



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0027310

(51)⁷ C08F 210/06

(13) B

(21) 1-2016-02323

(22) 26/11/2014

(86) PCT/US2014/067703 26/11/2014

(87) WO2015/081254 04/06/2015

(30) 61/909,461 27/11/2013 US

(45) 25/02/2021 395

(43) 26/09/2016 342A

(73) W.R. GRACE & CO.-CONN. (US)

7500 Grace Drive, Columbia, Maryland 21044, United States of America

(72) Jan W. VAN EGMOND (NL).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) QUY TRÌNH TRỪNG HỢP ĐỀ SẢN XUẤT CHẤT ĐỒNG TRỪNG HỢP
PROPYLEN CHỊU VA ĐẬP

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình trùng hợp bao gồm bước halogen hóa, với sự có mặt của dieste thơm phenylen được thế, các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi để tạo các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron; bước tiếp xúc thứ nhất giữa propylen và tùy chọn một hoặc nhiều comonome thứ nhất với chế phẩm xúc tác bao gồm các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme nền propylen hoạt hóa; và bước tiếp xúc thứ hai giữa polyme nền propylen hoạt hóa với ít nhất một comonome thứ hai trong lò phản ứng trùng hợp thứ hai để tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt tiền xúc tác trùng hợp và quy trình trùng hợp để sản xuất chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất đồng trùng hợp chịu va đập (ICOP), ví dụ, chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập, là polyme dị pha có đặc trưng pha liên tục là polyme nền propylen và pha đàn hồi hoặc "cao su" gián đoạn được phát tán trong toàn bộ pha liên tục. Quy trình sản xuất chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập thông thường được tiến hành theo quy trình hai giai đoạn. Polyme thứ nhất (pha liên tục) được sản xuất trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất. Sản phẩm của giai đoạn thứ nhất này sau đó được đưa từ lò phản ứng thứ nhất sang lò phản ứng thứ hai (tức là lò phản ứng sản xuất chất chịu va đập) trong đó polyme thứ hai (pha gián đoạn) được sản xuất. Pha gián đoạn được hợp nhất vào nền của pha liên tục, bằng cách này tạo ra chất đồng trùng hợp chịu va đập. Chất tạo thành được biết đến là chất đồng trùng hợp chịu va đập có các tính chất có lợi, cụ thể có độ bền chịu va đập tốt trong khi giữ được phần nhiều mô đun cứng. Tỷ lệ khối lượng của vật liệu cao su trong sản phẩm ICOP cuối được gọi là tỷ lệ chất đồng trùng hợp hoặc hàm lượng cao su, viết tắt là Fc.

Pha gián đoạn thông thường có bản chất đàn hồi hoặc tựa cao su. Điều này dẫn đến nhiều khó khăn trong các quy trình xử lý. Do tính dính và độ dính của polyme thứ hai, khả năng chảy của chất đồng trùng hợp chịu va đập giảm xuống khi lượng chất đàn hồi (pha gián đoạn) có mặt trong chất đồng trùng hợp chịu va đập tăng lên. Khả năng chảy giảm là một vấn đề, nhất là khi sản xuất các sản phẩm chất đồng trùng hợp chịu va đập cao (HICOP), ví dụ sản phẩm có Fc lớn hơn hoặc bằng 30 phần trăm khối lượng (% khối lượng). Ví dụ, tính dính của hạt và khả năng chảy kém của chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có Fc lớn hơn 30% có thể gây ra một số vấn đề trong sản xuất bao gồm nhưng không giới hạn trong hiện tượng tích tụ lên thành lò phản ứng sản xuất chất chịu va đập,

sự kết tụ bột, hình thành các phân đoạn lớn, và/hoặc sự ngừng trệ ở thùng xử lý sản phẩm bằng khí dẫn đến việc giảm năng suất nhà máy, hoặc thậm chí là dừng hoạt động nhà máy.

Quy trình sản xuất chất đồng trùng hợp lý tưởng là quy trình trong đó khả năng chảy của các hạt polyme được duy trì hoặc cải thiện khi Fc của chất đồng trùng hợp chịu va đập tăng lên - cụ thể khi Fc của chất đồng trùng hợp chịu va đập lớn hơn 30%.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo đó, mục đích của sáng chế là các hạt của chế phẩm tiền chất trùng hợp tạo thành từ tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi (như định nghĩa bên dưới) và dieste thiom phenylen được thể, trong đó các hạt của chế phẩm tiền chất trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất quy trình trùng hợp bao gồm sự halogen hóa, với sự có mặt của dieste thiom phenylen được thể, các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron để tạo các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron. Quy trình trùng hợp có thể còn bao gồm bước tiếp xúc thứ nhất, trong các điều kiện trùng hợp thứ nhất, giữa propylen và tùy chọn một hoặc nhiều comonome thứ nhất với chế phẩm xúc tác gồm các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme nền propylen hoạt hoá, và bước tiếp xúc thứ hai, trong các điều kiện trùng hợp thứ hai, giữa polyme nền propylen hoạt hoá với ít nhất một comonome thứ hai trong lò phản ứng trùng hợp thứ hai để tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập. Ít nhất một comonome thứ hai có thể là olefin.

Ưu điểm của phương án của sáng chế là quy trình cải thiện khả năng chảy của chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập, cụ thể là chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có hàm lượng cao su cao (HICOP) với Fc lớn hơn 30%.

Ưu điểm khác của phương án của sáng chế là quy trình cải thiện khả năng chảy của chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập được tạo từ chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta chứa dieste thiom phenylen được thể.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế này được mô tả theo các phương án của sáng chế.

Theo một phương án của sáng chế, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp được tạo thành từ tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi và dieste thơm phenylen được thể, trong đó các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25 micron đến 30 micron. Các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có thể có D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25 micron đến 30 micron. Dieste thơm phenylen được thể có thể là 3-metyl-5-t-butyl-1,2-phenylen dibenzoat.

Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp và tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi mỗi loại có thể bao gồm các hạt có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Theo một phương án khác, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D50 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp và tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi mỗi loại cũng có thể bao gồm các hạt có D90 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Theo một phương án khác, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D90 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có thể bao gồm các hạt $Mg_3Ti(OEt)_8Cl_2$ được phức hóa bằng 3-metyl-5-t-butyl-1,2-phenylen dibenzoat, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D50 nằm trong khoảng từ 25 hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron, trong đó Et là etylen.

Theo một phương án khác, sáng chế đề xuất quy trình trùng hợp. Quy trình trùng hợp gồm bước halogen hóa tiền chất tiền xúc tác trùng hợp magie/titan (hay "MagTi") với sự có mặt của dieste thơm phenylen được thể (hay "SPAD") để tạo các

hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron. Tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có dạng hạt rắn và có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron. Quy trình trùng hợp có thể còn bao gồm bước tiếp xúc thứ nhất, trong các điều kiện trùng hợp thứ nhất, giữa propylen và tùy chọn một hoặc nhiều comonome thứ nhất với chế phẩm xúc tác để tạo polyme nền propylen hoạt hóa. Chế phẩm xúc tác có thể bao gồm các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp này, chất đồng xúc tác, và có thể chất cho điện tử bên ngoài. Quy trình trùng hợp có thể còn bao gồm bước tiếp xúc thứ hai, trong các điều kiện trùng hợp thứ hai, giữa polyme nền propylen hoạt hóa với ít nhất một comonome thứ hai trong lò phản ứng trùng hợp thứ hai để tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập. Ít nhất một comonome thứ hai có thể là olefin.

Quy trình trùng hợp sẽ được mô tả chi tiết hơn sau đây, cụ thể theo các bước như bước halogen hóa, bước trùng hợp thứ nhất, bước trùng hợp thứ hai theo các phương án của sáng chế.

Halogen hóa

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình trùng hợp bao gồm bước halogen hóa tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi với sự có mặt của chất cho điện tử bên trong, cụ thể là dieste thơm phenylen được thế, SPAD. “Tiền chất tiền xúc tác trùng hợp magie/titan”, hay “tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi” có công thức $Mg_dTi(OR^e)_fX_g$ trong đó R^e là gốc hydrocacbon béo hoặc thơm có 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc COR' trong đó R' là gốc hydrocacbon béo hoặc thơm có 1 đến 14 nguyên tử cacbon; mỗi nhóm OR^e giống nhau hoặc khác nhau; X, một cách độc lập, là clo, brom hoặc iot, tốt nhất là clo; d bằng 0,5 đến 56, hoặc 2 đến 4; f bằng 2 đến 116, hoặc 5 đến 15; và g bằng 0,5 đến 116, hoặc 1 đến 3. Tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có thể được điều chế bằng kết tủa có kiểm soát bằng cách tách rượu khỏi môi trường phản ứng tiền chất được sử dụng trong khi điều chế. Môi trường phản ứng bao gồm hỗn hợp chất lỏng thơm, như hợp chất thơm clo hóa, hoặc clobenzen, với alkanol, cụ thể là etanol. Các chất halogen hóa phù hợp có thể bao gồm titan tetrabromua, titan tetraclorea hoặc titan triclorea, cụ thể là titan tetraclorea. Tách alkanol khỏi dung dịch được sử dụng trong halogen hóa sẽ tạo ra kết tủa của tiền chất rắn có diện tích bề mặt và hình thái mong muốn.

Tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có thể là các hạt đồng đều về cỡ hạt,

các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có D50 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Thuật ngữ "D50" sử dụng trong bản mô tả này là đường kính hạt trung bình, theo đó 50% khối lượng mẫu có đường kính lớn hơn đường kính hạt ấn định. Theo một phương án, các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có D50 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Theo một phương án, tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi là các hạt có D90 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Thuật ngữ "D90" sử dụng trong bản mô tả này là đường kính hạt trung bình, theo đó 90% khối lượng mẫu có đường kính lớn hơn đường kính hạt ấn định. Trong phương án khác, các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có D90 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Theo một phương án, tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi là các hạt $\text{Mg}_3\text{Ti}(\text{OEt})_8\text{Cl}_2$, các hạt có D50 nằm trong khoảng từ 25 micron đến 30 micron, trong đó Et là etylen.

Halogen hóa có thể xảy ra nhờ chất halogen hóa. “Chất halogen hóa”, như được sử dụng trong bản mô tả này, là hợp chất chuyển hoá tiền chất tiền xúc tác trùng hợp (hoặc chất trung gian của tiền xúc tác trùng hợp) thành dạng halogenua. “Chất titan hóa”, như được sử dụng trong bản mô tả này, là hợp chất cung cấp các loại titan có hoạt tính xúc tác. Halogen hóa và titan hóa có thể chuyển hóa gốc magie có mặt trong tiền chất tiền xúc tác trùng hợp thành nền mang magie halogenua mà gốc titan (như titan halogenua) kết tủa trên đó.

Chất halogen hóa có thể là titan halogenua có công thức $\text{Ti}(\text{OR}^e)_f\text{X}_h$ trong đó R^e và X được định nghĩa như trên, f là một số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3; h là một số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4; và $f + h$ bằng 4. Theo cách này, titan halogenua là chất halogen hóa, đồng thời cũng là chất titan hóa. Theo một phương án, titan halogenua là TiCl_4 và halogen hóa có thể xảy ra là nhờ clo hóa tiền chất tiền xúc tác trùng hợp với TiCl_4 .

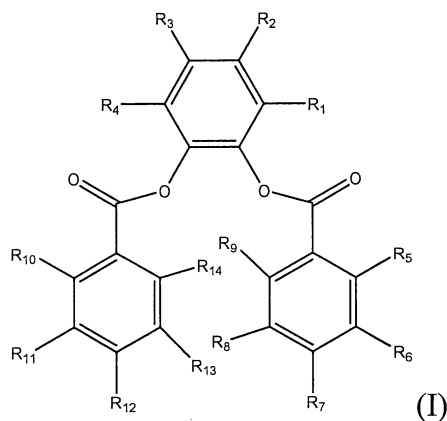
Có thể tiến hành clo hóa (và titan hóa) với sự có mặt của chất lỏng thơm hoặc béo được clo hóa hoặc không clo hóa như diclobenzen, o-clotoluen, clobenzen, benzen, toluen, xylene, octan, hoặc 1,1,2-tricloetan. Theo một phương án khác nữa của sáng chế, halogen hóa và titan hóa được tiến hành bằng cách sử dụng hỗn hợp chất halogen hóa và chất lỏng thơm clo hóa gồm 40 đến 60 phần trăm thể tích là chất halogen hóa, như $TiCl_4$.

Theo một phương án, hỗn hợp phản ứng được làm nóng từ nhiệt độ bằng khoảng $30^\circ C$ đến khoảng $150^\circ C$ trong thời gian khoảng 2 phút đến khoảng 100 phút trong quá trình halogen hóa (clo hóa).

Có thể thực hiện phản ứng halogen hóa với sự có mặt của SPAD là chất cho điện tử bên trong. Trong bản mô tả này, "chất cho điện tử bên trong" (hay "IED") là hợp chất được bổ sung hoặc được tạo trong khi hình thành chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp, hợp chất này cho ít nhất một cặp electron cho một hoặc nhiều kim loại có mặt trong chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp tạo được. Không bị hạn chế bởi học thuyết cụ thể nào, người ta tin rằng trong quá trình halogen hóa và titan hóa, chất cho điện tử bên trong (1) điều chỉnh sự tạo thành các vị trí hoạt tính và từ đó tăng cường tính lập thể chọn lọc chất xúc tác, (2) điều chỉnh vị trí của titan trên nền mang gốc magie, (3) hỗ trợ việc chuyển hóa các gốc magie và titan thành các halogenua tương ứng, và (4) điều chỉnh kích cỡ vi tinh thể của nền mang magie halogenua trong quá trình chuyển hóa. Do đó, việc cung cấp chất cho điện tử bên trong sẽ tạo ra chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có tính lập thể chọn lọc được tăng cường.

Có thể bổ sung chất cho điện tử bên trong SPAD trước, trong hoặc sau khi làm nóng hỗn hợp phản ứng. Có thể bổ sung chất cho điện tử bên trong trước, trong hoặc sau khi thêm chất halogen hóa vào tiền chất tiền xúc tác trùng hợp. Quy trình halogen hóa của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp $MagTi$ có thể tiến hành với sự có mặt của SPAD.

Chất cho điện tử bên trong là dieste thơm phenylen được thế. Dieste thơm phenylen được thế có thể là dieste thơm 1,2-phenylen được thế, dieste thơm 1,3-phenylen được thế, hoặc dieste thơm 1,4-phenylen được thế. Theo một phương án, dieste thơm 1,2-phenylen được cung cấp. Dieste thơm 1,2-phenylen được thế có cấu trúc (I) như sau:



trong đó R_1 - R_{14} giống hoặc khác nhau. Mỗi R_1 - R_{14} được chọn độc lập từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và các kết hợp của chúng. Ít nhất một trong các R_1 - R_{14} không phải là hydro. Nói cách khác, ít nhất một trong các R_1 - R_{14} là nhóm thể không phải là hydro.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "hydrocarbyl" và "hydrocacbon" chỉ các nhóm thể chỉ chứa nguyên tử cacbon và hydro, bao gồm mạch phân nhánh hoặc mạch thẳng, bão hòa hoặc không bão hòa, vòng, đa vòng, ngưng tụ, hoặc các loại không vòng, và các kết hợp của chúng. Các ví dụ không giới hạn của các nhóm hydrocarbyl bao gồm các nhóm alkyl-, xycloalkyl-, alkenyl-, alkadienyl-, xycloalkenyl-, xycloalkadienyl-, aryl-, aralkyl, alkylaryl, và alkynyl-.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "hydrocarbyl được thể" và "hydrocacbon được thể" chỉ nhóm hydrocarbyl được thể bằng một hoặc nhiều nhóm thể không phải hydrocarbyl. Ví dụ không giới hạn của nhóm thể không phải hydrocarbyl là nguyên tử khác loại. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "nguyên tử khác loại" chỉ nguyên tử không phải là cacbon hoặc hydro. Nguyên tử khác loại có thể là nguyên tử không phải là cacbon thuộc Nhóm IV, V, VI, và VII của Bảng tuần hoàn. Các ví dụ không giới hạn về nguyên tử khác loại bao gồm: các halogen (F, Cl, Br, I), N, O, P, B, S, và Si. Nhóm hydrocarbyl được thể còn bao gồm nhóm halohydrocarbyl và nhóm hydrocarbyl chứa silic. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "halohydrocarbyl" chỉ nhóm hydrocarbyl được thể bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "nhóm hydrocarbyl chứa silic" chỉ nhóm hydrocarbyl được thể bằng một hoặc nhiều nguyên tử silic. (Các) nguyên tử silic có thể có hoặc không có trong mạch cacbon.

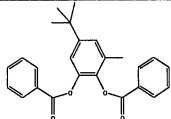
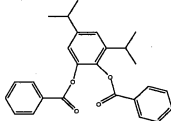
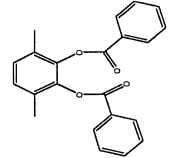
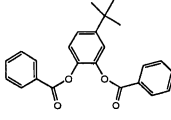
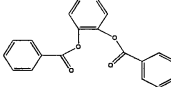
Theo một phương án, SPAD có cấu trúc (I) gồm mỗi R_1 - R_{14} được chọn độc lập từ

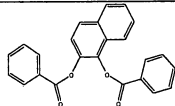
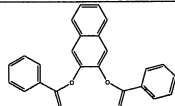
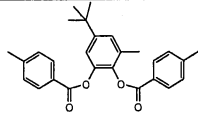
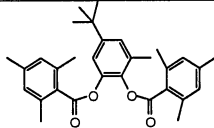
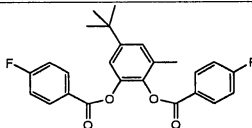
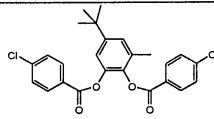
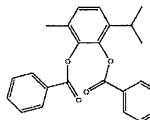
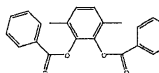
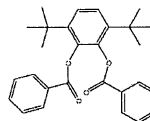
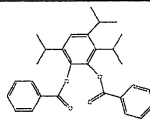
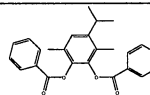
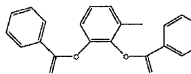
hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và các kết hợp của chúng. Ít nhất một trong số R₁-R₄ là nhóm hydrocarbyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại, và các kết hợp của chúng. Theo một phương án khác, ít nhất một trong số R₁-R₄ là nhóm hydrocarbyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon.

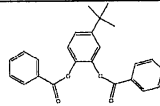
Theo một phương án, SPAD có cấu trúc (I) gồm mỗi R₁-R₁₄ được chọn độc lập từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và các kết hợp của chúng. Ít nhất hai trong số R₁-R₄ là nhóm hydrocarbyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại, và các kết hợp của chúng. Theo một phương án khác, ít nhất hai trong số R₁-R₄ là nhóm hydrocarbyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ không giới hạn về SPAD phù hợp làm chất cho điện tử bên trong được cung cấp trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Hợp chất	Cấu trúc
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,5-diisopropyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,6-dimetyl-1,2-phenylen đibenzoat	
4-butyl-1,2-phenylen đibenzoat	
4-metyl 1,2-phenylen đibenzoat	

Hợp chất	Cấu trúc
1,2-naphtalen đibenzoat	
2,3-naphtalen đibenzoat	
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-clobenzoat)	
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(2,4,6-trimetylbenzoat)	
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-flobenzoat)	
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-clobenzoat)	
3-metyl-6-isopropyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,6-đimetyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,6-đi-tert-butyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,4,6-triisopropyl-1,2-phenylen đibenzoat	
3,6-đimetyl-4-isopropyl -1,2-phenylen đibenzoat	
3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat	

Hợp chất	Cấu trúc
3-tert-butyl-1,2-phenylen đibenzoat	

Theo một phương án, dieste thiom phenylen được thể là 3-metyl-5-t-butyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Sản phẩm phản ứng của bước halogen hóa là chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp. Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có thể là chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta. Có thể tạo chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp từ tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi và chất cho điện tử bên trong SPAD. Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có thể là kết hợp của gốc magie, gốc titan, được phức hóa với dieste thiom phenylen được thể (tức là chất cho điện tử bên trong). Chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có thể gồm các hạt có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Theo một phương án, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D50 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Theo một phương án, chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp là các hạt có D90 nằm trong khoảng từ 19 micron, hoặc 20 micron, hoặc 21 micron, hoặc 22 micron, hoặc 23 micron, hoặc 24 micron, hoặc 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron. Theo một phương án khác, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D90 nằm trong khoảng từ 25 micron, hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Theo một phương án, chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp là các hạt $Mg_3Ti(OEt)_8Cl_2$ được phức hóa bằng 3-metyl-5-t-butyl-1,2-phenylen đibenzoat, các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có D50 nằm trong khoảng từ 25 hoặc 26 micron, hoặc 27 micron đến 28 micron, hoặc 29 micron, hoặc 30 micron.

Quy trình trùng hợp thứ nhất

Một phương án của sáng chế là quy trình trùng hợp trong đó bao gồm bước tiếp xúc thứ nhất, trong các điều kiện trùng hợp thứ nhất, giữa propylen và tùy chọn một hoặc nhiều comonome thứ nhất với chế phẩm xúc tác gồm các hạt của chế phẩm tiền

chất xúc tác này trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme nền propylen hoạt hóa. Chế phẩm xúc tác có thể gồm các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp này (được tạo từ tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi và SPAD có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19-30 micron như trình bày ở phần trên), chất đồng xúc tác, và có thể là chất cho electron bên ngoài.

Trong bản mô tả này, "polyme nền propylen hoạt hóa" là polyme nền propylen chứa lượng xúc tác hoạt hóa có khả năng trùng hợp thêm nữa khi tiếp xúc với olefin trong các điều kiện trùng hợp.

Chế phẩm xúc tác có thể bao gồm chất đồng xúc tác. Chất đồng xúc tác có thể là hợp chất hữu cơ - nhôm, như hợp chất nhôm trialkyl-, nhôm dialkyl hydrua, nhôm alkyl dihydrua, nhôm dialkyl halogenua, nhôm alkyl dihalogenua, nhôm dialkyl alkoxit, và nhôm alkyl dialkoxit chứa từ 1-10, tốt hơn là 1-6 nguyên tử cacbon trong mỗi nhóm alkyl hoặc alkoxit. Theo một phương án, chất đồng xúc tác là hợp chất nhôm trialkyl C₁₋₄, như nhôm trietyl (TEA).

Chế phẩm xúc tác có thể bao gồm chất cho điện tử bên ngoài. Theo một phương án, chế phẩm xúc tác bao gồm hỗn hợp chất cho điện tử bên ngoài (MEED) bao gồm một hoặc nhiều chất điều khiển tính chọn lọc (SCA) và một hoặc nhiều chất hạn chế hoạt tính (ALA). SCA là alkoxysilan có công thức chung: SiR_m(OR')_{4-m} (I) trong đó R một cách độc lập trong mỗi trường hợp là hydro hoặc hydrocarbonyl hoặc là nhóm amino, tùy chọn có thể được thay thế bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa ít nhất một nguyên tử khác loại thuộc Nhóm 14, 15, 16, hoặc 17. R chứa đến 20 nguyên tử không tính hydro và halogen. R' là nhóm alkyl C₁₋₂₀, và m bằng 0, 1, 2 hoặc 3. Theo một phương án, R là aryl, alkyl hoặc aralkyl C₆₋₁₂, xycloalkyl C₃₋₁₂, alkyl mạch nhánh C₃₋₁₂, hoặc nhóm amino vòng C₃₋₁₂, R' là alkyl C₁₋₄, và m bằng 1 hoặc 2.

Các ví dụ không hạn chế về các chế phẩm alkoxysilan phù hợp bao gồm dicyclopentyl dimetoxysilan, di-tert-butyl dimetoxysilan, methylxyclohexyl dimetoxysilan, methylxyclohexyl dietoxysilan, di-n-butyl dimetoxysilan, etylxyclohexyl dimetoxysilan, diphenyl dimetoxysilan, diisopropyl dimetoxysilan, di-n-propyl dimetoxysilan, diisobutyl dimetoxysilan, diisobutyl dietoxysilan, di-n-butyl dimetoxysilan, xyclopentyl trimetoxysilan, isopropyl trimetoxysilan, n-propyl trimetoxysilan, n-propyl trietoxysilan, ethyl trietoxysilan, tetrametoxysilan, tetraetoxysilan,

xyclopentylpyrolidinodimetoxyasilan, bis(pyrolidino)dimetoxyasilan, bis(perhydroisoquinolino)dimetoxyasilan, và dimetyldimetoxyasilan.

Có thể chọn SCA từ dixyclopentylldimetoxyasilan, methylxyclohexyldimetoxyasilan, và n-propyltrimetoxyasilan, và các kết hợp của chúng.

MEED có thể gồm một hoặc nhiều chất hạn chế hoạt tính. Trong bản mô tả này, "chất hạn chế hoạt tính" ("ALA") là chất làm giảm hoạt tính của chất xúc tác ở nhiệt độ tăng cao (*tức là*, nhiệt độ cao hơn khoảng 85 °C). Chất ALA hạn chế hoặc ngăn chặn xảy ra xáo trộn trong lò phản ứng trùng hợp và đảm bảo quy trình trùng hợp diễn ra liên tục. Thông thường, hoạt tính của chất xúc tác Ziegler-Natta tăng khi nhiệt độ lò phản ứng tăng. Chất xúc tác Ziegler-Natta cũng thường duy trì hoạt tính cao ở nhiệt độ gần với nhiệt độ nóng chảy của polyme được tạo. Nhiệt tạo ra từ phản ứng trùng hợp phát nhiệt có thể khiến cho các hạt polyme tạo thành các khối kết tụ và cuối cùng có thể dẫn tới sự gián đoạn trong quy trình sản xuất polyme. ALA làm giảm hoạt tính của chất xúc tác ở nhiệt độ tăng cao, bằng cách này ngăn chặn xảy ra xáo trộn trong lò phản ứng trùng hợp, làm giảm (hoặc ngăn chặn) sự kết tụ các hạt, và đảm bảo quy trình trùng hợp diễn ra liên tục.

ALA có thể là este của axit carboxylic béo. Este của axit carboxylic béo có thể là este của axit béo C₄-C₃₀, có thể là este mono- hoặc poly- (hai hoặc nhiều), có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, có thể là bão hòa hoặc chưa bão hòa, và các kết hợp của chúng. Este của axit béo C₄-C₃₀ cũng có thể được thay thế bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa nguyên tử khác loại Nhóm 14, 15 hoặc 16. Các ví dụ không giới hạn về este của axit béo C₄-C₃₀ phù hợp bao gồm este chứa alkyl C₁₋₂₀ của axit monocarboxylic béo C₄₋₃₀, este chứa alkyl C₁₋₂₀ của axit monocarboxylic béo C₈₋₂₀, mono- và dieste chứa alyl C₁₋₄ của axit monocarboxylic và axit đi-carboxylic béo C₄₋₂₀, este chứa alkyl C₁₋₄ của axit monocarboxylic và axit đi-carboxylic béo C₈₋₂₀, và dẫn xuất mono- hoặc polycarboxylat C₄₋₂₀ của (poly)glycol C₂₋₁₀₀ hoặc của ete (poly)glycol C₂₋₁₀₀. Theo một phương án khác, este của axit béo C₄-C₃₀ có thể là laurat, myristat, palmitat, stearat, oleat, sebacat, (poly)(alkylen glycol) mono- hoặc điaxetat, (poly)(alkylen glycol) mono- hoặc đi-myristat, (poly)(alkylen glycol) mono- hoặc đi-laurat, (poly)(alkylen glycol) mono- hoặc đi-oleat, glyxeryl tri(axetat), glyxeryl tri-este của axit carboxylic béo C₂₋₄₀, và các hỗn hợp của chúng. Theo một phương án khác, este béo C₄-C₃₀ là isopropyl myristat hoặc đi-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, ALA là isopropyl myristat.

Theo một phương án, ALA là di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, MEED là kết hợp bất kỳ của (i) n-propyltrimetoxysilan, methylxyclohexyldimetoxysilan, dioxyclopentyldimetoxysilan và/hoặc diisopropyldimetoxysilan với (ii) kết hợp bất kỳ của isopropyl myristat và/hoặc di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, MEED là n-propyltrimetoxysilan và isopropyl myristat.

Theo một phương án, MEED là n-propyltrimetoxysilan và di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, MEED là methylxyclohexyldimetoxysilan và di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, MEED là methylxyclohexyldimetoxysilan và isopropyl myristat.

Theo một phương án, MEED là dioxyclopentyldimetoxysilan và isopropyl myristat.

Theo một phương án, MEED là dioxyclopentyldimetoxysilan và di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, MEED là diisopropyldimetoxysilan và isopropyl myristat.

Theo một phương án, MEED là diisopropyldimetoxysilan và di-n-butyl sebacat.

Chế phẩm xúc tác có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được công bố trong bản mô tả này.

Theo một phương án của sáng chế, quy trình trùng hợp gồm bước tiếp xúc, trong các điều kiện trùng hợp thứ nhất, giữa propylen với chế phẩm xúc tác trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme nền propylen hoạt hóa. Trong bản mô tả này, "các điều kiện trùng hợp" là các thông số nhiệt độ và áp suất trong lò phản ứng trùng hợp thích hợp để đẩy mạnh sự trùng hợp giữa chế phẩm xúc tác và olefin để tạo polyme như ý muốn. Quy trình trùng hợp có thể là quy trình trùng hợp pha khí, quy trình trùng hợp huyền phù đặc hoặc quy trình trùng hợp khối diễn ra trong một, hoặc nhiều hơn một lò phản ứng. Theo đó, lò phản ứng trùng hợp có thể là lò phản ứng trùng hợp pha khí, lò phản ứng trùng hợp pha lỏng, hoặc kết hợp của chúng.

Có thể tiến hành trùng hợp trong hai lò phản ứng trùng hợp pha khí nối tiếp. Trong bản mô tả này, "trùng hợp pha khí" (hoặc "các điều kiện trùng hợp pha khí") là dòng chất làm lỏng đang chuyển động đi lên, chất làm lỏng chứa một hoặc nhiều monome, với sự có mặt của chế phẩm xúc tác, xuyên suốt tầng sôi chứa các hạt polyme được duy trì trong trạng thái lỏng hóa bởi chất làm lỏng. Monome propylen và chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta tiếp xúc với nhau trong vùng phản ứng của lò phản ứng.

Lò phản ứng trùng hợp pha khí có thể là lò phản ứng trùng hợp tầng sôi pha khí. "Sự tạo tầng sôi", "lỏng hóa" hoặc "làm hóa lỏng" là quy trình tiếp xúc giữa chất khí-rắn trong đó tầng có các hạt polyme được phân chia cực nhỏ được nâng lên và được khuấy bằng dòng khí đang dâng lên. Sự tạo tầng sôi xảy ra tại tầng chứa các hạt khi dòng lưu chất chuyển động đi lên qua các lỗ hở của tầng chứa các hạt đạt được dung sai áp suất và lượng gia độ chịu ma sát vượt quá khối lượng của hạt. Do đó, "tầng sôi" là các hạt polyme được huyền phù hóa trong trạng thái hóa lỏng bởi dòng chất làm lỏng. "Chất làm lỏng" là một hoặc nhiều chất khí olefin, có thể là khí mang (như N_2) và có thể là chất lỏng (như hydrocacbon) chuyển động đi lên xuyên suốt lò phản ứng pha khí.

Lò phản ứng trùng hợp tầng sôi pha khí thông thường (hoặc lò phản ứng pha khí) bao gồm thùng (*tức là* lò phản ứng), tầng sôi, bộ phận phân phối, đường ống nạp và đường ống xả, máy nén, giàn lạnh khí chạy theo chu kỳ hoặc bộ trao đổi nhiệt, và hệ thống đầu ra sản phẩm. Thùng bao gồm vùng phản ứng và vùng giảm vận tốc, cả hai vùng đều có vị trí phía trên bộ phận phân phối. Tầng sôi có thể nằm trong vùng phản ứng. Chất làm lỏng đi qua xuyên suốt lò phản ứng trùng hợp pha khí với vận tốc đủ để duy trì tầng chứa các hạt rắn ở trạng thái huyền phù. Dòng khí chứa monome khí chưa phản ứng được liên tục rút ra khỏi lò phản ứng, bị nén, làm lạnh và tái tuần hoàn vào lò phản ứng. Sản phẩm được rút ra khỏi lò phản ứng và monome mới chế được bổ sung vào dòng tuần hoàn.

Chất làm lỏng bao gồm khí monome của propylen và ít nhất một khí khác như olefin và/hoặc khí mang như hydro hoặc nitơ. Chất làm lỏng còn có thể gồm khí hydro. Trong quá trình trùng hợp, hydro có thể làm chất chuyển mạch và ảnh hưởng đến khối lượng phân tử (và lưu lượng nóng chảy tương ứng) của polyme thu được.

Nhiều thông số hoạt động có thể được kiểm soát và điều khiển trong quy trình trùng hợp pha khí. Một thông số là mật độ khối tầng sôi. "Mật độ khối tầng sôi" (hoặc "FBD") là khối lượng của chất rắn (*tức là* hạt polyme) trên thể tích đơn vị trong tầng sôi.

FBD là giá trị trung bình có thể lớn hơn hoặc nhỏ hơn mật độ khối được định vị tại điểm bất kỳ trong phần lò phản ứng cố định. FBD là chỉ số trực tiếp cho biết tình trạng vận hành của lò phản ứng pha khí. Các thay đổi ngoài dự kiến trong FBD thường biểu thị lò phản ứng đang gặp vấn đề. FBD có thể bao gồm mật độ khối tầng sôi trên (UFBD) và mật độ khối tầng sôi dưới (LFBD). Một thông số khác là mật độ khối sa lắng.

Lò phản ứng trùng hợp tầng sôi pha khí có thể là lò phản ứng quy mô thương mại. “Lò phản ứng quy mô thương mại” là lò phản ứng trùng hợp có khả năng sản xuất 40 ngàn tấn hàng năm (KTA) hoặc nhiều hơn 55 tấn/giờ polyme nền propylen. Ví dụ không giới hạn về lò phản ứng trùng hợp pha khí quy mô thương mại là lò phản ứng UNIPOL™.

Chế phẩm xúc tác thường được cấp vào từ phần phía dưới của lò phản ứng. Phản ứng xảy ra sau khi có sự tiếp xúc giữa chế phẩm xúc tác và chất làm lỏng làm sản sinh ra các hạt polyme đang tăng trưởng. Chất làm lỏng chuyển động lên phía trên xuyên suốt tầng sôi, cung cấp chất truyền nhiệt và tạo tầng sôi. Lò phản ứng bao gồm phần mở rộng nằm phía trên vùng phản ứng. Trong phần mở rộng, các hạt có vận tốc cuối cao hơn vận tốc của chất làm lỏng sẽ rời khỏi dòng chất làm lỏng. Sau khi rời khỏi lò phản ứng, chất làm lỏng sẽ đi qua máy nén và một hoặc nhiều bộ trao đổi nhiệt để loại bỏ nhiệt của quá trình trùng hợp trước khi được tái đưa vào phần phản ứng của lò phản ứng. Chất làm lỏng có thể chứa hoặc không chứa một lượng chất lỏng sau khi được làm lạnh và ngưng tụ.

Một hoặc nhiều monome olefin có thể được đưa vào lò phản ứng trùng hợp cùng với propylen để phản ứng với tiền xúc tác trùng hợp, chất đồng xúc tác, và EED để tạo thành polyme, hoặc tầng sôi chứa các hạt polyme. Các ví dụ không giới hạn về monome olefin phù hợp bao gồm etylen (vì mục đích của sáng chế này, etylen được xem là α -olefin), α -olefin C₄₋₂₀, như 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 4-metyl-1-penten, 1-hepten, 1-octen, 1-đexen, 1-đodexen và tương tự; Theo một phương án, propylen là α -olefin duy nhất được đưa vào lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme đồng nhất của propylen.

Theo một phương án, quy trình trùng hợp gồm bước tạo, trong lò phản ứng thứ nhất, polyme nền propylen có từ 0,1% hoặc 0,5%, hoặc 1,0%, hoặc 1,5%, hoặc 2,0%, hoặc 2,5%, hoặc 3,0%, hoặc 3,5% đến 4,0% khối lượng, hoặc 5,0% đến thấp hơn 6,0% khối lượng là xylen hòa tan (XS). Phần trăm khối lượng của XS là dựa trên tổng khối

lượng của polyme.

Phản ứng trùng hợp có thể tạo polyme đồng nhất hoặc chất đồng trùng hợp của propylen. Theo một phương án, phản ứng trùng hợp tạo polyme đồng nhất của propylen.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo, trong lò phản ứng thứ nhất, polyme nền propylen hoạt hóa có một hoặc nhiều tính chất sau: (i) MFR lớn hơn 100 g/10 phút, hoặc từ 100 g/10 phút đến 200 g/10 phút, như được đo theo tiêu chuẩn ASTM D 1238, 2,16 kg, 230°C; (ii) hàm lượng xylen hòa tan ít hơn 3% khối lượng, hoặc nằm trong khoảng từ khoảng 0,1% từ đến dưới 2,0% khối lượng; và/hoặc (iii) T_{MF} lớn hơn khoảng 165°C, hoặc cao hơn khoảng 170°C. Theo một phương án khác, polyme nền propylen có một hay nhiều tính chất (i)-(iii) là polyme đồng nhất của propylen.

Quy trình trùng hợp thứ hai

Theo một phương án của sáng chế, polyme nền propylen hoạt hóa từ lò phản ứng trùng hợp thứ nhất được đưa vào lò phản ứng trùng hợp thứ hai và tiếp xúc, trong các điều kiện trùng hợp thứ hai, với ít nhất một comonome thứ hai trong lò phản ứng thứ hai để tạo thành chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập. Ít nhất một comonome thứ hai có thể là olefin. Trong bản mô tả này, "polyme nền propylen hoạt hóa" là polyme nền propylen chứa lượng xúc tác hoạt hóa có khả năng trùng hợp thêm nữa khi tiếp xúc với olefin trong các điều kiện trùng hợp. Lò phản ứng trùng hợp thứ hai có thể là lò phản ứng trùng hợp pha khí thứ hai.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước cho tiếp xúc polyme nền propylen hoạt hóa với propylen và etylen trong lò phản ứng trùng hợp thứ hai trong các điều kiện trùng hợp, và bước tạo pha gián đoạn của chất đồng trùng hợp propylen/etylen và bước tạo thêm chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có lưu lượng nóng chảy nằm trong khoảng từ 40 g/10 phút, hoặc 60 g/10 phút, hoặc 80 g/10 phút đến 100 g/10 phút, như được đo theo tiêu chuẩn ASTM D1238, 2,16 kg, 230°C.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng từ 5%, hoặc 10%, hoặc 20%, hoặc 25%, hoặc 30% khối lượng, đến 35%, hoặc 40%, hoặc 45% khối lượng, đến 50%, hoặc 55% khối lượng. Trong bản mô tả này, "tỷ lệ chất đồng trùng hợp" (" F_c ") là phần trăm khối lượng của pha gián đoạn có mặt trong chất đồng trùng hợp dị pha. Giá trị F_c là dựa

trên tổng khối lượng của chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có giá trị Fc nằm trong khoảng từ lớn hơn 30% khối lượng, hoặc 35% đến 40%, hoặc 45%, hoặc 50%, hoặc 55% khối lượng.

Theo một phương án, quy trình gồm bước tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có giá trị Ec nằm trong khoảng từ 10%, hoặc 20%, hoặc 30%, hoặc 40%, hoặc 50% khối lượng đến 60%, hoặc 70%, hoặc 80%, hoặc 90% khối lượng. Trong bản mô tả này, "hàm lượng etylen" ("Ec") là phần trăm khối lượng của etylen có mặt trong pha gián đoạn của chất đồng trùng hợp chịu va đập của propylen. Giá trị Ec là dựa trên tổng khối lượng của pha gián đoạn (hoặc đàn hồi).

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có (i) giá trị Fc nằm trong khoảng từ 5%, hoặc 10%, hoặc 20%, hoặc 25%, hoặc 30%, đến 35% khối lượng, hoặc 40%, hoặc 45%, hoặc 50%, hoặc 55% khối lượng và (ii) giá trị Ec nằm trong khoảng từ 10%, hoặc 20%, hoặc 30%, hoặc 40%, 50% khối lượng đến 60%, hoặc 70%, hoặc 80%, hoặc 90% khối lượng.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp chịu va đập của propylen (i) có giá trị Fc lớn hơn 30%, hoặc 35% khối lượng đến 40%, hoặc 45%, hoặc 50%, hoặc 55% khối lượng, chất đồng trùng hợp chịu va đập của propylen cũng có (ii) khả năng chảy của lỗ hở nhỏ nhất của phễu đựng để chảy tự do tại thời điểm lưu trữ bằng không là 0,5 fut (ft), hoặc 1,0 ft đến 1,5 ft, hoặc 2,0 ft, hoặc 2,5 ft, hoặc 3,0 ft; hoặc (iii) khả năng chảy của lỗ hở nhỏ nhất của phễu đựng để chảy tự do tại thời điểm lưu trữ 5 phút nằm trong khoảng từ 1 ft, hoặc 2 ft, hoặc 3 ft, hoặc 4 ft, hoặc 5 ft đến 6 ft, hoặc 7 ft, hoặc 8 ft, hoặc 9 ft, hoặc 10 ft; (iv) và đồng thời có mật độ khối sa lắng lớn hơn 17 lbs/ft³, hoặc 18 lbs/ft³, hoặc 19 lbs/ft³, hoặc 20 lbs/ft³ đến 21 lbs/ft³, hoặc 22 lbs/ft³, hoặc 23 lbs/ft³; và (v) kết hợp bất kỳ của (i), (ii), (iii), và (iv).

Không bị hạn chế bởi học thuyết cụ thể nào, người ta cho rằng tiền chất MagTi với cỡ hạt ấn định D50 (19-30 micron) có thể tạo ra chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có hình thái được cải thiện. Hình thái được cải thiện là hình thái được tăng độ xốp so với các chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp được điều chế bằng tiền chất MagTi có D50 thấp hơn 18 micron. Tiền xúc tác trùng hợp với độ xốp cải thiện có thể nâng cao khả

năng chảy của chất đồng trùng hợp chịu va đập của propylen. Hơn nữa, độ xốp cải thiện không ảnh hưởng tiêu cực lên mật độ khối sa lắng của chất đồng trùng hợp chịu va đập của propylen được tạo ra.

Bất kỳ quy trình nào ở phần trên đều có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được công bố trong bản mô tả này.

Chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được công bố trong bản mô tả này.

Các định nghĩa

Tất cả các viện dẫn đến Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học trong bản mô tả này là viện dẫn đến Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học do CRC Press, Inc. xuất bản năm 2003 và giữ quyền tác giả. Đồng thời, viện dẫn bất kỳ đến Nhóm hoặc các Nhóm sẽ là đến Nhóm hoặc các Nhóm phản ánh trong Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, sử dụng hệ thống IUPAC để đánh số các nhóm. Trừ khi được quy định khác, hàm ý từ ngữ cảnh, hoặc theo thông lệ trong ngành, thì tất cả các thành phần và phần trăm đều được tính theo khối lượng. Vì các mục đích thực hành bằng sáng chế Hoa Kỳ, các nội dung của bằng sáng chế, đơn xin cấp bằng sáng chế hoặc bản công bố sáng chế bất kỳ được viện dẫn trong bản mô tả này đều được hợp thành vào bản mô tả này một cách đầy đủ bằng viện dẫn (hoặc phiên bản Hoa kỳ tương đương cũng được hợp thành vào tài liệu này bằng viện dẫn), đặc biệt trong trường hợp công bố các kỹ thuật tổng hợp, các định nghĩa (trong trường hợp không trái ngược với các định nghĩa cụ thể bất kỳ nêu ra trong tài liệu công bố này), và các kiến thức tổng quát trong ngành.

Các chữ số và khoảng giá trị số trong bản mô tả này đều là giá trị xấp xỉ, và do đó có thể bao gồm các giá trị bên ngoài khoảng số trừ khi được quy định khác. Các khoảng giá trị số (ví dụ, như "X đến Y" hoặc "X hoặc lớn hơn" hoặc "Y hoặc nhỏ hơn") bao gồm tất cả các giá trị từ và bao gồm giá trị giới hạn dưới và giá trị giới hạn trên, theo lượng gia tăng là một đơn vị, miễn là có sự cách nhau ít nhất hai đơn vị giữa giá trị thấp hơn và giá trị cao hơn bất kỳ. Ví dụ, nếu đặc tính cấu thành, đặc tính vật lý hoặc đặc tính khác, như nhiệt độ, nằm trong khoảng từ 100 đến 1000, thì tất cả các giá trị đơn lẻ như 100, 101, 102, v.v., và các tập con, như 100 đến 144, 155 đến 170, 197 đến 200, v.v., đều được liệt kê cụ thể. Đối với các khoảng giá trị số chứa các giá trị nhỏ hơn một hoặc chứa các phân số lớn hơn một (ví dụ, 1,1, 1,5, v.v.), một đơn vị được xác định là 0,0001, 0,001, 0,01

hoặc 0,1, là phù hợp. Đối với các khoảng giá trị số chứa các số nhỏ hơn 10 (ví dụ 1 đến 5), một đơn vị thông thường được xác định là 0,1. Đối với các khoảng giá trị số chứa các giá trị rõ ràng (ví dụ, 1 hoặc 2, hoặc 3 đến 5, hoặc 6, hoặc 7), sẽ bao gồm bất kỳ tập con nào giữa hai giá trị rõ ràng bất kỳ (ví dụ, 1 đến 2; 2 đến 6; 5 đến 7; 3 đến 7; 5 đến 6; v.v.).

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "alkyl" chỉ gốc hydrocarbon không vòng mạch thẳng hoặc nhánh, no hoặc chưa no. Các ví dụ không giới hạn về các gốc alkyl phù hợp bao gồm, ví dụ, metyl, etyl, n-propyl, i-propyl, n-butyl, t-butyl, i-butyl (hoặc 2-methylpropyl), v.v.. Các alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "aryl", chỉ nhóm thế thơm có thể là một vòng thơm hoặc nhiều vòng thơm được ngưng tụ cùng nhau, liên kết cộng hóa trị, hoặc liên kết với một nhóm chung như gốc etylen hoặc metylen. (Các) vòng thơm có thể bao gồm phenyl, naphtyl, antraceny, và biphenyl, và các loại khác. Các aryl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ "mật độ khối" (hoặc "BD") như được sử dụng trong bản mô tả này, là mật độ của polyme được sản xuất. Mật độ khối được xác định bằng cách rót nhựa polyme qua phễu bột chuẩn vào ống đong chuẩn không gỉ và xác định khối lượng của nhựa cho thể tích được cho của ống đong được nạp đầy theo tiêu chuẩn ASTM D 1895B hoặc tương đương.

Thuật ngữ "chế phẩm" như sử dụng trong bản mô tả này, bao gồm hỗn hợp các chất bao gồm chế phẩm, cũng như các sản phẩm phản ứng và các sản phẩm phân giải được tạo từ các chất tạo nên chế phẩm.

Thuật ngữ "bao gồm" và các từ phát sinh của từ này, chỉ sự không loại trừ sự có mặt của thành phần, bước hoặc quy trình bổ sung bất kỳ, cho dù chúng có được công bố trong bản mô tả này hay không. Nhằm tránh sự không rõ ràng, tất cả các thành phần được yêu cầu bảo hộ trong bản mô tả này qua việc sử dụng thuật ngữ "bao gồm" có thể bao gồm các chất phụ gia, chất bổ trợ hoặc hợp chất bổ sung bất kỳ, cho dù chúng thuộc hay không thuộc polyme, trừ khi có quy định khác. Ngược lại, thuật ngữ "bao gồm chủ yếu" loại trừ ra khỏi phạm vi của thành phần bất kỳ được công bố tiếp theo các thành phần, bước hoặc quy trình khác bất kỳ, trừ ra các thành phần không cần thiết cho sự vận hành. Thuật ngữ "gồm có" loại trừ các thành phần, bước hoặc quy trình bất kỳ mà không được mô tả hoặc liệt kê cụ thể. Thuật ngữ "hoặc", trừ khi được quy định khác, chỉ từng thành phần được liệt kê riêng

cũng như trong các kết hợp bất kỳ của chúng.

Thuật ngữ "polyme nền etylen", như được sử dụng trong bản mô tả này, chỉ polyme bao gồm monome etylen được trùng hợp với phần trăm khối lượng chiếm phần lớn (dựa trên tổng khối lượng các monome có thể được trùng hợp), và tùy chọn có thể bao gồm ít nhất một comonome được trùng hợp.

Thuật ngữ "chất đồng trùng hợp" ("interpolyme"), như được sử dụng trong bản mô tả này, chỉ polyme được điều chế bằng cách trùng hợp ít nhất hai loại monome khác nhau. Thuật ngữ chung chất đồng trùng hợp do đó bao gồm các chất đồng trùng hợp (copolyme), thường được sử dụng để chỉ các polyme được điều chế từ hai loại monome khác nhau, và chỉ các polyme được điều chế từ nhiều hơn hai loại monome khác nhau.

Thuật ngữ "polyme nền olefin" là polyme chứa, dưới dạng được trùng hợp, phần trăm khối lượng lớn là olefin, ví dụ etylen hoặc propylen, trên tổng khối lượng của polyme. Các ví dụ không giới hạn về polyme nền olefin bao gồm polyme nền etylen và polyme nền propylen.

Thuật ngữ "polyme" chỉ hợp chất đại phân tử được điều chế bằng cách trùng hợp các monome cùng loại hoặc khác loại. "Polyme" bao gồm các polyme đồng nhất, copolyme, terpolyme, chất đồng trùng hợp (interpolyme), v.v.. Thuật ngữ "chất đồng trùng hợp" ("interpolyme") chỉ polyme được điều chế bằng cách trùng hợp ít nhất hai loại monome hoặc comonome. Chất này bao gồm, nhưng không giới hạn, copolyme (thường chỉ các polyme được điều chế từ hai loại monome hoặc comonome khác nhau), terpolyme (thường chỉ các polyme được điều chế từ ba loại monome hoặc comonome khác nhau), tetrapolyme (thường chỉ các polyme được điều chế từ bốn loại monome hoặc comonome khác nhau), v.v..

"Nhóm alkyl chính" có cấu trúc $-\text{CH}_2\text{R}_1$ trong đó R_1 là hydro hoặc nhóm hydrocarbyl được thế/không được thế.

Thuật ngữ "polyme nền propylen", như được sử dụng trong bản mô tả này, chỉ polyme bao gồm polyme đồng nhất của propylen hoặc monome propylen được trùng hợp có phần trăm khối lượng chiếm phần lớn (dựa trên tổng lượng các monome có thể được trùng hợp), và tùy chọn có thể bao gồm ít nhất một comonome được trùng hợp.

"Nhóm alkyl bậc hai" có cấu trúc $-\text{CHR}_1\text{R}_2$ trong đó mỗi R_1 và R_2 là nhóm

hydrocarbyl được thế/không được thế.

Thuật ngữ “alkyl được thế,” như được sử dụng trong bản mô tả này, chỉ alkyl như vừa được mô tả trên đây, trong đó một hoặc nhiều nguyên tử hydro liên kết với bất kỳ nguyên tử cacbon nào của alkyl được thay thế bằng nhóm khác như nhóm halogen, aryl, aryl được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, xycloalkyl dị vòng, xycloalkyl dị vòng được thế, halogen, haloalkyl, hydroxy, amino, phosphido, alkoxy, amino, thio, nitro, và các kết hợp của chúng. Các alkyl được thế phù hợp bao gồm, ví dụ, benzyl, triflometyl, và v.v..

“Nhóm alkyl bậc ba” có cấu trúc $-CR_1R_2R_3$ trong đó mỗi R_1 , R_2 , và R_3 là nhóm hydrocarbyl được thế/không được thế.

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn theo các Ví dụ. Tuy nhiên, phạm vi của sáng chế không bị giới hạn bởi các Ví dụ này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương pháp thử nghiệm

Lưu lượng nóng chảy (MFR) được đo theo phương pháp thử nghiệm ASTM D 1238 ở 230°C với khối lượng 2,16 kg đối với polyme nền propylen.

Phần xylen hòa tan được tính theo phương pháp điều chỉnh từ ASTM D5492-06. Quy trình bao gồm việc cân 2 g mẫu rồi hòa tan vào 200 ml o-xylen trong bình miệng nhỏ dung tích 400 ml có đầu nổi kích thước 24/40. Bình miệng nhỏ được nối với một thiết bị ngưng được làm mát bằng nước, phần dung dịch được khuấy và đun cho tới khi hồi lưu dưới N_2 , sau đó được duy trì ở mức hồi lưu thêm 30 phút. Kế tiếp, dung dịch được làm mát trong bể nước có kiểm soát nhiệt ở 25°C trong ít nhất 45 phút nhằm làm cho phần xylen không hòa tan kết tinh. Khi dung dịch nguội và phần không hòa tan kết tủa từ dung dịch, tách phần xylen hòa tan (XS) khỏi phần xylen không hòa tan (XI) bằng giấy lọc 25 micron. 100 ml dung dịch lọc được cho vào khay nhôm đã cân sẵn và o-xylen bốc hơi từ 100 ml dung dịch lọc này bên dưới dòng nitơ. Khi dung dịch bốc hơi, khay và hàm lượng còn lại được đặt vào lò hút chân không 100°C trong 30 phút hoặc đến khi khô. Sau đó khay được để nguội đến nhiệt độ phòng và được cân. Phần xylen hòa tan được tính toán như sau: $XS (\% \text{ theo khối lượng}) = [(m_3 - m_2) * 2 / m_1] * 100$, trong

đó m_1 là khối lượng ban đầu của mẫu được sử dụng, m_2 là khối lượng của khay nhôm rỗng, và m_3 là khối lượng của khay nhôm và cặn.

Chỉ số thử nghiệm bằng cốc đo (Cup Test Index) được xác định bằng phương pháp được phát triển tại chỗ để đo khả năng chảy của bột của bột chất đồng trùng hợp chịu va đập polypropylen có hàm lượng cao su cao. Phương pháp này đặc biệt hữu ích khi nhựa có xu hướng có tính kết dính và các phương pháp góc nghỉ khó áp dụng. Quy trình của phương pháp bao gồm đổ bột nhựa vào cốc polystyren (thường dùng đựng cà phê). Sau đó lật ngược cốc đặt trên một mặt phẳng trong 10 phút. Sau đó lấy cốc ra và hệ thống kiểm tra sẽ quan sát hình dạng bột và thời gian cho đến khi bột biến dạng và đổ vụn xuống từ hình dạng cốc ban đầu. Kết quả thử nghiệm bằng cốc này cũng tương quan với các vấn đề vận hành của thiết bị trùng hợp pha khí thương mại thông thường thực hiện quy trình polypropylen UNIPOL®, đang sẵn sàng để được đăng ký cấp quyền bởi W.R. Grace & Co. –Conn và/hoặc các công ty liên kết. Bảng 2 liệt kê chỉ số thử nghiệm bằng cốc và các vấn đề vận hành điển hình.

Bảng 2

Chỉ số thử nghiệm bằng cốc	Thời gian giữ được hình dạng cốc của bột (thử nghiệm 10 phút)	Hậu quả vận hành điển hình đối với hệ thống xử lý bột
0	Ngay lập tức mất hình dạng	Không có vấn đề
1	Mất hình dạng trong 1 giây	Không có vấn đề
2	Mất hình dạng trong 15 giây	Không có vấn đề
3	Mất hình dạng trong 1 phút	Không có vấn đề
4	Không xác định - cần khuấy một chút để mất hình dạng	Quan sát thấy có tính dính. Một số tích tụ trong thiết bị cấp liệu xoay
5	Không xác định - cần khuấy khá nhiều để mất hình dạng	Tăng lượng tích tụ trong thiết bị cấp liệu xoay Giảm năng suất
6	Không xác định - cần khuấy mạnh để mất hình dạng	Lượng tích tụ đáng kể Có khả năng ngừng sản xuất
7	Không bao giờ	Không thể chảy được

Tất cả các ví dụ đều liên quan đến các hệ xúc tác được làm từ (1) chất xúc tác Ziegler-Natta được mang, (2) chất đồng xúc tác, và (3) chất cho điện tử bên ngoài. Các ví dụ sử dụng các tiền xúc tác trùng hợp, chất xúc tác, chất đồng xúc tác, và chất cho electron bên ngoài sau đây,

- Tiền xúc tác trùng hợp là chất xúc tác Ziegler-Natta được mô tả chi tiết trong Ví dụ 4 của Bảng sáng chế Mỹ số 8,288,585 và Bảng sáng chế Mỹ số 8,536,372. Hai dạng chất xúc tác này được sản xuất với cỡ hạt trung bình bằng 12 micron (Chất xúc tác A) và 27 micron (Chất xúc tác B).
- Chất đồng xúc tác là TEAL (nhôm trietyl).
- Chất cho điện tử bên ngoài là hệ hỗn hợp chất cho điện tử bên ngoài (MEED) gồm chất điều khiển tính chọn lọc (SCA) và chất hạn chế hoạt tính (ALA). Trong tất cả các ví dụ dưới đây, MEED có 20% DCPDMS (dicyclopentyl dimetoxysilan) là SCA và 80% IPM (iso-propylmyristat) là ALA.

Chất đồng trùng hợp chịu va đập của polypropylen (ICOP) được sản xuất trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau đây. Tất cả các phản ứng trùng hợp liệt kê trong các ví dụ và ví dụ so sánh được thực hiện trong hệ thống hai lò phản ứng polypropylen tầng sôi pha khí UNIPOL® đã sẵn sàng được đăng ký cấp quyền bởi W.R. Grace & Co. –Conn và/hoặc các công ty liên kết như được mô tả trong Bảng sáng chế Mỹ số 4,882,380, nội dung của Bảng sáng chế được kết hợp đầy đủ trong bản mô tả này bằng viện dẫn. Nền polyme đồng nhất được sản xuất trong lò phản ứng thứ nhất và chất đồng trùng hợp chịu va đập etylen-propylen được sản xuất trong lò phản ứng thứ hai. Sản phẩm chất đồng trùng hợp chịu va đập (ICOP) được cho ra từ lò phản ứng thứ hai.

Các điều kiện vận hành và thông tin sản phẩm chi tiết của tất cả các ví dụ và ví dụ so sánh được trình bày trong BẢNG 3.

Bảng 3

	Ví dụ		So sánh 1	2	3
	Loại chất xúc tác		Chất xúc tác A	Chất xúc tác B	Chất xúc tác B
	Cỡ hạt trung bình của tiền xúc tác	(micron)	12	27	27

	trùng hợp				
Các tính chất bột của Lò phản ứng 1					
	Lưu lượng nóng chảy	(dg/phút)	4,8	16,7	5,0
	XS - Ướt	(% khối lượng)	1,52	1,62	1,40
	Et	(% khối lượng)	0	0	0
Các tính chất bột của Lò phản ứng 2					
	Lưu lượng nóng chảy	(dg/phút)	1,77	4,42	1,84
	Fc	(% khối lượng)	33,7	30,3	33,0
	Ec	(% khối lượng)	40,7	39,2	39,5
Các điều kiện của Lò phản ứng 1					
	Nhiệt độ lò phản ứng	(° C)	70	69	68
	Thời gian lưu lại trong lò	(giờ)	1,0	1,1	1,1
	Áp suất riêng phần C3	(kg/cm ²)	28,2	28,1	27,3
	Áp suất riêng phần C3	(kg/cm ²)	0,0	0,0	0,0
	Tỷ số mol H ₂ /C ₃		0,02235	0,04274	0,02751
	Loại Alkyl		TEAl	TEAl	TEAl
	Chất cho bên ngoài		DCPDMS/IP M	DCPDMS/IP M	DCPDMS/IP M
	Tỷ số cấp mol TEAl/MEED		3,3	2,2	2,2
	Năng suất chất xúc tác	(tấn PP/kg chất xúc)	57,0 (62,8)	54,2 (59,7)	52,8 (58,2)

		tác)			
Các điều kiện của Lò phản ứng 2					
	Nhiệt độ lò phản ứng	(° C)	70	70	70
	Thời gian lưu lại trong lò	(giờ)	1,4	1,4	1,5
	Áp suất riêng phần C3	(kg/cm ²)	9,5	10,0	9,5
	Áp suất riêng phần C3	(kg/cm ²)	3,9	4,3	4,3
	Tỷ số mol C3/C2		2,5	2,3	2,2
	Tỷ số mol H2/C3		0,0352	0,0371	0,0533
	Tổng năng suất chất xúc tác	(tấn PP/kg chất xúc tác)	80,6 (88,9)	76,5 (84,3)	75,9 (83,7)
	Chỉ số thử nghiệm bằng cốc		5	2	3
	Nhận xét vận hành		Các phân đoạn được tạo trong lò phản ứng 2. Tích tụ trong thiết bị cấp liệu xoay	Không có vấn đề	Không có vấn đề

*® biểu thị nhãn hiệu đã đăng ký bảo hộ của W.R. Grace & Co. –Conn

Trong Ví dụ so sánh 1, dạng nhỏ hơn có cỡ hạt 12 micron của tiền xúc tác trùng hợp được dùng để sản xuất bột ICOP có hàm lượng cao su Fc bằng 33,7% khối lượng. Áp suất riêng phần của propylen và etylen và các điều kiện khác được cho trong Bảng 2. Lò phản ứng vận hành nói chung là suôn sẻ nhưng trong Ví dụ so sánh 1 với hàm lượng cao su bằng 33,7% khối lượng, thì thử nghiệm bằng cốc cho giá trị bằng 5 biểu thị độ dính của bột. Ngoài ra, phát hiện thấy các phân đoạn và kết tụ được tạo ra trong ví dụ này.

Trong Ví dụ 2 và 3, dạng lớn hơn có cỡ hạt 27 micron của tiền xúc tác trùng hợp được dùng để sản xuất bột ICOP có hàm lượng cao su Fc lần lượt bằng 30,3 và 33,0. Áp suất riêng phần của propylen và etylen và các điều kiện khác được cho trong Bảng 2. Lò phản ứng vận hành suôn sẻ, các giá trị của thử nghiệm bằng cốc thấp hơn so với các giá trị khi sản xuất với chất xúc tác 12 micron. Thậm chí Ví dụ 3 có hàm lượng cao su tương tự với Ví dụ so sánh 1, giá trị của thử nghiệm bằng cốc chỉ là 3 và không gặp phải vấn đề vận hành hay bất kỳ dấu hiệu nào cho thấy tính kết dính của nhựa.

Sáng chế không có ý giới hạn trong các phương án và ví dụ minh họa được nêu trong bản mô tả này, vì thế sáng chế còn bao gồm các phương án cải biến và thay thế bao gồm các phần của các phương án, sự kết hợp giữa các yếu tố của các phương án khác nhau, miễn là trong phạm vi các yêu cầu bảo hộ sau đây của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình trùng hợp để sản xuất chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập, quy trình này bao gồm các bước:

bước halogen hóa, với sự có mặt của dieste thơm 1,2-, 1,3- hoặc 1,4-phenylen được thể, các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron để tạo các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp có cỡ hạt D50 nằm trong khoảng từ 19 micron đến 30 micron;

bước tiếp xúc thứ nhất, trong các điều kiện trùng hợp thứ nhất, giữa monome propylen và tùy chọn một hoặc nhiều comonome thứ nhất với chế phẩm xúc tác gồm các hạt của chế phẩm tiền xúc tác trùng hợp trong lò phản ứng trùng hợp thứ nhất để tạo polyme nền propylen hoạt hóa có lưu lượng nóng chảy lớn hơn 100g/10 phút được đo theo tiêu chuẩn ASTM D 1238, 2,16 kg, 230°C; và

bước tiếp xúc thứ hai, trong các điều kiện trùng hợp thứ hai, giữa polyme nền propylen hoạt hóa với ít nhất một comonome thứ hai trong lò phản ứng trùng hợp thứ hai để tạo chất đồng trùng hợp propylen chịu va đập.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một comonome thứ hai là monome olefin.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước halogen hóa các hạt của tiền chất tiền xúc tác trùng hợp MagTi với sự có mặt của 3-metyl-5-t-butyl-1,2-phenylen đibenzoat.

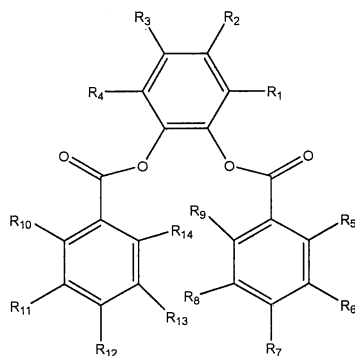
4. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp chịu va đập propylen có Fc nằm trong khoảng từ 10% đến 55% khối lượng.

5. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp chịu va đập propylen có Fc nằm trong khoảng từ 25% đến 55% khối lượng.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước tạo chất đồng trùng hợp chịu va đập propylen có Fc nằm trong khoảng từ 30% đến 55% khối lượng.

7. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này còn bao gồm bước tạo các hạt của chất đồng trùng hợp chịu va đập propylen có mật độ khối sa lắng lớn hơn 17 lbs/ft³ (272,3 kg/m³).

8. Quy trình theo điểm 1, trong đó dieste thơm 1,2-phenylen được thể có cấu trúc (I) như sau:



trong đó R₁-R₁₄ giống hoặc khác nhau, mỗi R₁-R₁₄ có thể được chọn độc lập từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và sự kết hợp của chúng, với điều kiện ít nhất một trong số R₁-R₁₄ không phải là hydro.