



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

(21) BR 112012008911-0 A2



(22) Data do Depósito: 18/10/2010

(43) Data da Publicação Nacional: 28/09/2021

(54) **Título:** COMPOSTO DE MAGNÉSIO E PROCESSO PARA PREPARAR O COMPOSTO DE MAGNÉSIO

(51) **Int. Cl.:** C08F 4/02; C08F 10/00; C08F 4/654.

(30) **Prioridade Unionista:** 16/10/2009 CN 200910235562.3; 16/10/2009 CN 200910235563.8; 16/10/2009 CN 200910235564.2.

(71) **Depositante(es):** CHINA PETROLEUM & CHEMICAL CORPORATION; BEIJING RESEARCH INSTITUTE OF CHEMICAL INDUSTRY, CHINA PETROLEUM & CHEMICAL CORPORATION.

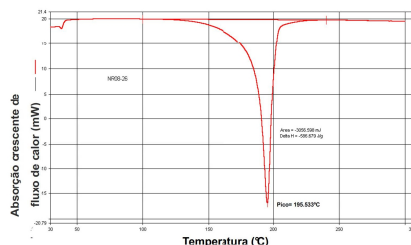
(72) **Inventor(es):** WEILI LI; XIANZHI XIA; YUEXIANG LIU; JIGUI ZHANG; SUZHEN QIAO; JIN ZHAO; PING GAO; XINSHENG WANG; YANG TAN; ZHIHUI ZHANG; LINNA YANG; RUILIN DUAN; RENQI PENG.

(86) **Pedido PCT:** PCT CN2010001632 de 18/10/2010

(87) **Publicação PCT:** WO 2011/044761 de 21/04/2011

(85) **Data da Fase Nacional:** 16/04/2012

(57) **Resumo:** COMPOSTO DE MAGNÉSIO E PROCESSO PARA PREPARAR O COMPOSTO DE MAGNÉSIO. Composto de magnésio esférico compreende um produto de reação de pelo menos os seguintes componentes: (a) um haleto de magnésio representado pela fórmula geral MgX_2-nR_n , na qual X é, independentemente, cloreto ou brometo, R é um grupo alquila de C1-C14, arila de C6-C14, alcoxi de C1-C14, ou ariloxi de C6-C14, e n é 0 ou 1; (b) um álcool; e (c) um epóxi representado pela fórmula geral na qual R2 e R3 são, independentemente, hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado de C1-C5, ou um grupo haloalquila linear ou ramificado de C1-C5. O composto de magnésio tem curva de DSC e configuração de difração de raios-X características, e pode ser usado como transportador para catalisador de polimerização olefínica com estereorregularidade de polímero tendo elevado índice de fusão, e baixo teor de finos de polímero.



"COMPOSTO DE MAGNÉSIO E PROCESSO PARA PREPARAR O COMPOSTO DE MAGNÉSIO"

Campo da invenção

A presente invenção refere-se a um transportador útil na
5 preparação de componentes de catalisadores para
polimerização de olefinas, a um método para a preparação
e aplicação do mesmo. Mais especificamente, a presente
invenção refere-se a um novo transportador de magnésio
esférico obtido reagindo uma solução de aduto de haleto
10 de magnésio/álcool com um epóxido, e a um método de
preparação e de aplicação do mesmo.

Histórico da técnica

São bem conhecidos na técnica, transportadores de haleto
de magnésio úteis para polimerização de olefinas. Um
15 transportador de haleto de magnésio ativo usual é um
aduto de um haleto de magnésio e um álcool, geralmente na
forma de partículas esféricas. Obtêm-se componentes de
catalisadores esféricos reagindo o transportador de aduto
de haleto de magnésio/álcool com um composto de titânio,
20 tal como um haleto de titânio, e um composto doador de
elétrons. Quando usados em polimerização de olefinas, em
particular na polimerização de propileno, tais
catalisadores exibem elevadas atividades de polimerização
e elevadas estereoespecificidades, e os polímeros
25 resultantes têm boa morfologia de partícula.

Os transportadores de aduto de haleto de magnésio/álcool
divulgados compreendem, geralmente, apenas dicloreto de
magnésio e um álcool. Alguns dos transportadores de aduto
de haleto de magnésio/álcool divulgados compreendem ainda
30 uma quantidade menor de água. Tais transportadores de
aduto de haleto de magnésio/álcool podem ser preparados
por processos conhecidos, tais como processo de secagem
por aspersão, processo de resfriamento por aspersão,
processo de extrusão em alta pressão, ou processo de
35 agitação em alta velocidade. Vide, por exemplo, US
4.421.674, US 4.469.648, WO 8707620, WO 9311166, US
5.100.849, US 6.020.279, US 4.399.054, EP 0395383, US

6.127.304 e US 6.323.152.

WO 98/44009 divulga um aduto de fórmula $MgCl_2 \cdot mROH \cdot nH_2O$, na qual R é um grupo alquila de C_1-C_{10} , $2 \leq m \leq 4,2$, e $0 \leq n \leq 0,7$. A configuração de difração de raios-X do aduto caracteriza-se pelo fato de, na faixa de ângulos de difração 2θ entre 5° e 15° , haver três linhas de difração principais sendo a linha de difração mais intensa em ângulo de difração 2θ de $(8,8 \pm 0,2)^\circ$, a intensidade das outras duas linhas de difração sendo pelo menos 0,2 vez a intensidade da linha de difração mais intensa. Além da configuração de difração de raios-X acima descrita, o aduto acima, caracteriza-se ainda por seu perfil de calorimetria diferencial de varredura (DSC), no qual não há quaisquer picos presentes em temperaturas abaixo de $90^\circ C$ ou, mesmo se houver picos abaixo da dita temperatura, a entalpia de fusão associada com os ditos picos é menor que 30% da entalpia total de fusão.

WO2003/082930 divulga um aduto de fórmula $MgCl_2 \cdot mEtOH$, na qual $2,5 \leq m \leq 3,2$. O aduto contém, opcionalmente, até 1% em peso de água com base no peso total do aduto. A configuração de difração de raios-X do aduto caracteriza-se pelo fato de, na faixa de ângulos de difração 2θ entre 5° e 15° , haver três linhas de difração principais em ângulo de difração 2θ de $(8,8 \pm 0,2)^\circ$, $(9,4 \pm 0,2)^\circ$ e $(9,8 \pm 0,2)^\circ$, sendo a linha de difração mais intensa em ângulo de difração 2θ de $(8,8 \pm 0,2)^\circ$, a intensidade das outras duas linhas de difração sendo pelo menos 0,2 vez a intensidade da linha de difração mais intensa. O perfil de DSC do aduto caracteriza-se por um pico de temperatura de fusão máximo em torno de $109^\circ C$ e uma entalpia de fusão associada menor ou igual a 103 J/g.

WO2004/026920 divulga um aduto de fórmula $MgCl_2 \cdot mEtOH \cdot nH_2O$, na qual $3,4 \leq m \leq 4,4$, e $0 \leq n \leq 0,7$. A configuração de difração de raios-X do aduto caracteriza-se pelo fato de, na faixa de ângulos de difração 2θ entre 5° e 15° , haver duas linhas de difração principais em ângulo de difração 2θ de $(9,3 \pm 0,2)^\circ$ e $(9,9 \pm 0,2)^\circ$,

sendo a linha de difração mais intensa em ângulo de difração 2θ de $(9,3 \pm 0,2)^\circ$, a intensidade da outra linha de difração sendo menor que 0,4 vez a intensidade da linha de difração mais intensa. O perfil de DSC do aduto

5 caracteriza-se pelo fato de haver somente um pico de fusão na faixa de 90 a 105°C.

Além dos transportadores de adutos binários de haleto de magnésio/álcool acima mencionados, a técnica anterior divulga também outras formas de transportadores de haleto

10 de magnésio ativos. Por exemplo, CN 1922212A divulga um transportador obtido reagindo uma solução de um haleto de magnésio num éter cíclico e álcool com um haleto de titânio. CN 101190953A divulga um transportador de aduto contendo magnésio formado reagindo um álcool de C₁-C₅ com

15 magnésio em pó na presença de um haleto de metila. CN 1590415A divulga um transportador de complexo preparado reagindo um álcool inferior de C₂-C₄ com magnésio em pó na presença de um haleto de metila para formar uma

20 solução homogênea de composto de magnésio e apoiando o composto de magnésio formado num transportador esférico de sílica. CN 1016422B, US 5.034.361, US 5.849.655, US 5.817.591 e US 4.469.648 divulgam transportadores de dicloreto de magnésio preparado usando um alcóxido de magnésio como material de partida.

25 Sumário da invenção

Após estudar diligentemente, os inventores descobriram que se pode obter um novo composto de magnésio esférico reagindo uma solução de aduto de haleto de magnésio/álcool com um epóxido. O composto de magnésio

30 esférico tem perfil de DSC e configuração de difração de raios-X diferentes daqueles de transportadores de aduto de dicloreto de magnésio/álcool conhecidos e de transportadores de dicloreto de magnésio. O composto de magnésio esférico pode ser usado como um transportador

35 para reagir com um composto de titânio e um doador interno de elétrons opcional, provendo assim um componente de catalisador esférico para polimerização de

olefinas com desempenho desejado. A presente invenção baseia-se nisto.

Um objetivo da invenção é prover um novo composto de magnésio esférico útil como transportador usado na
5 preparação de um componente de catalisador para polimerização de olefinas, compreendendo um produto de reação de pelo menos os seguintes componentes: (a) um haleto de magnésio definido abaixo; (b) um álcool; e (c) um epóxido definido abaixo.

10 Outro objetivo da invenção é prover um novo composto de magnésio esférico útil como transportador usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização de olefinas, tendo uma configuração de difração de raios-X característica.

15 Outro objetivo da invenção é prover um processo para preparar o composto de magnésio esférico de acordo com a invenção.

Outro objetivo da invenção é prover o uso do composto de magnésio esférico de acordo com a invenção como um
20 transportador na preparação de um componente de catalisador para polimerização de olefinas.

O composto de magnésio esférico útil como um transportador usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização de olefinas tem boa
25 morfologia de partícula e distribuição estreita de tamanho de partícula, e o processo para a preparação do mesmo é simples e viável, e consome menos energia. Quando usado em polimerização de olefinas, em particular em (co)polimerização de propileno, o componente de
30 catalisador sólido preparado usando o dito composto como transportador atinge pelo menos um dos seguintes efeitos desejados: elevada atividade de polimerização de catalisador, elevada estereoespecificidade de catalisador, boa resposta de hidrogênio de catalisador,
35 elevada estereorregularidade de polímero tendo elevado índice de fusão, e baixo conteúdo de finos de polímero.

Breve descrição dos desenhos

A Figura 1 mostra um perfil de DSC do transportador de composto de magnésio preparado no Exemplo 1;

A Figura 2 mostra um perfil de DSC de um aduto de dicloreto de magnésio/etanol conhecido de fórmula
5 $MgCl_2 \cdot 2,7C_2H_5OH$;

A Figura 3 mostra uma configuração de difração de raios-X do transportador de composto de magnésio preparado no Exemplo 1;

A Figura 4 mostra uma configuração de difração de raios-X
10 do aduto de dicloreto de magnésio/etanol conhecido de fórmula $MgCl_2 \cdot 2,7C_2H_5OH$;

A Figura 5 mostra configurações de difração de raios-X de vários transportadores, nas quais a é um (1) para $MgCl_2$; b é um (1) para $MgCl_2 \cdot 2,7C_2H_5OH$; c é um (1) para dietóxido de magnésio; e d é um (1) para o transportador de
15 composto de magnésio da invenção; e

A Figura 6 mostra um micrógrafo do transportador de composto de magnésio preparado no Exemplo 1.

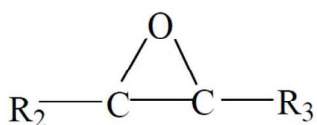
Descrição detalhada das incorporações preferidas

20 Quando aqui usado, o termo "componente de catalisador" significa o componente de catalisador principal ou procatalisador, que juntamente com um co-catalisador convencional, tal como um composto de alquil alumínio, e um doador externo de elétrons opcional constituem um
25 catalisador para polimerização de olefinas.

Quando aqui usado, o termo "composto de magnésio esférico" ou "transportador esférico" significa que o transportador ou composto de magnésio tem uma morfologia de partícula como esferóide, mas não requer que as
30 partículas do transportador ou composto de magnésio estejam na forma de esferóide perfeito. Semelhantemente, quando aqui usado, o termo "componente de catalisador esférico" significa que o componente de catalisador tem uma morfologia de partícula como esferóide, mas não
35 requer que as partículas do componente de catalisador estejam na forma de esferóide perfeito.

Num primeiro aspecto, a presente invenção provê um

composto de magnésio útil como um transportador esférico usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização de olefinas, o composto de magnésio compreendendo um produto de reação de pelo menos os seguintes componentes: (a) um haleto de magnésio representado pela fórmula geral $MgX_{2-n}R_n$, na qual X é, independentemente, cloreto ou brometo, R é um grupo alquila de C_1-C_{14} , arila de C_6-C_{14} , alcoxi de C_1-C_{14} , ou ariloxi de C_6-C_{14} , e n é 0 ou 1; (b) um álcool, preferivelmente um álcool representado pela fórmula geral R_1OH , na qual R_1 é um grupo alquila de C_1-C_{12} , cicloalquila de C_3-C_{10} , aralquila de C_7-C_{12} , ou arila de C_6-C_{10} ; e (c) um epóxido representado pela fórmula geral (I):



(I)

na qual R_2 e R_3 são, independentemente, hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado de C_1-C_5 , ou um grupo haloalquila linear ou ramificado de C_1-C_5 , e preferivelmente hidrogênio, grupo alquila de C_1-C_3 ou haloalquila de C_1-C_3 .

Exemplos do haleto de magnésio da fórmula geral $MgX_{2-n}R_n$ incluem, mas não se limitam a, dicloreto de magnésio, dibrometo de magnésio, cloreto fenóxido de magnésio, cloreto isopropóxido de magnésio, e cloreto butóxido de magnésio, preferindo-se o dicloreto de magnésio. Os haletos de magnésio podem ser usados sozinhos ou em combinação.

O álcool é preferivelmente um da fórmula geral na qual R_1 é um grupo alquila de C_1-C_{12} , cicloalquila de C_3-C_{10} , aralquila de C_7-C_{12} , ou arila de C_6-C_{10} , e preferivelmente alquila de C_1-C_8 . O álcool pode ser também um glicol. Exemplos do álcool útil na invenção incluem, mas não se limitam a, metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, pentanol, isopentanol, n-hexanol, n-

octanol, 2-etil-hexanol, etileno glicol e propileno glicol. Os álcoois podem ser usados sozinhos ou em combinação.

Exemplos de epóxido da forma geral (I) incluem, mas não se limitam a, epóxi etano, epóxi propano, epóxi butano, epóxi cloropropano, epóxi clorobutano, epóxi bromopropano, e epóxi bromobutano. Os epóxidos podem ser usados sozinhos ou em combinação.

Na formação do composto de magnésio esférico, em relação a um mol do haleto de magnésio, a quantidade do álcool usado pode variar de 4 a 40 mols, preferivelmente de 4 a 30 mols, mais preferivelmente de 6 a 25 mols, e ainda mais preferivelmente de 6 a 20 mols, e a quantidade do epóxi usado pode variar de 1 a 10 mols, e preferivelmente de 2 a 6 mols.

Num segundo aspecto, a presente invenção provê um composto de magnésio útil como um transportador esférico usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização olefínica, o composto de magnésio tendo um perfil de DSC característico caracterizado por ter um pico exotérmico distinto numa faixa de temperatura de 70 a 250°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico numa temperatura de 100 a 220°C e uma entalpia exotérmica associada maior que 40 J/g.

Numa incorporação preferida, o perfil de DSC do composto de magnésio caracteriza-se pelo fato de o máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 100 a 200°C.

Numa outra incorporação preferida, o perfil de DSC do composto de magnésio caracteriza-se pelo fato de o máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 130 a 210°C.

Numa outra incorporação preferida ainda, o perfil de DSC do composto de magnésio caracteriza-se pelo fato de o máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 130 a 200°C.

Numa incorporação preferida, o perfil de DSC do composto

de magnésio caracteriza-se pelo fato de o pico exotérmico ter uma entalpia exotérmica associada maior que 100 J/g.

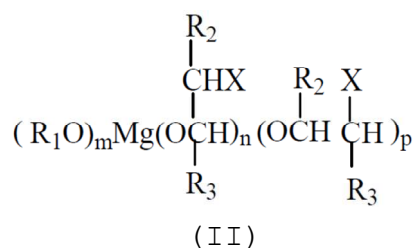
Num terceiro aspecto, a presente invenção provê um composto de magnésio útil como um transportador esférico

5 usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização olefínica, o composto de magnésio tendo uma configuração de difração de raios-X caracterizada pelo fato de numa faixa de ângulo 2θ de 5° a 15° , haver pelo menos duas linhas de difração, sendo que a linha de difração mais intensa aparece num ângulo de difração 2θ de $(10,0\pm 0,4)^\circ$, e a linha de difração mais intensa secundária aparece num ângulo de difração 2θ de $10,5$ a $12,5^\circ$, por exemplo num ângulo de difração 2θ de $(11,5\pm 0,4)^\circ$, e tem uma intensidade de pelo menos 0,2 vez
10 a intensidade da linha de difração mais intensa.
15

Numa incorporação, a configuração de difração de raios-X do composto de magnésio caracteriza-se ainda pelo fato de as linhas de difração que apareceram numa faixa de ângulo 2θ de 5° a 15° diferente das linhas de difração mais intensa e mais intensa secundária têm intensidades menores que 0,2 vez a intensidade da linha de difração mais intensa.
20

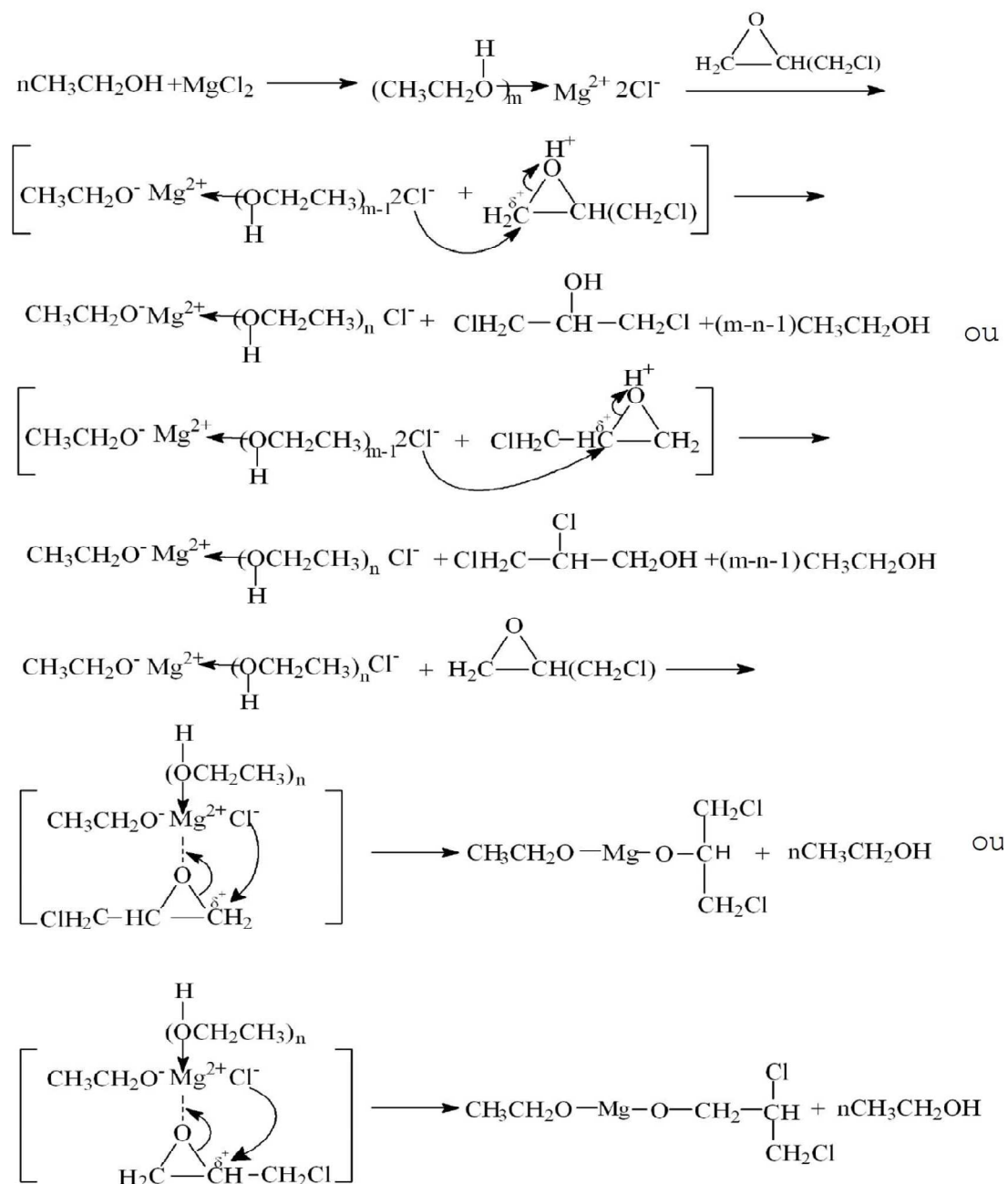
Numa incorporação, a configuração de difração de raios-X do composto de magnésio caracteriza-se ainda pelo fato de numa faixa de ângulo 2θ de 15° a 32° , haver um pico de difração amplo com um máximo de pico numa faixa de ângulo 2θ de 20 a 21° e pelo menos um sub-pico num ângulo 2θ de $(16,5\pm 0,4)^\circ$ e/ou $(25,6\pm 0,4)^\circ$.
25

Sem estar limitado por qualquer teoria específica, acredita-se que o composto de magnésio da invenção preparado a partir de MgX_2 , R_1OH e do epóxi composto da fórmula (I) tem a fórmula (II):
30

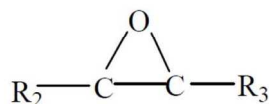


na qual $(p + m + n) = 2$.

Considerando como exemplo um composto preparado a partir de dicloreto de magnésio, epóxi cloropropano, e etanol, é possível que o composto de magnésio se forme através do seguinte mecanismo de reação:



Num quarto aspecto, a presente invenção provê um processo para preparar o composto de magnésio esférico da invenção compreendendo as etapas de: (a) misturar haleto de magnésio de fórmula geral $MgX_{2-n}R_n$, um álcool e um meio líquido inerte opcional num recipiente, preferivelmente num recipiente fechado, aquecer a mistura resultante numa temperatura de 30 a 160°C e permitir que a mistura reaja para formar uma solução de aduto de haleto de magnésio/álcool; e (b) reagir a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool com um epóxido da fórmula geral (I):



(I)

numa temperatura de 30 a 160°C, para formar um composto de magnésio esférico particulado, sendo que R, X, R₂ e R₃ são tais como definidos acima.

No processo acima, em relação a um mol do haleto de magnésio, a quantidade do álcool usado pode variar de 4 a 40 mols, preferivelmente de 4 a 30 mols, mais preferivelmente de 6 a 25 mols, e ainda mais preferivelmente de 6 a 20 mols, e a quantidade do epóxi usado pode variar de 1 a 10 mols, e preferivelmente de 2 a 6 mols.

O meio líquido inerte pode ser escolhido de hidrocarbonetos líquidos alifáticos, aromáticos ou alicíclicos, óleos de silicone, e misturas dos mesmos. Exemplos incluem, mas não se limitam a, hexanos, heptanos, octanos, nonanos, decanos, dodecanos, querosenes, óleos parafínicos, óleos de vaselina, óleos brancos, óleos de metil silicone, e misturas dos mesmos. Se for usado um meio líquido inerte, não haverá uma limitação específica para a quantidade do mesmo. Entretanto, o meio líquido inerte é preferivelmente usado numa quantidade de 1/3 a 20 L, e preferivelmente de 2/3 a 10 L, em relação a um mol do haleto de magnésio.

Exemplos e preferências do haleto de magnésio, do álcool e do epóxi estão descritos acima com relação ao primeiro aspecto.

No processo acima, traços de água presentes no haleto de magnésio e/ou no álcool podem estar envolvidos na reação para formar a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool.

Na etapa (a) do processo acima, os materiais individuais podem ser adicionados no recipiente em qualquer ordem.

O composto de magnésio esférico particulado formado na etapa (b) do processo acima pode ser lavado com um solvente de hidrocarboneto inerte, tal como hexano, e depois secado (por exemplo, secado em pressão reduzida), tal como é bem conhecido daqueles especialistas na técnica.

Numa incorporação, o processo de preparação pode ser executado como se segue: (1) prepara-se a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool aquecendo uma mistura do haleto de magnésio, álcool e o meio líquido inerte opcional num recipiente fechado com agitação numa temperatura de 30 a 160°C, e preferivelmente de 60 a 120°C, e permitindo que a mistura reaja suficientemente; e (2) forma-se o composto de magnésio esférico particulado adicionando-se o epóxi na solução de aduto de haleto de magnésio/álcool com agitação e permitindo que a mistura resultante reaja numa temperatura de 30 a 160°C, e preferivelmente de 60 a 120°C.

Noutra incorporação, o processo de preparação pode ser executado como se segue: (1) prepara-se a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool aquecendo uma mistura do haleto de magnésio, álcool e o meio líquido inerte opcional num recipiente fechado com agitação numa temperatura de 30 a 160°C, e preferivelmente de 60 a 120°C, e permitindo que a mistura reaja suficientemente; e (2) forma-se o composto de magnésio esférico particulado adicionando-se a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool numa mistura de epóxi e meio líquido

inerte e permitindo que a mistura resultante reaja numa temperatura de 30 a 160°C, e preferivelmente de 60 a 120°C.

A quantidade total do meio líquido inerte usado nas etapas (1) e (2) varia de 1/3 a 20 L, e preferivelmente de 2/3 a 10 L, em relação a um mol do haleto de magnésio. O meio líquido inerte pode ser distribuído em qualquer razão apropriada entre as etapas (1) e (2). Por exemplo, a razão do meio líquido inerte usado na etapa (1) para aquele usado na etapa (2) pode variar de 1:10-5:1.

Noutra incorporação, o processo de preparação pode ser executado como se segue: (1) forma-se a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool reagindo o haleto de magnésio com o álcool no meio líquido inerte num recipiente fechado numa temperatura abaixo de 60°C com agitação; e (2) forma-se o composto de magnésio esférico particulado adicionando o epóxi na solução de aduto de haleto de magnésio/álcool, aquecendo a mistura resultante com agitação uma temperatura de 60 a 160°C, e preferivelmente de 60 a 120°C, e permitindo que a mistura reaja suficientemente.

Nesta incorporação, a quantidade usada de álcool varia preferivelmente de 10 a 30 mols, e mais preferivelmente de 15 a 25 mols, em relação a um mol de haleto de magnésio.

O composto de magnésio esférico da invenção é útil como um transportador esférico usado na preparação de um componente de catalisador para polimerização olefínica. Assim, a presente invenção provê o uso do composto de magnésio esférico como um transportador na preparação de um componente de catalisador para polimerização olefínica.

De acordo com o uso da invenção, forma-se um componente de catalisador para polimerização olefínica contatando o composto de magnésio esférico particulado com um composto de titânio e um composto doador interno de elétrons opcional. Isto pode ser executado de acordo com um

processo conhecido por si próprio, tal como o processo descrito na patente chinesa CN1091748A.

O composto de titânio e composto doador interno de elétrons opcional usados na preparação de um componente de catalisador para polimerização olefínica, bem como suas quantidades, são bem conhecidos daqueles especialistas na técnica.

5 Numa incorporação, prepara-se o componente de catalisador por um processo compreendendo as etapas de: formar uma suspensão composta de magnésio esférico particulado em tetracloreto de titânio resfriado ou numa mistura de tetracloreto de titânio e de um solvente inerte, com a temperatura do líquido estando geralmente na faixa de -30°C a 0°C, e preferivelmente de -20°C a -10°C; aquecer a mistura resultante até uma temperatura de 40°C a 130°C, e preferivelmente de 80°C a 130°C, e manter aquela temperatura durante 0,5 a 2 horas; depois recuperar os sólidos por filtração; opcionalmente, repetir o tratamento acima com tetracloreto de titânio por uma ou mais vezes, e preferivelmente de 1 a 4 vezes; e finalmente, lavar várias vezes o componente de catalisador sólido resultante com solvente inerte, por exemplo, de 2 a 5 vezes. Preferivelmente, o solvente inerte é um hidrocarboneto alifático ou aromático, tais como hexano, heptano, octano, decano, tolueno, e similares.

15 Antes, durante ou após a reação entre o composto de magnésio esférico particulado e o composto de titânio, pode-se usar pelo menos um composto doador interno de elétrons para tratar o composto de magnésio esférico particulado. Em particular, quando se pretender usar o componente de catalisador na polimerização de propileno, a adição do composto doador interno de elétrons poderá ser crucial a fim de obter o polímero de propileno com uma elevada isotaticidade.

20 No processo acima, em relação a um mol de magnésio no composto de magnésio esférico, a quantidade do composto

doador interno de elétrons usado pode variar de 0 a 0,5 mol, e preferivelmente de 0,05 a 0,3 mol; e a quantidade do composto de titânio usado pode variar de 5 a 50 mols, e preferivelmente de 8 a 30 mols.

5 Quando usado em polimerização olefínica, em particular polimerização de propileno, o componente de catalisador sólido preparado usando o composto de magnésio da invenção como um transportador atinge pelo menos um dos seguintes efeitos desejados: elevada atividade de
10 polimerização de catalisador, elevada estereoespecificidade de catalisador, boa resposta de hidrogênio de catalisador, elevada estereorregularidade de polímero tendo elevado índice de fusão, e baixo conteúdo de finos de polímero.

15 Exemplos

Provêm-se os exemplos seguintes para ilustrar adicionalmente a presente invenção sem limitar a abrangência da mesma.

Métodos de teste:

- 20 1. Mede-se o índice de fusão de polímeros de acordo com ASTM D1238-99, a 230°C e carga de 2,16 kg.
2. Mede-se a isotaticidade de polímeros pelo método de extração com heptano executado como se segue: extraíram-se 2 g de amostra de polímero seco com heptano em
25 ebulição num extrator por 6 horas, depois se secou a substância residual até peso constante, e se considerou a razão do peso do polímero residual (em g) para 2 g como isotaticidade.
3. Distribuição de tamanho de partícula: tamanho médio de
30 partícula e distribuição de tamanho de partícula dos adutos de haleto de magnésio particulado foram medidos num medidor Masters Modelo 2000 (fabricado por Malvern Instruments Co., Ltd.).
4. Curva de DSC: adquirida num instrumento de DSC 7
35 obtenível de Perkin Elmer Co. elevando a temperatura de 25 a 300°C numa taxa de 10°C/min em atmosfera de nitrogênio.

5. Configuração de difração de raios-X: adquirida num difratômetro de raios-X X'Pert MPD modelo multifuncional com um monocromador de grafite e um contador de cintilações obtível de Philips Co., Holanda, nas seguintes condições: $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), voltagem de tubo de 40 kV, corrente de tubo de 40 mA, sistema de fenda DS=SS= 1° , fenda de recepção de 0,3 mm, velocidade de varredura de $3^\circ(2\theta)/\text{min}$, e faixa de varredura (2θ) de 5° a 75° . A amostra foi vedada num saco plástico de polietileno de 50 microns de espessura.

Exemplo 1

A. Preparação de composto de magnésio esférico

Num reator de 500 mL carregaram-se, sucessivamente, 7,2 g de dicloreto de magnésio, 180 mL de óleo branco e 82 mL de etanol, e se aqueceram os conteúdos com agitação a 90°C . Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1 hora, adicionaram-se 24 mL de epóxi cloropropano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 0,5 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano e depois secados a vácuo, para dar o composto de magnésio esférico.

A Figura 1 mostra um perfil de DSC do composto de magnésio esférico.

A Figura 3 mostra uma configuração de difração de raios-X do composto de magnésio esférico. Nesta configuração de difração de raios-X, na faixa de ângulo 2θ de 5° a 15° , há três linhas de difração em ângulos 2θ de $9,95^\circ$ (100%), $11,1^\circ$ (15,7%) e $11,41^\circ$ (36%), e na faixa de ângulo 2θ de 15° a 32° , há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ de $20,45^\circ$ (11,3%) e sub-picos em ângulos 2θ de $16,37^\circ$ (7,7%), $25,35^\circ$ (7,7%) e $30,07^\circ$ (7,1%). Os valores numéricos entre parêntesis representam intensidades relativas à linha de difração mais intensa (I/I_0).

A Figura 2 mostra um perfil de DSC de um aduto de dicloreto de magnésio/etanol conhecido de fórmula $\text{MgCl}_2 \cdot 2,7\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, e a Figura 4 mostra uma configuração de

difração de raios-X deste aduto de dicloreto de magnésio/etanol. A Figura 5 mostra ainda configurações de difração de raios-X de vários transportadores, nas quais **a** é uma para $MgCl_2$; **b** é uma para $MgCl_2 \cdot 2,7C_2H_5OH$; **c** é uma para dietóxido de magnésio; e **d** é uma para o presente transportador. Comparando os ditos perfis de DSC e configurações de difração de raios-X, é obvio que o transportador de composto de magnésio da invenção é diferente do transportador de aduto de dicloreto de magnésio/etanol e do transportador de dicloreto de magnésio conhecidos na técnica.

B. Preparação do componente de catalisador esférico

Adicionaram-se 100 mL de tetracloreto de titânio num reator de vidro de 300 mL e se resfriou até $-20^\circ C$. Depois, adicionaram-se 8 g do composto de magnésio esférico preparado acima no reator, e os conteúdos foram aquecidos a $110^\circ C$, adicionando-se durante o aquecimento 1,5 mL de ftalato de diisobutila (DIBP) no reator. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados duas vezes com tetracloreto de titânio e três vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

C. Polimerização de propileno

Em atmosfera de nitrogênio, carregou-se uma autoclave de aço inoxidável de 5 L sucessivamente com 2,5 L de propileno, 1 mmol de trietil alumínio em 10 mL de hexano, 0,05 mmol de metil ciclo-hexil dimetoxi silano (CHMMS) em 1 mL de hexano, 10 mg do componente de catalisador preparado acima e 1,5 L (volume padrão) de gás hidrogênio. Os conteúdos foram aquecidos a $70^\circ C$, e a polimerização continuou a $70^\circ C$ por 1 hora. A autoclave foi resfriada e depois a pressão foi retirada. Abriu-se a autoclave e se recuperou o polímero de propileno resultante. A Tabela 2 abaixo mostra os resultados.

35 Exemplo 2

Preparou-se um composto de magnésio esférico de acordo com o procedimento descrito no Exemplo 1, Etapa A, exceto

que a temperatura de reação foi de 100°C.

Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 75,6 a 249°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico em

5 161,5°C e uma entalpia exotérmica associada de 304,2 J/g.

O composto de magnésio esférico tem uma configuração de difração de raios-X, na qual na faixa de ângulo 2θ de 5 a 15°, há duas linhas de difração em ângulos 2θ de 10,1° (100%) e 11,59° (39,3%), e na faixa de ângulo 2θ de 15 a

10 32°, há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ

de 20,2° (43,5%) e sub-picos em ângulos 2θ de 16,46° (9,5%), 25,40° (11%), 27,43° (7,3%) e 30,17° (9,1%). Os

valores numéricos entre parêntesis representam intensidades relativas à linha de difração mais intensa

15 (I/I₀).

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 3

20 Carregou-se um reator de 500 mL sucessivamente com 10,5 g de dicloreto de magnésio, 180 mL de óleo branco e 120 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a 85°C. Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1

25 hora, adicionou-se 35 mL de epóxi cloropropano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 0,5 hora.

Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

30 Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 77,87 a 209,83°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico em 151,37°C e uma entalpia exotérmica associada de 199,31 J/g.

35 O composto de magnésio esférico tem uma configuração de difração de raios-X, na qual na faixa de ângulo 2θ de 5 a 15°, há duas linhas de difração em ângulos 2θ de 10,05° (100%) e 11,55° (28,8%), e na faixa de ângulo 2θ de 15 a

32°, há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ de 20,71° (13,1%) e sub-picos em ângulos 2θ de 16,36° (6,7%), 19,62° (6,3%), 25,40° (15%) e 30,0° (3,8%). Os valores numéricos entre parêntesis representam intensidades relativas à linha de difração mais intensa (I/I_0).

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os procedimentos descritos no Exemplo 1.

10 Exemplo 4

Carregou-se um reator de 300 mL sucessivamente com 4,8 g de dicloreto de magnésio, 100 mL de decano e 30 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a 75°C. Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1 hora, adicionou-se 8 mL de epóxi cloropropano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 1 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

20 Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 5

Carregou-se um reator de 500 mL sucessivamente com 24 g de dicloreto de magnésio, 150 mL de óleo de metil silicone e 90 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a 100°C. Após reação dos conteúdo naquela temperatura por 2 horas, a mistura reagente foi despejada numa mistura de epóxi cloropropano/óleo de metil silicone (40 mL/350 mL) pré-aquecida a 100°C, e a reação continuou por 1 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

35 Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 95,6 a 178,7°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico

em 137,67°C e uma entalpia exotérmica associada de 43,6 J/g.

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os
5 procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 6

Carregou-se um reator de 300 mL sucessivamente com 4,8 g de dicloreto de magnésio, 150 mL de decano e 54 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a
10 55°C. Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1 hora, adicionou-se 8 mL de epóxi cloropropano no reator, e a mistura reagente foi aquecida a 80°C e permitida reagir por 0,5 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com
15 hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 90,2 a 192,7°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico
20 em 137,2°C e uma entalpia exotérmica associada de 102,5 J/g.

O composto de magnésio esférico tem uma configuração de difração de raios-X, na qual na faixa de ângulo 2θ de 5 a 15°, há duas linhas de difração em ângulos 2θ de 10,14°
25 (100%) e 11,55° (31,9%), e na faixa de ângulo 2θ de 15 a 32°, há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ de 20,41° (53,3%) e sub-picos em ângulos 2θ de 16,72° (11,4%), 25,44° (16,3%), e 30,15° (13,3%). Os valores numéricos entre parêntesis representam intensidades
30 relativas à linha de difração mais intensa (I/I_0).

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 7

35 Carregou-se um reator de 500 mL sucessivamente com 7,2 g de dicloreto de magnésio, 180 mL de óleo branco, 20 mL de 2-etil-hexanol e 70 mL de etanol, e os conteúdos foram

aquecidos com agitação a 90°C. Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1 hora, adicionou-se 20 mL de epóxi cloropropano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 0,5 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 73,2 a 229,3°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico em 180,67°C e uma entalpia exotérmica associada de 420,4 J/g.

O composto de magnésio esférico tem uma configuração de difração de raios-X, na qual na faixa de ângulo 2θ de 5 a 15°, há três linhas de difração em ângulos 2θ de 10,0° (100%), 11,0° (17,5%) e 11,45° (23,4%), e na faixa de ângulo 2θ de 15 a 32°, há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ de 20,8° (21,3%) e sub-picos em ângulos 2θ de 16,26° (5,3%), 25,3° (4,2%), e 26,4° (6,1%). Os valores numéricos entre parêntesis representam intensidades relativas à linha de difração mais intensa (I/I_0).

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 8

Carregou-se um reator de 300 mL sucessivamente com 4,8 g de dicloreto de magnésio, 100 mL de decano e 30 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a 80°C. Após reação dos conteúdo naquela temperatura por 1 hora, adicionou-se 7 mL de epóxi propano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 1 hora. Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar o composto de magnésio esférico.

Um perfil de DSC do composto de magnésio esférico tem um pico exotérmico numa faixa de temperatura de 57,5 a

236,4°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico em 198,37°C e uma entalpia exotérmica associada de 265,7 J/g.

Executou-se a preparação de componente de catalisador esférico e a polimerização de propileno de acordo com os
5 procedimentos descritos no Exemplo 1.

Exemplo 9

Num reator de 500 mL, preparou-se um condutor de composto de magnésio esférico de acordo com o procedimento do
10 Exemplo 1. Ao término da última vez de lavagem com hexano, removeu-se o líquido por filtração. Adicionou-se diretamente no reator 120 mL de tetracloreto de titânio resfriado a -20°C, e depois, os conteúdos foram aquecidos a 110°C com agitação, adicionando-se no reator 2 mL de
15 ftalato de diisobutila durante o aquecimento. Após remoção do líquido por filtração, os sólidos foram lavados duas vezes com tetracloreto de titânio e três vezes com hexano, e depois secados a vácuo para dar um componente de catalisador esférico. O componente de
20 catalisador obtido tem um tamanho médio de partícula (D50) de 60,6 microns e uma distribuição de tamanho de partícula, SPAN ((D90-D10)/D50), de 0,54.

Exemplo 10

Carregou-se um reator de 500 mL sucessivamente com 7,2 g
25 de dicloreto de magnésio, 180 mL de óleo branco, e 82 mL de etanol, e os conteúdos foram aquecidos com agitação a 95°C. Após reação dos conteúdos naquela temperatura por 1 hora, adicionou-se 30 mL de epóxi cloropropano no reator, e a reação continuou naquela temperatura por 0,5 hora.
30 Após remover o líquido por filtração, os sólidos residuais foram lavados 5 vezes com hexano, e depois secados a vácuo, para dar um composto de magnésio esférico.

O composto de magnésio esférico tem uma configuração de difração de raios-X, na qual na faixa de ângulo 2θ de 5 a
35 15°, há duas linhas de difração em ângulos 2θ de 9,8° (100%), e 10,7° (50%), e na faixa de ângulo 2θ de 15 a

32°, há um pico amplo com um máximo de pico em ângulo 2θ de 20,3° (24%) e sub-picos em ângulos 2θ de 16,26° (12,2%), 25,9° (8,0%), 27,1° (5,2%), 27,86° (5,2%) e 29,85° (11,8%). Os valores numéricos entre parêntesis representam intensidades relativas à linha de difração mais intensa (I/I₀).

Tabela 1. Distribuição de tamanho de partícula de compostos de magnésio.

Exemplo n°	Distribuição de tamanho de partícula de compostos de magnésio esféricos			
	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Distribuição de tamanho de partícula SPAN
Exemplo 1	58,5	79,0	128,8	0,9
Exemplo 2	62,4	91,5	117,2	0,6
Exemplo 3	75,2	87,5	136,5	0,7
Exemplo 4	152,3	215,0	281,3	0,6
Exemplo 5	14,4	28,5	61,9	1,6
Exemplo 6	25,7	95,5	162,3	1,4
Exemplo 7	39,0	72,4	108,5	1,0
Exemplo 8	124,5	149,1	201,3	0,6
Exemplo 10	-	99,7	-	0,76

Observa-se dos resultados mostrados na Tabela 1 que os transportadores de composto de magnésio esférico da invenção têm distribuição de tamanho de partícula estrita.

Tabela 2. Desempenho de catalisador.

Exemplo n°	Atividade de polimerização (kg de PP/g de catalisador)	Índice de isotaticidade de polímero (% em peso)	Índice de fusão de polímero (g/10 min)
Exemplo 1	37,8	97,3	12
Exemplo 3	34,6	96,8	8,1
Exemplo 4	40,2	98,8	5,6
Exemplo 5	19,8	97,3	7,7
Exemplo 7	51,3	97,7	6,0
Exemplo 8	42,8	97,6	4,8
Exemplo 9	41,6	97,6	8,0

Pode-se observar dos resultados mostrados na Tabela 2 que, quando usados em polimerização de propileno, os catalisadores preparados usando os compostos de magnésio esférico da invenção como transportador exibem elevadas

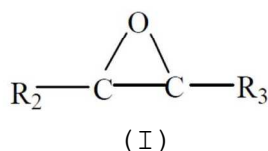
atividades de polimerização e elevadas estereoespecificidades.

As patentes, pedidos de patentes e métodos de teste citados neste relatório descritivo aqui se incorporam por
5 referência.

Embora a invenção tenha sido descrita com referência a incorporações exemplares, aqueles especializados na técnica entenderão que várias mudanças e modificações podem ser feitas sem se afastar do espírito e abrangência
10 da invenção. Portanto, a invenção não se limita às incorporações particulares divulgadas como o melhor modo considerado para executar esta invenção, mas a invenção incluirá todas as incorporações que caiam dentro dos limites da abrangência das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. Composto de magnésio, esférico particulado, caracterizado pelo fato de compreender um produto de reação de pelo menos os seguintes componentes: (a) um haleto de magnésio representado pela fórmula geral $MgX_{2-n}R_n$, na qual X é, independentemente, cloreto ou brometo, R é um grupo alquila de C_1-C_{14} , arila de C_6-C_{14} , alcoxi de C_1-C_{14} , ou ariloxi de C_6-C_{14} , e n é 0 ou 1; (b) um álcool; e (c) um epóxido representado pela fórmula geral (I):



na qual R_2 e R_3 são, independentemente, hidrogênio, um grupo alquila linear ou ramificado de C_1-C_5 , ou um grupo haloalquila linear ou ramificado de C_1-C_5 .

2. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o álcool ser pelo menos um representado pela fórmula geral R_1OH , na qual R_1 é um grupo alquila de C_1-C_{12} , cicloalquila de C_3-C_{10} , aralquila de C_7-C_{12} , ou arila de C_6-C_{10} .

3. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de R_1 ser um grupo alquila de C_1-C_8 .

4. Composto de magnésio, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de o haleto de magnésio ser dicloreto de magnésio.

5. Composto de magnésio, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de R_2 e R_3 serem os mesmos ou diferentes, e representarem hidrogênio, grupo alquila de C_1-C_3 ou haloalquila de C_1-C_3 .

6. Composto de magnésio, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 5, caracterizado pelo fato de na sua formação, a quantidade usada do composto (2) variar de 4 a 40 mols, e a quantidade usada do composto (3)

variar de 1 a 10 mols, em relação a 1 mol do haleto de magnésio.

7. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a quantidade usada do composto
5 (2) variar de 6 a 20 mols, e a quantidade usada do composto (3) variar de 2 a 6 mols, em relação a 1 mol do haleto de magnésio.

8. Composto de magnésio, tendo uma configuração de difração de raios-X característica, caracterizado pelo
10 fato numa faixa de ângulo 2θ de 5 a 15° , haver pelo menos duas linhas de difração, sendo que a linha de difração mais intensa aparece num ângulo de difração 2θ de $(10,0 \pm 0,4)^\circ$, e a linha de difração mais intensa secundária aparece num ângulo de difração 2θ de $10,5$ a $12,5^\circ$, e tem
15 uma intensidade de pelo menos 0,2 vez a intensidade da linha de difração mais intensa.

9. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de sua configuração de difração de raios-X se distinguir ainda pelo aparecimento de
20 linhas de difração, na faixa de ângulo 2θ de 5° a 15° , diferentes da linha de difração mais intensa e da linha de difração mais intensa secundária, tendo intensidades menor que 0,2 vez a intensidade da linha de difração mais intensa.

25 10. Composto de magnésio, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 ou 9, caracterizado pelo fato de sua configuração de difração de raios-X se distinguir ainda pelo fato de na faixa ângulo 2θ de 15° a 32° , haver um pico de difração amplo com um máximo de pico numa faixa
30 ângulo 2θ de 20° a 21° .

11. Composto de magnésio, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 ou 9, caracterizado pelo fato de sua configuração de difração de raios-X se distinguir ainda pelo fato de na faixa ângulo 2θ de 15° a 32° , haver um
35 pico de difração amplo com um máximo de pico numa faixa ângulo 2θ de 20° a 21° e pelo menos um sub-pico num ângulo 2θ de $(16,5 \pm 0,4)^\circ$ e/ou de $(25,5 \pm 0,4)^\circ$.

12. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de a linha de difração mais intensa secundária aparecer num ângulo de difração 2θ de $(11,5 \pm 0,4)^\circ$.

5 13. Composto de magnésio, tendo um perfil de DSC característico, caracterizado pelo fato de ter um pico exotérmico distinto numa faixa de temperatura de 70 a 250°C, o dito pico exotérmico tendo um máximo de pico numa temperatura de 100 a 220°C e uma entalpia exotérmica
10 associada maior que 40 J/g.

14. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o seu perfil de DSC ser distinguido pelo máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 100 a 200°C.

15 15. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o seu perfil de DSC ser distinguido pelo máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 130 a 210°C.

16. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação
20 13, caracterizado pelo fato de o seu perfil de DSC ser distinguido pelo máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 100 a 200°C. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de o seu perfil de DSC ser distinguido pelo
25 máximo de pico do pico exotérmico aparecer numa temperatura de 130 a 200°C.

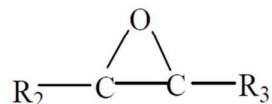
17. Composto de magnésio, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de seu perfil de DSC distinguir-se por pico exotérmico tendo uma entalpia
30 exotérmica associada maior que 100 J/g.

18. Processo para preparar o composto de magnésio, conforme definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 17, caracterizado pelo fato de compreender:

(a) misturar haleto de magnésio de fórmula geral $MgX_{2-n}R_n$,
35 um álcool e um meio líquido inerte opcional num recipiente, preferivelmente num recipiente fechado, aquecer a mistura resultante numa temperatura de 30 a

160°C e permitir que a mistura reaja para formar uma solução de aduto de haleto de magnésio/álcool; e

(b) reagir a solução de aduto de haleto de magnésio/álcool com um epóxido da fórmula geral (I):



5

(I)

numa temperatura de 30 a 160°C, para formar um composto de magnésio esférico particulado, sendo que R, X, R₂ e R₃ são tais como definidos na reivindicação 1.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de ter pelo menos uma das seguintes características: (1) o álcool ser pelo menos um representado pela fórmula geral R₁OH na qual R₁ é um grupo alquila de C₁-C₁₂, cicloalquila de C₃-C₁₀, aralquila de C₇-C₁₂, ou arila de C₆-C₁₀; (2) o haleto de magnésio ser dicloreto de magnésio; (3) na fórmula geral (I), R₂ e R₃ serem os mesmos ou diferentes, e representarem hidrogênio, grupo alquila de C₁-C₃ ou haloalquila de C₁-C₃; (4) o meio líquido inerte ser usado na etapa (a) numa quantidade de 1/3 L a 20 L, em relação a um mol de haleto de magnésio; e (5) a quantidade usada de álcool variar de 4 a 40 mols, e a quantidade usada de epóxido variar de 1 a 10 mols, em relação a um mol do haleto de magnésio.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de ter pelo menos uma das seguintes características: (1) o meio líquido inerte ser usado na etapa (a) numa quantidade de 2/3 L a 10 L, em relação a um mol de haleto de magnésio; e (2) a quantidade usada de álcool variar de 6 a 20 mols, e a quantidade usada de epóxido variar de 2 a 6 mols, em relação a um mol do haleto de magnésio.

30

1/3

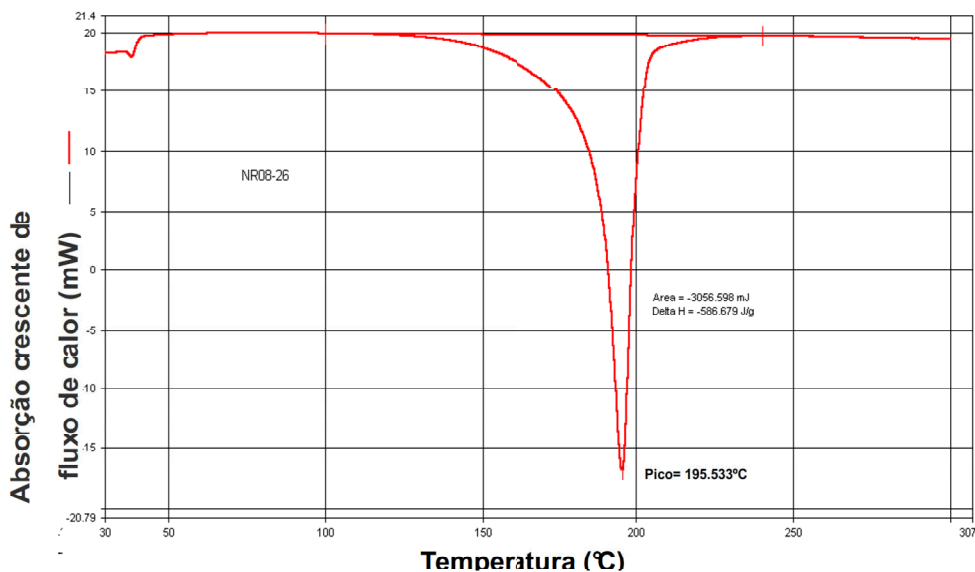


FIG.1

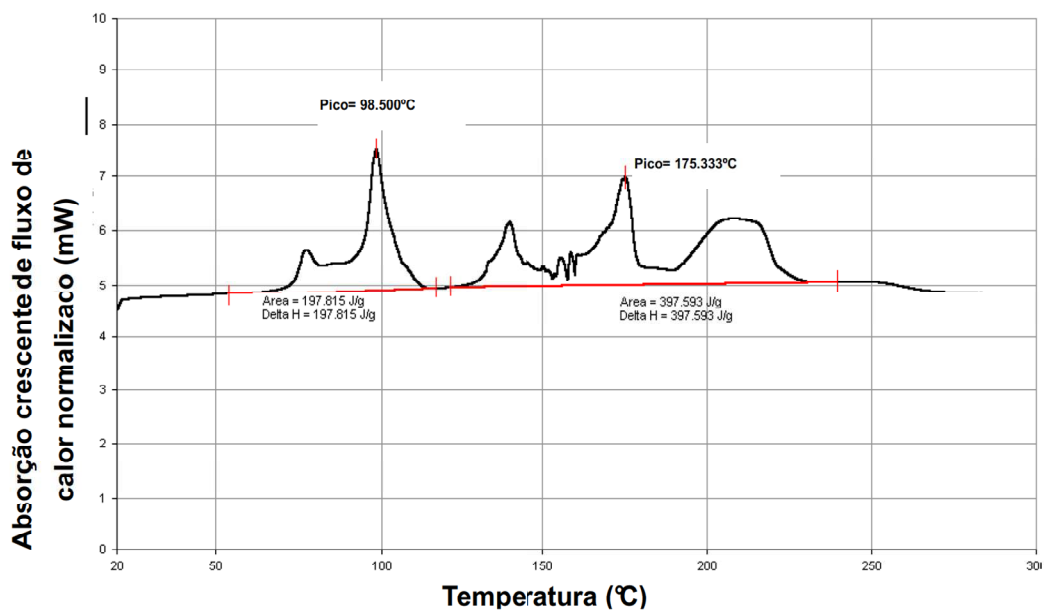


FIG.2

2/3

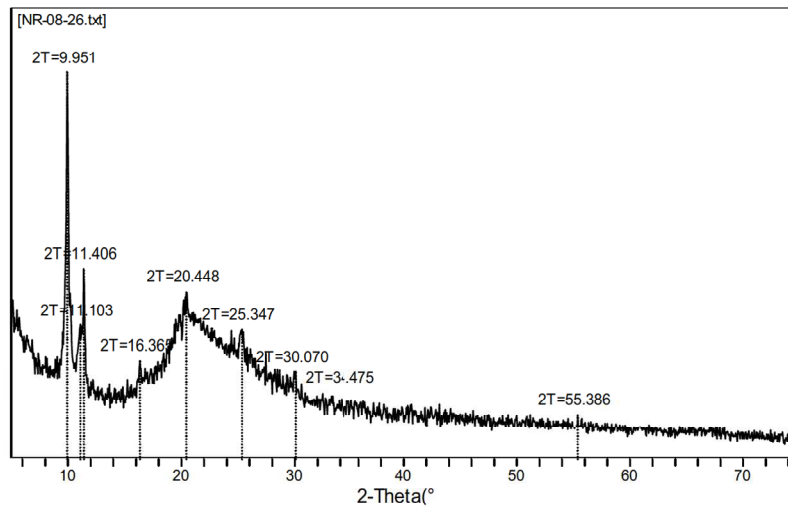


FIG.3

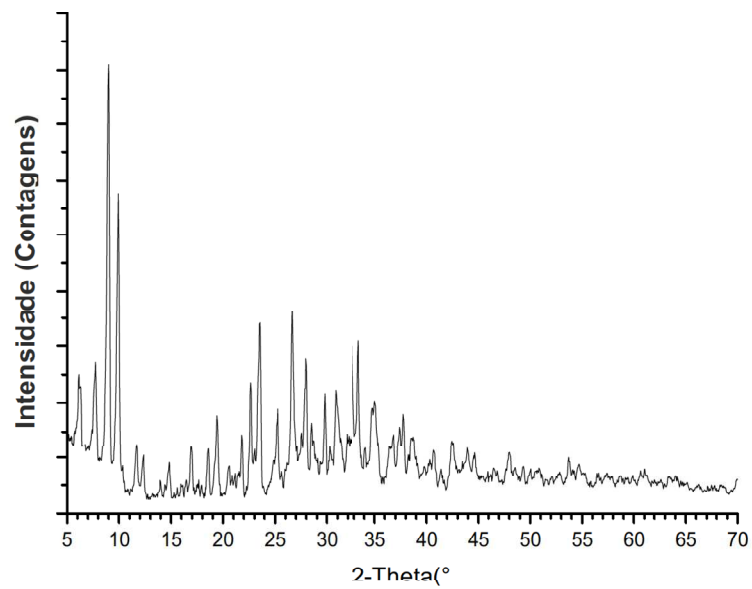


FIG.4

3/3

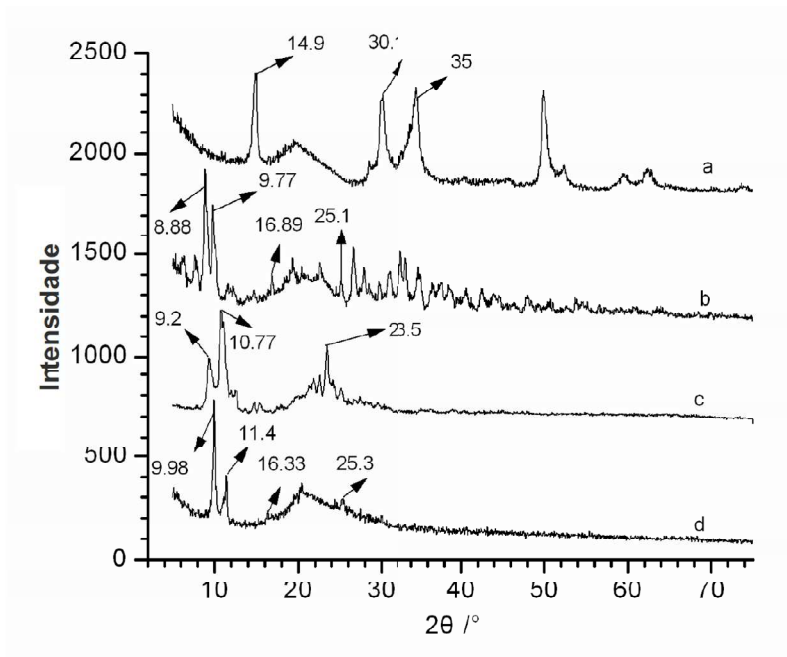


FIG.5

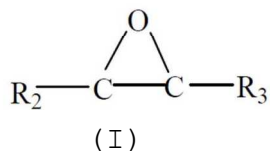


FIG.6

RESUMO

"COMPOSTO DE MAGNÉSIO E PROCESSO PARA PREPARAR O COMPOSTO DE MAGNÉSIO"

Composto de magnésio esférico compreende um produto de
 5 reação de pelo menos os seguintes componentes: (a) um
 haleto de magnésio representado pela fórmula geral
 $MgX_{2-n}R_n$, na qual X é, independentemente, cloreto ou
 brometo, R é um grupo alquila de C_1-C_{14} , arila de C_6-C_{14} ,
 alcoxi de C_1-C_{14} , ou ariloxi de C_6-C_{14} , e n é 0 ou 1; (b)
 10 um álcool; e (c) um epóxi representado pela fórmula geral
 (I):



na qual R_2 e R_3 são, independentemente, hidrogênio, um
 grupo alquila linear ou ramificado de C_1-C_5 , ou um grupo
 15 haloalquila linear ou ramificado de C_1-C_5 . O composto de
 magnésio tem curva de DSC e configuração de difração de
 raios-X características, e pode ser usado como
 transportador para catalisador de polimerização olefínica
 com estereorregularidade de polímero tendo elevado índice
 20 de fusão, e baixo teor de finos de polímero.