em uma temperatura de 25° C por 10 minutos.

Polimerização Multiestágio

Propileno é polimerizado no primeiro reator A de fase de gás usando H₂ como o regulador de peso molecular e na presença de propano como diluente inerte. Nenhum comonômero é alimentado a este reator. Con-
15 juntos de propano, propileno e hidrogênio como regulador de peso molecular são alimentados a este reator. A polimerização de propileno é realizada em uma temperatura de 80° C e em uma pressão de 2 MPa (20 bar).

A composição da fase de gás no reator de leito fluidizado A é especificada na Tabela 1, bem como a separação de produção (% em peso)
20 do 1° reator. A fração solúvel em xileno da resina de polipropileno é de 2,3% em peso.

O polipropileno semicristalino obtido é continuamente descarregado, junto com a mistura de gás acompanhante, do reator de leito fluidizado A por meio de válvula de descarga 6 e transportado através da linha 7 para a
25 câmara 8 de separação de gás-sólido, que é operada em uma pressão de 140 kPa (1,4 bar) em uma temperatura de 75° C.

A mistura de gás separada do polímero sólido passa por um filtro de bolsa 10 na porção superior da câmara de separação 8 e é sucessivamente reciclada para a linha de reciclagem R do primeiro reator A de fase de
30 gás. As partículas de polipropileno desgaseificadas são então transferidas para um par de câmaras estanques 9, 9' posto abaixo da câmara de separação 8 e acima do leito de polímero 3 do reator B de leito fluidizado a jusante.

Os dois funis 9 e 9' trabalham intermitentemente em paralelo de acordo com as etapas operativas explicadas em conexão com a descrição da Figura 1. Quando um dos funis está envolvido com enchimento de polímero vindo da câmara de separação 8, o outro funil é pressurizado por meio da mistura de gás vindo da linha de reciclagem R' do segundo reator B de fase de gás. Câmaras estanques 9, 9' são providas, respectivamente, com válvulas de descarga inferiores 15, 15' em conexão com os tubos de transferência 16, 16' que alternativamente transferem as partículas de polímero para o leito de polímero fluidizado 3 do reator B de fase de gás a jusante.

Em particular, o polímero cai através da gravidade da câmara de separação 8 para a câmara estanque 9 ou 9' e durante a etapa de enchimento a pressão dentro da câmara estanque é diminuída para o mesmo valor existente na câmara de separação 8 (isto é, 140 kPa (1,4 bar)) através da abertura da válvula de descarga 13 ou 13'. Do contrário, quando o polímero é descarregado de cada câmara estanque 9 ou 9' e passa para o reator B de fase de gás a jusante, cada câmara estanque é pressurizada na pressão existente a jusante do compressor 4' na linha de reciclagem R' do segundo reator B de fase de gás. Um copolímero de etileno/propileno é preparado no reator B de leito fluidizado de acordo com as condições operativas mostradas na Tabela 1: a polimerização de fase de gás no reator B é realizada em uma temperatura de 70° C e em uma pressão de 1,7 MPa (17 bar). Levando em consideração que o cabeçote de pressão provido pelo compressor 4' é de cerca de 200 kPa (2 bar), a pressão da câmara estanque durante a etapa de esvaziamento é de cerca de 1,9 kPa (19 bar). Então, a pressão dentro de cada câmara estanque 9, 9' continuamente oscila de um valor mínimo de cerca de 140 kPa (1,4 bar) e um valor máximo de cerca de 1,9 MPa (19 bar).

O copolímero de etileno/propileno de borracha obtido no reator B é caracterizado por solubilidade em xileno de 68% em peso. O copolímero de propileno heterofásico derivando da polimerização sequencial acima é continuamente descarregado do segundo reator de fase de gás através da válvula de descarga 6'.

O dispositivo de transferência da invenção permite a operação

dos dois reatores A e B de polimerização de fase de gás em composições de monômero diferentes, sem qualquer contaminação significativa de reator B a jusante da mistura de gás de reação presente no reator A a montante.

Na Tabela 2 algumas propriedades estruturais (MIL, XS, teor de C_2H_4) e algumas propriedades mecânicas (IZOD, módulo flexural) do copolímero heterofásico são indicadas. O equilíbrio ótimo das propriedades mecânicas torna este copolímero heterofásico adequado para ser usado para produzir itens no campo automotivo.

Exemplo 2

Um copolímero de propileno heterofásico é produzido por meio do mesmo ajuste de processo do Exemplo 1.

O mesmo sistema de catalisador Ziegler-Natta do Exemplo 1 foi usado como o catalisador de polimerização. Os componentes do catalisador foram introduzidos no recipiente de pré-contato junto com propileno, em uma razão em peso de propileno/cat.sol. de 1,0. Os componentes acima foram pré-contatados em uma temperatura de 15° C por 10 minutos.

Polimerização Multiestágio

Propileno é polimerizado no primeiro reator A de fase de gás usando H_2 como o regulador de peso molecular e na presença de propano como diluente inerte. Nenhum comonômero é alimentado a este reator. Conjunto de propano, propileno e hidrogênio como regulador de peso molecular é alimentado a este reator. A polimerização de propileno é realizada em uma temperatura de 80° C e em uma pressão de 2 MPa (20 bar).

A composição da fase de gás no reator A de leito fluidizado é especificada na Tabela 1, bem como a separação de produção (% em peso) do 1° reator. A fração solúvel em xileno da resina de polipropileno é de 2,0% em peso.

O polipropileno semicristalino obtido é continuamente descarregado, junto com a mistura de gás acompanhante, do reator A por meio da válvula de descarga 6 e transportado através da linha 7 para a câmara 8 de separação de gás-sólido, que é operada em uma pressão de 160 KPa (1,6 bar) e uma temperatura de 75° C.

A mistura de gás separada do polímero sólido passa por um filtro bolsa 10 na porção superior da câmara de separação 8, e é sucessivamente reciclada para a linha de reciclagem R do primeiro reator A de fase de gás.

As partículas de polipropileno desgaseificadas são então transferidas para o par de câmaras estanques 9, 9'. O polímero cai através da gravidade da câmara de separação 8 para a câmara estanque 9 ou 9' e durante a etapa de enchimento a pressão dentro de cada câmara estanque é diminuída para o mesmo valor existente na câmara de separação 8 (isto é, 160kPa (1,6 bar)) através da abertura da válvula de descarga 13 ou 13'. Do contrário, quando polímero é descarregado de cada câmara estanque 9, 9' e passa para o reator B de fase de gás a jusante, cada câmara estanque é pressurizada na pressão existente a jusante do compressor 4' na linha de reciclagem R' do segundo reator B de fase de gás. Um copolímero de etileno/propileno é preparado no reator B de leito fluidizado de acordo com as condições operativas mostradas na Tabela 1: a polimerização de fase de gás no reator B é realizada em uma temperatura de 75° C e em uma pressão de 18 bar. Levando em consideração que o cabeçote de pressão provido pelo compressor 4' é de cerca de 200 kPa (2 bar), a pressão da câmara estanque durante a etapa de esvaziamento é de cerca de 2 MPa (20 bar). Então, a pressão dentro de cada câmara estanque 9, 9' continuamente oscila de um valor mínimo de cerca de 160 KPa (1,6 bar) a um valor máximo de cerca de 2 MPa (20 bar).

O copolímero de borracha obtido no reator B é caracterizado por solubilidade em xileno de 80% em peso. O copolímero de propileno heterofásico derivando da polimerização sequencial acima é continuamente descarregado do segundo reator de fase de gás através da válvula de descarga 6'.

O dispositivo de transferência da invenção permite a operação dos dois reatores de polimerização de fase de gás A e B em composições de monômero diferentes, sem qualquer contaminação significativa do reator B a jusante da mistura de gás de reação presente no reator A a montante.

Na Tabela 2 algumas propriedades estruturais (MIL, XS, teor de

C₂H₄) e algumas propriedades mecânicas (IZOD, módulo flexural) do copolímero de propileno heterofásico obtido são indicadas.

Tabela 1 – Condições de Polimerização

Condições de operação – 1º Reator	EXEMPLO 1	EXEMPLO 2
Temperatura (°C)	80	80
Pressão (bar)	20	20
H ₂ (% mol)	0,2	2,3
C ₃ H ₆ (% mol)	54,8	57,7
C ₃ H ₈ (% mol)	45,0	40
C ₂ H ₄ (% mol)	-	-
Separação (% mol)	60	70
Condições de operação – 2º Reator		
Temperatura (°C)	70	75
Pressão (bar)	17	18
H ₂ (% mol)	-	3,9
C ₃ H ₆ (% mol)	22,3	16,4
C ₃ H ₈ (% mol)	73,1	60,9
C ₂ H ₄ (% mol)	4,6	18,8

Tabela 2 – Copolímero Final

	MIL (dg/min)	XS (% em peso)	C ₂ H ₄ (% em peso)	IZOD a 23° (kJ/m ²)	Mod. Fle- xural (Mpa)
Exemplo 1	0,52	28,4	10,1	70	900
Exemplo 2	13,7	25,3	21,0	50	1100

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a polimerização multiestágio de olefinas, caracterizado pelo fato de que compreende uma polimerização de fase de gás realizada em pelo menos dois reatores de fase de gás (A, B) conectados serialmente, a descarga contínua de polímero e mistura de reação de gás de um reator a montante (A) para um dispositivo de transferência e a alimentação contínua de polímero a partir do dito dispositivo de transferência para um reator a jusante (B), o dito dispositivo de transferência compreendendo:
- a) uma câmara de separação (8) onde a dita mistura de reação de gás é removida do polímero;
- b) pelo menos um par de câmaras estanques (9, 9') trabalhando intermitentemente em paralelo, onde uma das ditas câmaras estanques (9, 9') é continuamente cheia com o polímero vindo da etapa a), enquanto simultaneamente a outra é continuamente pressurizada por meio de um gás compreendendo a mistura de reação vindo do dito reator a jusante (B).
2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os ditos reatores de fase de gás (A, B) são selecionados dentre reatores de leito fluidizado, reatores de leito agitado e reatores de polimerização tendo duas zonas de polimerização interconectadas distintas.
3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os ditos reatores de fase de gás (A, B) são operados em temperatura em uma faixa de 50 a 120°C.
4. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os ditos reatores de fase de gás (A, B) são operados em uma pressão em uma faixa de 1 a 3 MPa (10 a 30 bar).
5. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a pressão na câmara de separação (8) da etapa a) é diminuída em valores em uma faixa de 20 a 300 KPa (0,2 a 3,0 bar).
6. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as ditas câmaras estanques (9, 9') operam de um modo contínuo esta sequência de operações:

(1) carregamento com polímero vindo da etapa a), enquanto se mantém a câmara (9, 9') isolada do reator a jusante (B);

(2) pressurização por meio de um gás compreendendo a mistura de reação do reator a jusante (B), enquanto se mantém a câmara (9, 9') isolada da câmara de separação (8) da etapa a).

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que, durante a dita pressurização (2), o polímero é descarregado da dita câmara estanque (9, 9') e transferido para o reator a jusante (B).

8. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que, quando uma das ditas câmaras estanques (9, 9') está envolvida com a etapa (1), a outra está envolvida com a etapa (2).

9. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dito gás de pressurização da etapa b) vem da linha de reciclagem (R, R') do dito reator a jusante (B) em um ponto a jusante do compressor (4, 4') e a montante do trocador de calor (5, 5').

10. Aparelho para a polimerização multiestágio de olefinas, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos dois reatores de fase de gás (A, B) conectados serialmente e um dispositivo de transferência transferindo o polímero do reator a montante (A) para o reator a jusante (B), cada reator tendo uma linha de reciclagem externa (R, R') que recicla continuamente o gás de fluidização através dos ditos reatores, a dita linha (R, R') sendo equipada com um compressor (4, 4') e um trocador de calor (5, 5') a jusante do dito compressor (4, 4'), o dito dispositivo de transferência compreendendo:

- uma câmara de separação de gás/sólido (8) posta a jusante do dito reator a montante (A);

- um par de câmaras estanques (9, 9'), posto em uma disposição em paralelo, diretamente conectado à dita linha de reciclagem (R') do dito reator a jusante (B) e em conexão com a zona de polimerização do dito reator a jusante (B), em que cada uma das ditas câmaras estanques é conectada à dita câmara de separação (8) através de duas válvulas de descarga separadas (12, 12').

11. Aparelho de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o dito par de câmaras estanques é posto abaixo da dita câmara de separação (8) e acima do leito de polímero do dito reator a jusante (B).

5 12. Aparelho de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que as ditas câmaras estanques (9, 9') são providas com válvulas de descarga inferiores (12, 12'), conectadas com dois tubos de transferência (16, 16'), que alternativamente transferem as partículas de polímero para o leito de polímero do dito reator a jusante (B).

10 13. Aparelho de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que os ditos dois tubos de transferência (16, 16') são inclinados de um ângulo, com relação à linha vertical, compreendido entre 15° e 30°.

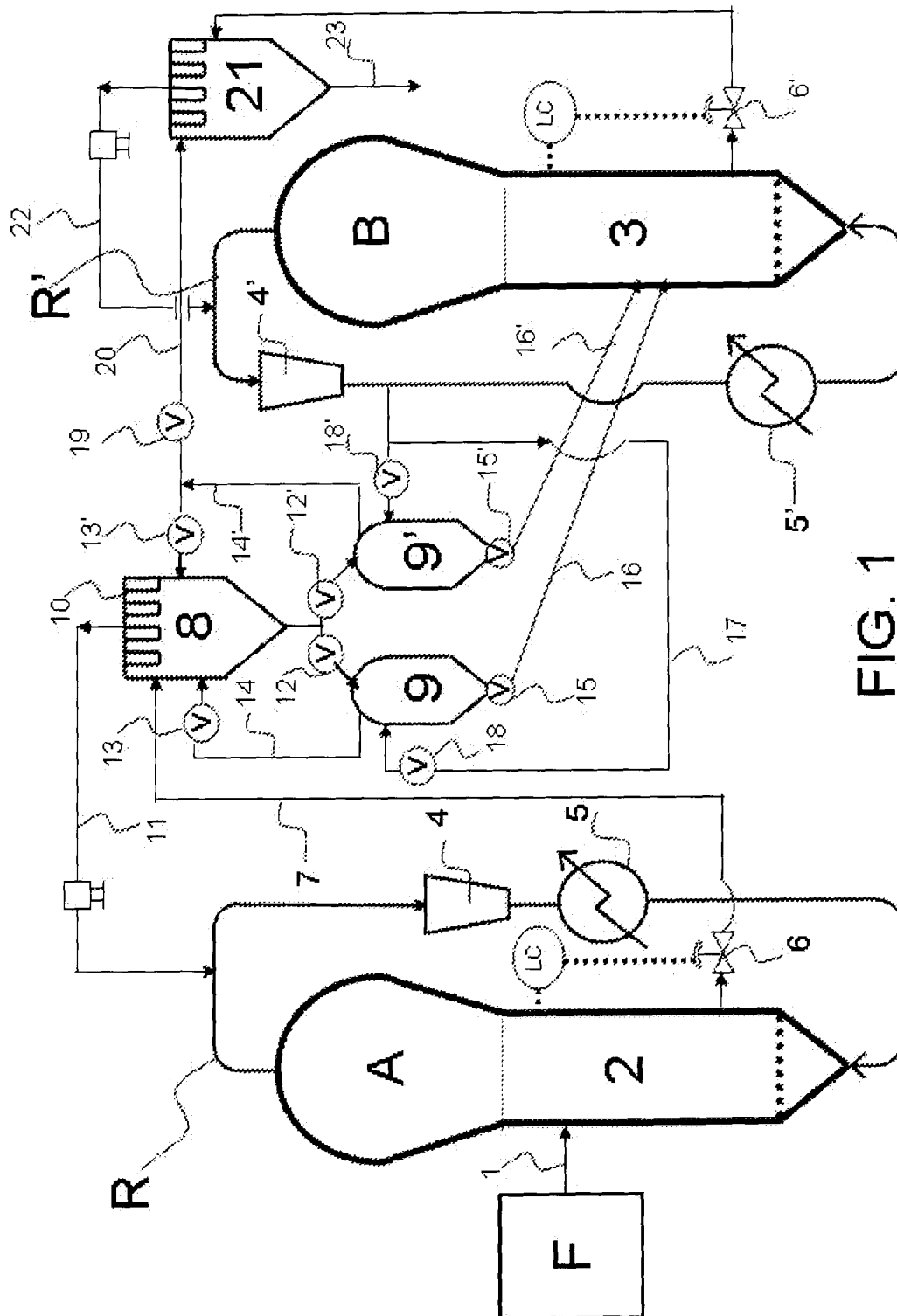


FIG. 1