



(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)



1-0030488

(51)⁷ C08L 23/14; C08K 5/00; B29C 45/00; (13) B
B65D 1/26

(21) 1-2015-01273

(22) 02/08/2013

(86) PCT/EP2013/002311 02/08/2013

(87) WO 2014/056559 17/04/2014

(30) 12007059.4 11/10/2012 EP

(45) 25/12/2021 405

(43) 25/09/2015 330A

(73) 1. ABU DHABI POLYMERS CO. LTD (BOROUGE) L.L.C (AE)

Sheikh Khalifa Energy Complex, Corniche Road, P.O. Box 6925, Abu Dhabi (AE)

2. BOREALIS AG (AT)

IZD Tower, Wagramerstraße 17-19, A-1220 Vienna (AT)

(72) JOHNSEN, Geir, Kristian (AE); LAMPELA, Janne (FI); ONG, James (SG).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) BAO BÌ ĐƯỢC ĐÚC PHUN DÙNG LÀM BAO GÓI THỰC PHẨM BAO GỒM
CHẾ PHẨM POLYPROPYLEN

(57) Sáng chế đề cập đến bao bì được đúc dùng làm bao gói thực phẩm bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm - propylen homo- hoặc copolyme (A) có (i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và (ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, thì thành phần comonome không quá 5,0% trọng lượng; và chất tạo nhân (B), cũng như mô tả việc sử dụng chế phẩm polypropylen bao gồm - propylen homo- hoặc copolyme (A) có (i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và (ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, thì thành phần comonome không quá 5,0% trọng lượng; và chất tạo nhân (B); để sản xuất bao bì được đúc.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bao bì được làm từ chế phẩm polypropylen với hợp phần được cải tiến về khả năng gia công, cân bằng va chạm/độ cứng, các đặc tính về màu sắc và cảm quan có lợi. Bao bì thường là bao bì được đúc, cụ thể là bao bì được đúc phun.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phần đúc phun dùng làm bao bì, như ứng dụng làm bao gói (ví dụ bao gói thực phẩm và thuốc và cốc nhựa) đặt ra các yêu cầu cụ thể về vật liệu polyme được sử dụng để sản xuất các sản phẩm này. Một điều hết sức quan trọng trong ứng dụng sản xuất hàng loạt là khả năng gia công tốt. Hơn nữa, các sản phẩm để làm bao gói cần phải có cân bằng độ cứng/va chạm thích hợp để có độ chắc và độ toàn vẹn phù hợp cho sản phẩm cuối cùng. Cuối cùng, các nguyên liệu, cụ thể là cho bao gói thực phẩm và thuốc, còn cần có các đặc tính về cảm quan tốt. Trong một số ứng dụng các đặc tính quang học tốt cũng được mong muốn.

Tốc độ dòng nóng chảy cao (MFR) của polypropylen để cải thiện khả năng gia công có thể được cung cấp trong quá trình polyme hóa bằng cách kiểm soát độ dài mạch của polyme tạo thành bằng cách sử dụng chất gọi là tác nhân kết thúc chuỗi (cũng được biết ví dụ là tác nhân kiểm soát trọng lượng phân tử hoặc tác nhân MFR), như hydro, hoặc bằng cách xử lý polypropylen được sản xuất bằng peroxit để làm giảm độ dài mạch của polyme này (được gọi là giảm độ nhớt).

Sự gia tăng của MFR làm tăng độ cứng, nhưng đồng thời độ bền khi va chạm bị mất đi. Nếu polypropylen có MFR cao được sản xuất sử dụng bước xử lý bằng peroxit, thì có ít ảnh hưởng xấu đến các đặc tính va chạm hơn so với polypropylen mà MFR cao được tạo ra trong quá trình polyme hóa. Lý do được tin là sự phân bố trọng lượng phân tử hẹp (MWD) của polypropylen có MFR cao được xử lý bằng peroxit (giảm độ nhớt) so với MWD của polypropylen có MFR cao "được tạo ra trong bình phản ứng". Tuy nhiên, đã biết rõ rằng polypropylen giảm độ nhớt có ví dụ các đặc tính cảm quan

không mong muốn, như mùi và vị không mong muốn, và có thể tạo ra ảnh hưởng màu sắc không mong muốn (màu vàng) cho sản phẩm cuối cùng.

Vì vậy, cần có một chế phẩm, cụ thể là cho bao bì có vách mỏng, có cân bằng va chạm/độ cứng mong muốn với khả năng gia công tốt và đồng thời có các đặc tính về màu sắc và cảm quan tốt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề xuất bao bì được đúc dùng làm bao gói thực phẩm bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm

- propylen homo- hoặc copolyme (A) có

- (i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

- (ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, thì thành phần comonome không quá 5,0% trọng lượng; và

- chất tạo nhân (B).

Thật ngạc nhiên phát hiện ra rằng sự kết hợp các tính năng như định nghĩa ở trên của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế tạo ra cân bằng va chạm/độ cứng có lợi cao. Không ngờ, hợp phần được yêu cầu bảo hộ tạo ra đặc tính chịu va chạm tăng cho bao bì được đúc, trong khi ít nhất là duy trì được độ cứng ở mức có lợi ví dụ cho bao bì được đúc phun. Kết quả là, bao bì theo sáng chế có độ chắc tuyệt vời và, ngoài ra, rất ít hoặc không có các vấn đề về sự cong vênh.

Hơn nữa, hợp phần propylen homo- hoặc copolyme (A) và chất tạo nhân (B) này tạo ra các đặc tính cảm quan tốt và, ngoài ra, ví dụ các sản phẩm có vách mỏng trông sạch và trong suốt một cách có lợi với vẻ ngoài màu trắng, thậm chí không cần chất tạo nhân hoặc chất làm trong bổ sung. Ví dụ, nếu các bao bì được xếp chồng lên nhau, thì chồng hàng tạo thành có màu trắng mong muốn. Nếu muốn, độ sáng và độ cứng có thể được cải thiện thêm bằng cách sử dụng chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong bổ sung.

Đối với đặc tính khả năng gia công có lợi, độ linh động của chế phẩm polyme theo sáng chế là tuyệt vời. Hơn nữa, chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế

cho phép làm giảm tổng thời gian chu trình sản xuất bao bì. Thời gian chu trình được xác định ở đây là thời gian cần để đưa, được ưu tiên là bằng cách đúc phun, polypropylen nóng chảy vào khuôn đúc cũng như hóa rắn và lấy ra khỏi khuôn đúc sản phẩm được đúc, được ưu tiên là được đúc phun. Hơn nữa, các dấu hiệu được yêu cầu bảo hộ của chế phẩm polypropylen của bao bì cho phép làm giảm nhiệt độ xử lý trong quá trình đúc.

Cuối cùng, đặc tính cảm quan cũng tốt hơn so với đặc tính của các nguyên liệu polypropylen độ chảy cao được xử lý bằng peroxit thông thường. Hơn nữa, có thể tránh được bất kỳ sự suy giảm chất lượng nào.

Mô tả chi tiết sáng chế

"Chế phẩm propylen theo sáng chế", "chế phẩm propylen của bao bì theo sáng chế", và "bao bì theo sáng chế" được gọi ngắn gọn là "chế phẩm propylen", "chế phẩm propylen của bao bì", và "bao bì".

Được ưu tiên là, bao bì được đúc (sau đây được gọi là "bao bì"), là bao bì được đúc phun (IM).

Bao bì theo sáng chế được ưu tiên là có độ dày vách là 3,0mm hoặc nhỏ hơn. Được ưu tiên hơn là, độ dày vách của bao bì là 2,0mm hoặc nhỏ hơn, được ưu tiên hơn nữa là 1,0mm hoặc nhỏ hơn. Giới hạn dưới được ưu tiên là 0,2mm. Được ưu tiên là, độ dày vách của bao bì nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,0mm, được ưu tiên hơn là từ 0,4 đến 0,9mm, được ưu tiên hơn là từ 0,4 đến 0,75mm.

Trừ khi có chỉ dẫn khác, các đặc tính được ưu tiên được xác định dưới đây của bao bì theo sáng chế được đo bằng cách làm nóng chảy lại bao bì và khối nóng chảy này được sử dụng để đo đặc tính hoặc trước hết mẫu thử được tạo thành từ khối nóng chảy này và mẫu thử thu được được sử dụng để đo đặc tính, phụ thuộc vào yêu cầu của phép đo. Biểu hiện được sử dụng dưới đây cho các đặc tính của "chế phẩm polypropylen của bao bì (theo sáng chế)" có nghĩa là đặc tính được xác định được đo từ chế phẩm polypropylen này trước khi nó được đúc thành bao bì theo sáng chế.

Cân bằng có lợi giữa các đặc tính độ chịu va chạm và, tương ứng, độ cứng của bao bì theo sáng chế được thể hiện ở đây ví dụ như độ chịu va chạm Charpy được cắt khác, như trọng lượng khối rơi công cụ (IFW) và, tương ứng, mô đun kéo; khả năng gia

công tuyệt vời của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế được thể hiện ví dụ dưới dạng tốc độ dòng nóng chảy, dòng chảy xoắn ốc và tổng thời gian chu trình sản xuất bao bì; và các đặc tính quang học có lợi được thể hiện dưới dạng độ mờ. Các phương pháp xác định nêu trên bao gồm bước chuẩn bị mẫu như được xác định dưới đây trong "Các phương pháp đo".

Chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là có tốc độ dòng nóng chảy MFR_2 , được xác định theo phương pháp ISO 1 133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút, ít nhất là 35g/10 phút, được ưu tiên hơn là ít nhất 45g/10 phút và được ưu tiên nhất là ít nhất 50g/10 phút. Được ưu tiên là, MFR_2 nêu trên của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, không cao hơn 200g/10 phút, được ưu tiên hơn là không cao hơn 125g/10 phút và được ưu tiên nhất là không cao hơn 80g/10 phút.

Propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là copolyme của propylen, được ưu tiên là copolyme ngẫu nhiên của propylen, với một hoặc nhiều olefin comonome.

Thuật ngữ "ngẫu nhiên" chỉ ra rằng các comonome được phân bố ngẫu nhiên trong propylen copolyme. Thuật ngữ ngẫu nhiên được hiểu theo IUPAC (Glossary of basic terms in polyme science; IUPAC recommendations 1996).

Tổng thành phần olefin comonome của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là không nhiều hơn 5,0% trọng lượng, được ưu tiên là không nhiều hơn 4,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 3,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 2,5% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1,75% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1,5% trọng lượng và được ưu tiên nhất là không nhiều hơn 1,3% trọng lượng, và được ưu tiên hơn nữa là tổng thành phần olefin comonome nêu trên ít nhất là 0,1% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên là tính theo trọng lượng của bao bì.

Chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là có thành phần hòa tan xylen (XS), được xác định theo phương pháp ISO 16152:2005 không quá 5,5% trọng lượng, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 4,5% trọng lượng,

được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 3,0% trọng lượng, và còn được ưu tiên hơn nữa là từ 1,0 đến 2,5% trọng lượng.

Độ chịu va chạm Charpy được cắt khắc của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là ít nhất là 1,9 kJ/m², được ưu tiên là từ 1,9 đến 7,0 kJ/m², được ưu tiên hơn là từ 2,0 đến 6,0 kJ/m², và được ưu tiên hơn nữa là từ 2,0 đến 5,0 kJ/m², nếu được xác định theo phương pháp ISO 179-1:2000 trên mẫu được cắt khắc có kích thước 80x10x4mm, cắt từ mẫu thử ISO 527-2: 1996 loại 1A. Mẫu chịu va chạm được cắt khắc theo phương pháp ISO 179-1/1eA được sử dụng. Nhiệt độ thử nghiệm là 23±2°C, và tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007.

Năng lượng để đâm thủng của thử nghiệm Instrumental Falling Weight (IFW) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là lớn hơn 0,1J, được ưu tiên hơn là lớn hơn 0,14J, được ưu tiên hơn nữa là giữa 0,14 và 0,5J, được ưu tiên hơn nữa là giữa 0,14 và 0,3J, và được ưu tiên nhất là giữa 0,14 và 0,2J, nếu được xác định theo phương pháp ISO 6603-2:2000 trên độ dày 0,5mm, cắt từ đáy của hộp chữ nhật có thành mỏng có độ dày là 0,5mm (ở đây ví dụ hộp 145x95x50mm được sử dụng) như được mô tả dưới đây trong "Các phương pháp đo".

Mô đun kéo của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là ít nhất 1000 MPa, được ưu tiên hơn là ít nhất 1300 MPa, được ưu tiên hơn nữa là ít nhất 1400 MPa, được ưu tiên hơn nữa là từ 1500 đến 3000 MPa, và được ưu tiên nhất là từ 1600 đến 2500 MPa, nếu được xác định theo phương pháp ISO 527-1: 1996 và ISO 527-2: 1996 trên mẫu thử ISO 527-2:1996 mẫu được đúc loại 1 A, tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1 873-2:2007.

Trong sáng chế, dòng chảy xoắn ốc được xác định ở, ví dụ 600 bar (60 MPa), 1000 bar (100 MPa) và 1400 bar (140 MPa), dòng chảy xoắn ốc (600 bar) (60 MPa), dòng chảy xoắn ốc (1000 bar) (100 MPa) và dòng chảy xoắn ốc(1400 bar) (140 MPa), tương ứng, theo phương pháp như được mô tả cho tiết dưới đây trong "Các phương pháp đo".

Dòng chảy xoắn ốc (600 bar) (60 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là ít nhất là 20cm, được ưu tiên hơn là ít nhất 30cm và được ưu tiên nhất là ít nhất 33cm.

Được ưu tiên là, dòng chảy xoắn ốc (600 bar) (60 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, là dưới 50cm.

Dòng chảy xoắn ốc (600 bar) (60 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là ít nhất 40cm, được ưu tiên hơn là ít nhất 45cm và được ưu tiên nhất là ít nhất 50cm.

Được ưu tiên là, dòng chảy xoắn ốc (1000 bar) (100 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, là dưới 70cm.

Được ưu tiên là, dòng chảy xoắn ốc (1400 bar) (140 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, ít nhất là 50cm, được ưu tiên hơn là ít nhất 60cm và được ưu tiên nhất là ít nhất 65cm.

Được ưu tiên là, dòng chảy xoắn ốc (1400 bar) (140 MPa) của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, là dưới 90cm.

Độ mờ của chế phẩm polypropylen của bao bì, được ưu tiên là bao bì, được ưu tiên là dưới 40%, được ưu tiên hơn là dưới 30%, và được ưu tiên hơn nữa là dưới 20%. Giới hạn dưới của độ mờ là không quan trọng và thường lớn hơn 2%. Độ mờ được xác định theo phương pháp ASTM D 1003-07 trên mẫu thử ISO 294-3:2003 tấm nhỏ 60x60x0,5mm ISO loại D1.

Đối với quá trình sản xuất chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế, trong phương án sản xuất thứ nhất, chất tạo nhân (B) và propylen homo- hoặc copolyme (A) được kết hợp với nhau, tùy ý với một hoặc nhiều chất phụ gia khác, bằng cách trộn cơ học.

Tùy ý, và được ưu tiên là, chất tạo nhân (B) được trộn với propylen homo- hoặc copolyme (A) dưới dạng hạt nhựa màu (MB) bao gồm chất tạo nhân (B) nêu trên, chất mang polyme (B1) và, tùy ý, các chất phụ gia khác. Phương pháp trộn cơ học (cũng được gọi là "trộn") đã được biết rõ và kỹ thuật được sử dụng để trộn các thành phần của chế phẩm polyme. Phương pháp trộn cơ học có thể được thực hiện ví dụ trong máy trộn hoặc trong máy ép đùn, được ưu tiên là trong máy ép đùn, theo cách đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ về các thiết bị trộn hoặc nhào thông thường là ví dụ máy trộn Banbury, máy nghiền cao su 2 cuộn, máy trộn Buss-co hoặc máy ép đùn, được ưu tiên là máy ép đùn trục vít đôi.

Theo đó, trong phương án được ưu tiên theo sáng chế, bao bì theo sáng chế bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm:

- propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là propylen copolyme (A) có

(i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

(ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, thì thành phần comonome không quá 5,0% trọng lượng, và

- hạt nhựa màu (MB) bao gồm chất tạo nhân (B) và chất mang polyme (B1).

Theo cách khác, phương án sản xuất thứ hai, chất tạo nhân (B) được đưa vào propylen homo- hoặc copolyme (A) trong quá trình polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A).

Các phương án được ưu tiên của phương án sản xuất thứ nhất và thứ hai được mô tả thêm dưới đây.

Lượng propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là 90,0 đến 99,75% trọng lượng, được ưu tiên hơn là từ 95,0 đến 99,25% trọng lượng và được ưu tiên hơn nữa là từ 96,5 đến 98,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Được ưu tiên là, lượng chất tạo nhân (B) không nhiều hơn 3000ppm, được ưu tiên là từ 0,02 đến 2000ppm, được ưu tiên hơn là từ 0,025 đến 2000ppm, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Lượng hạt nhựa màu tùy ý, ví dụ chất mang polyme (B1) và chất tạo nhân (B) và các chất phụ gia tùy ý khác, được ưu tiên là ít nhất 0,25% trọng lượng, được ưu tiên

hơn là ít nhất 0,75% trọng lượng và được ưu tiên nhất là ít nhất 1,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Được ưu tiên hơn là, MB nêu trên được ưu tiên là có mặt với lượng không quá 10,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 5,0% trọng lượng và được ưu tiên nhất là không nhiều hơn 3,5% trọng lượng, với lượng được ưu tiên của MB là từ 1,5 đến 3,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Hơn nữa, chế phẩm propylen của bao bì theo sáng chế có thể chứa các chất phụ gia khác ngoài chất tạo nhân (B), bao gồm nhưng không giới hạn ở, các chất tạo nhân khác, chất làm trong, chất làm sáng, axit scavenger và chất chống oxy hóa, cũng như tác nhân trượt, chất độn vô cơ và chất ổn định dưới tia UV. Mỗi chất phụ gia có thể được sử dụng ví dụ với lượng thông thường, tổng lượng chất phụ gia có mặt trong chế phẩm propylen, được ưu tiên là trong bao bì, được ưu tiên là như được xác định dưới đây. Các ví dụ về axit scavenger là Ca-stearat; chất chống oxy hóa là chất chống oxy hóa phenolic và/hoặc chất chống oxy hóa phospho; chất ổn định dưới tia UV là chất ổn định ánh sáng amin bị chắn. Các ví dụ về các chất tạo nhân khác, chất làm trong và chất làm sáng được nêu dưới đây trong phần phương án khác (D) về bao bì theo sáng chế.

Các chất phụ gia này thường có bán trên thị trường và được mô tả, ví dụ, trong "Plastic Additives Handbook", 5th edition, 2001 của Hans Zweifel.

Tổng lượng các chất phụ gia tùy ý khác được ưu tiên là giữa 0,0001 và 2,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn là giữa 0,0001 và 1,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là giữa 0,0001 và 0,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế. Trong trường hợp chất phụ gia tùy ý bất kỳ được bổ sung trong hạt nhựa màu, thì vật liệu chất mang của chất phụ gia được tính theo tổng lượng các chất

phụ gia tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Trong phương án được ưu tiên, chế phẩm polypropylen được ưu tiên hơn là bao bì theo sáng chế, bao gồm, được ưu tiên là chứa, được ưu tiên là với lượng bất kỳ nêu trên, propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) dưới dạng hạt nhựa màu (MB) bao gồm, được ưu tiên là chứa, chất tạo nhân (B) nêu trên, chất mang polyme (B1) và các chất phụ gia tùy ý khác; cũng như các chất phụ gia tùy ý khác.

Bao bì theo sáng chế được ưu tiên là được sản xuất bằng cách đúc, được ưu tiên hơn là bằng cách đúc phun, sử dụng kỹ thuật đúc và đúc phun và các thiết bị đúc thông thường. Nói chung, các bao bì được đúc phun (IM) có thể được sản xuất như sau:

Quy trình đúc phun thông thường có thể được sử dụng (các ví dụ về máy IM là Netstal 120T hoặc Ferromatik Magna T200), trong đó nguyên liệu polyme này trước hết (a) được làm nóng chảy và sau đó (b) được đúc phun vào khuôn đúc để xác định hình dạng của sản phẩm được sản xuất (ví dụ các phần của hộp có vách mỏng). Trong khuôn đúc, nguyên liệu polyme này được (c) làm mát cho đến khi hóa rắn, sau đó (d) phần cuối cùng được lấy ra, và sau đó chu trình đúc phun tiếp theo bắt đầu. Tổng thời gian chu trình như được sử dụng ở đây để sản xuất bao bì có nghĩa là các bước từ (a) đến (d) nêu trên. Các thông số dưới đây có thể được sử dụng như là hướng dẫn được ưu tiên:

Nhiệt độ nóng chảy 210 - 260°C,

Áp suất giữ 200 - 500 bar (20 – 50 MPa) (tối thiểu để tránh các điểm chìm),

Nhiệt độ khuôn 10 - 30°C,

Tốc độ đúc phun ví dụ có thể là 200mm/s.

Sáng chế mô tả hơn nữa đến việc sử dụng chế phẩm polypropylen bao gồm

- propylen homo- hoặc copolyme (A) có

(i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

(ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, thì thành phần comonome không quá 5,0% trọng lượng; và

chất tạo nhân (B);

để sản xuất bao bì được đúc, cụ thể là bao bì như được xác định ở trên, ở dưới hoặc trong yêu cầu bảo hộ.

Bao bì theo sáng chế rất thích hợp được ứng dụng làm bao gói vách mỏng. Hơn nữa, bao bì theo sáng chế có vẻ ngoài thẩm mỹ, độ chắc và độ toàn vẹn thích hợp, được ưu tiên là có rất ít hoặc không có các vấn đề về sự cong vênh và có rất ít hoặc không có các vấn đề về vị/mùi. Vì vậy, bao bì theo sáng chế đặc biệt thích hợp để ứng dụng làm bao gói thực phẩm, bao gồm các bao bì có thể mở và đóng dùng làm bao gói thực phẩm và phục vụ thức ăn và đồ uống, bao gồm các cốc.

Các đặc tính được ưu tiên dưới đây, phạm vi đặc tính và các phương án về các thành phần của chế phẩm polypropylen này và phương pháp sản xuất chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế có thể được kết hợp trong hợp phần bất kỳ và là các đặc tính, phạm vi đặc tính và các phương án được ưu tiên của bao bì bao gồm các đặc tính, phạm vi đặc tính và các phương án được ưu tiên như được mô tả ở trên, dưới hoặc trong yêu cầu bảo hộ.

Các thành phần của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế

Sáng chế với các tính năng kết hợp được yêu cầu bảo hộ của chế phẩm propylen có cân bằng va chạm/độ cứng có lợi cao, cụ thể là độ chịu va chạm Charpy cao đến mức không ngờ, ngay cả nếu MFR cao được yêu cầu bảo hộ của propylen homo- hoặc copolyme (A) được cung cấp trong quá trình polyme hóa chúng.

Được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme (A) với MFR_2 ít nhất là 25g/10 phút, bao gồm khoảng được ưu tiên của chúng, của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế được cung cấp mà không xử lý propylen homo- hoặc copolyme (A) bằng peroxit sau khi polyme hóa chúng.

Bước xử lý này, như đã được biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này, có thể được sử dụng để làm gia tăng MFR_2 của propylen polyme.

Việc điều chỉnh MFR trong quá trình polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ví dụ một tác nhân kết thúc chuỗi (cũng được biết ví dụ là trọng lượng phân tử của Tác nhân kiểm soát MFR), như hydro, theo cách thông thường.

Được ưu tiên hơn là, chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế không được đưa vào bất kỳ bước xử lý bằng peroxit nào.

Tốc độ dòng nóng chảy MFR₂, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, của propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là ít nhất 35g/10 phút, được ưu tiên hơn là ít nhất 45g/10 phút và được ưu tiên nhất là ít nhất 50g/10 phút. Hơn nữa, được ưu tiên là, MFR₂ của propylen homo- hoặc copolyme (A) không cao hơn 200g/10 phút, được ưu tiên hơn là không cao hơn 125g/10 phút và được ưu tiên nhất là không cao hơn 80g/10 phút.

Propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là copolyme của propylen, được ưu tiên nhất là copolyme ngẫu nhiên của propylen, với một hoặc nhiều olefin comonome, trong đó tổng thành phần olefin comonome được ưu tiên là không nhiều hơn 4,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 3,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 2,5% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1,75% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1,5% trọng lượng và được ưu tiên nhất là không nhiều hơn 1,3% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng copolyme ngẫu nhiên của propylen, được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì. Hơn nữa, được ưu tiên là tổng thành phần olefin comonome nêu trên ít nhất là 0,1% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng copolyme ngẫu nhiên của propylen, được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì.

Các comonome của copolyme ngẫu nhiên của propylen được ưu tiên là được chọn từ C2 và C4 đến C20 alpha-olefin, được ưu tiên hơn là từ C2 và C4 đến C10 alpha-olefin và được ưu tiên nhất là từ C2 và C4 đến C6 alpha-olefin. Comonome được đặc biệt ưu tiên là etylen.

Propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là có thành phần hòa tan xylen (XS), được xác định theo phương pháp ISO 16152:2005, không quá 5,5% trọng lượng, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 4,5% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 3,0% trọng lượng, được ưu tiên hơn nữa là từ 1,0 đến 2,5% trọng lượng.

Đối với chất tạo nhân (B) của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế,

được ưu tiên là, chất tạo nhân (B) được chọn từ:

- chất tạo nhân polyme,
 - các muối của axit monocarboxylic và axit polycarboxylic, ví dụ natri benzoat;
 - các hợp chất sorbitol, ví dụ các diaxetal của sorbitol hoặc xylitol, ví dụ 1,3:2,4 Bis(3,4-dimethylbenzyliden) sorbitol (CAS- no. 135861 -56-2, ví dụ Millad 3988, nhà cung cấp Milliken);
 - các chất tạo nhân gốc nonitol, ví dụ 1,2,3-trideoxy-4,6:5,7-bis-0-((4-propylphenyl)metylen) nonitol (CAS-no. 882073-43-0, ví dụ Millad NX8000, nhà cung cấp Milliken);
 - các hợp chất gốc phospho, ví dụ mono-, bis- hoặc tetra- phenyl phosphat, ví dụ Natri 2,2'- metylen bis-(4,6- di-tert. butylphenyl) phosphat (CAS-no. 85209-91 -2, ví dụ NA-1 1, nhà cung cấp Adeka Corporation) hoặc Hydroxybis (2,4,8,10-tetra-tert.butyl-6-hydroxy-12H-dibenzo(d,g)(1,3,2) dioxaphosphocin 6- oxidato) nhôm (CAS-no. 151 841 -65-5, ví dụ ADK STAB NA- 21, nhà cung cấp Adeka Corporation), hoặc
 - bột talc,
- hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Trong phương án được ưu tiên về chất tạo nhân (B), chất tạo nhân (B) này là chất tạo nhân polyme, được ưu tiên là hợp chất vinyl polyme hóa, được ưu tiên hơn là chất tạo nhân polyme có thể thu được bằng cách polyme hóa vinylxycloalkan monome hoặc vinylalkan monome.

Chất tạo nhân polyme này được ưu tiên nhất là hợp chất vinyl polyme hóa theo công thức sau



trong đó R1 và R2 cùng nhau tạo thành vòng no, không no hoặc thơm có 5 hoặc 6 cạnh, tùy ý chứa các nhóm thế, hoặc độc lập là nhóm alkyl có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, trong đó trong trường hợp R1 và R2 tạo thành vòng thơm, thì nguyên tử hydro của gốc -CHR1 R2 không có mặt.

Được ưu tiên hơn nữa là, chất tạo nhân (B) được chọn từ: vinyl xycloalkan

polyme, được ưu tiên là vinyl xyclohexan (VCH) polyme, vinyl xyclopentan polyme và vinyl-2-metyl xyclohexan polyme. Chất tạo nhân (B) được ưu tiên là vinyl xyclohexan (VCH) polyme.

Như nêu trên, trong phương án được ưu tiên, chất tạo nhân (B) là chất tạo nhân polyme, được ưu tiên nhất là hợp chất vinyl polyme hóa theo công thức (I) như được xác định ở trên, được ưu tiên hơn nữa là vinyl xyclohexan (VCH) polyme.

Lượng chất tạo nhân (B) được ưu tiên là không nhiều hơn 500ppm, được ưu tiên hơn là từ 0,025 đến 200ppm, và được ưu tiên nhất là từ 0,1 đến 100ppm, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen homo- hoặc copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Nếu chất tạo nhân được kết hợp vào propylen homo- hoặc copolyme (A) dưới dạng hạt nhựa màu (MB), thì chất mang polyme (B1) được ưu tiên là có MFR₂ (ISO 1133, 2,16 kg, 230°C) ít nhất là 2,0g/10, được ưu tiên hơn là ít nhất 5,0g/10 phút, được ưu tiên hơn nữa là từ 5,0 đến 200g/10 phút, được ưu tiên hơn nữa là từ 5,0 đến 125g/10 phút, và được ưu tiên nhất là từ 5,0 đến 80g/10 phút.

Được ưu tiên là, nhiệt độ nóng chảy của tùy ý chất mang polyme (B1), được xác định bằng kỹ thuật phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) theo phương pháp ISO 11357-3, nằm trong khoảng từ 155°C đến 170°C, được ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 160°C đến 175°C,

Tùy ý chất mang polyme (B1) của hạt nhựa màu (MB) được ưu tiên là polypropylen, được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme, được ưu tiên hơn là propylen homopolyme.

Trong một phương án, phương án (C), về bao bì, sáng chế đề xuất bao bì được đúc dùng làm bao gói thực phẩm bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm

- propylen homo- hoặc copolyme (A) có

- (i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

(ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, được ưu tiên là copolyme, comonome, được ưu tiên là olefin comonome, thành phần không quá 5,0% trọng lượng, và

- chất tạo nhân (B); như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, và trong đó chất tạo nhân (B) chỉ là chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong có mặt trong chế phẩm polypropylen này.

Trong bản mô tả này thuật ngữ "chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong" hoặc "chất tạo nhân /chất làm trong" thể hiện rằng chất phụ gia này chỉ có chức năng làm chất tạo nhân, chỉ làm chất làm trong, hoặc cả hai. Hơn nữa, "chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong" này có nghĩa là sản phẩm đã biết có bán ngoài thị trường hoặc được dùng cho một hoặc cả hai mục đích nêu trên.

Phương án (C) này đề xuất cân bằng rất có lợi giữa độ cứng, độ chịu va chạm và các đặc tính quang học thích hợp cụ thể là, và được ưu tiên là, được ứng dụng làm bao gói vách mỏng. Các bao bì vách mỏng được sản xuất rất bền với sự cong vênh giảm hoặc không có, không có đặc tính cảm quan hoặc có ở mức thấp mong muốn và, cũng quan trọng là, có vẻ ngoài thẩm mỹ có lợi. Hơn nữa, phương án (C) này đề xuất giải pháp chi phí thấp có tính khả thi trong công nghiệp xét về chi phí nguyên liệu/chất phụ gia polyme và quá trình sản xuất.

Mặc dù độ sáng và độ trong suốt tốt cùng với độ chịu va chạm/độ cứng có lợi thu được nhờ chế phẩm propylen của bao bì như được xác định trong điểm 1 yêu cầu bảo hộ và trong phương án (C), tuy nhiên, có thể có các phương pháp đúc, được ưu tiên là đúc phun, với các yêu cầu cao về các đặc tính quang học.

Vì vậy, phương án khác (D) về bao bì theo sáng chế đề xuất bao bì được đúc, được ưu tiên là dùng làm bao gói thực phẩm, bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm

- propylen homo- hoặc copolyme (A) có

(i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

(ii) trong trường hợp thành phần (A) là copolyme, được ưu tiên là thành phần copolyme, comonome, được ưu tiên là olefin comonome, không quá 5,0% trọng lượng, và

- chất tạo nhân (B); như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, và

- chất phụ gia (C1) khác chất tạo nhân (B) và là chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong.

"Chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong" để làm chất phụ gia (C1) có cùng nghĩa như nêu trên trong phương án (C).

Chất phụ gia (C1) được ưu tiên được chọn từ các nhóm dưới đây:

1. Các muối của axit monocarboxylic và axit polycarboxylic, ví dụ natri benzoat;
2. Các hợp chất sorbitol, ví dụ các diaxetal của sorbitol hoặc xylitol;
3. Các chất tạo nhân gốc nonitol;
4. Các hợp chất gốc phospho, ví dụ mono-, bis- hoặc tetra-phenyl phosphat;
5. Các phenyl amin bị chắn, được ưu tiên là phenyl propionamit bị chắn;
6. Bột talc; hoặc
7. Hỗn hợp các chất phụ gia (C1) thuộc nhóm từ 1 đến 6.

Chất tạo nhân /chất làm trong được liệt kê là đã biết và có bán trên thị trường và được sử dụng để tạo nhân và/hoặc làm trong.

Được ưu tiên hơn là, chất phụ gia (C1) được chọn từ các nhóm dưới đây:

2. Các hợp chất sorbitol, được ưu tiên là các diaxetal của sorbitol hoặc xylitos, được ưu tiên hơn là từ Bis(3,4-dimethylbenzyliden) sorbitol (CAS-no. 135861 -56-2) hoặc 1,3:2,4-di-O-(p-clorobenzyliden)-D- sorbitol (CAS-no. 82203-23-4);

3. Các chất tạo nhân gốc nonitol, được ưu tiên là từ 1,2,3-trideoxy-4,6:5,7-bis-0-((4-propylphenyl)metylen) nonitol (CAS-no. 882073-43-0);

4. Các hợp chất gốc phospho, ví dụ mono-, bis- hoặc tetra-phenyl phosphat, ví dụ Natri 2,2'-metylen bis-(4,6-di-tert. butylphenyl) phosphat (CAS-no. 85209-91 -2), Hydroxybis (2,4,8,0-tetra-tert. butyl-6-hydroxy-12H-dibenzo(d,g)(1,3,2) dioxaphosphocin 6-oxidato) nhôm (CAS-no. 151841-65-5) hoặc các hợp chất gốc phosphat ADK STAB NA-71 được cung cấp bởi Adeka;

5. Các phenyl amin bị chặn, được ưu tiên là phenyl propionamit bị chặn, được ưu tiên hơn là N-[3,5-bis-(2,2-dimethyl-propionylamino)-phenyl]-2,2-dimethyl-propionamit (CAS-no. 745070-61-5);

8. Hỗn hợp các chất phụ gia (C1) thuộc nhóm từ 2. đến 5.

Các chất phụ gia (C1) được ưu tiên nhất thuộc các nhóm trên là 2. Các hợp chất sorbitol, được ưu tiên là các diaxetal của sorbitol hoặc xylitos, được ưu tiên hơn là từ Bis(3,4-dimethylbenzyliden) sorbitol (CAS-no. 135861-56-2) và 3. Các chất tạo nhân gốc nonitol, được ưu tiên là từ 1,2,3-trideoxy-4,6:5,7-bis-O-((4-propylphenyl)metylen) nonitol (CAS-no. 882073-43-0). Các chất phụ gia (C1) loại 2. và 3. này được mô tả ví dụ trong Patent châu Âu số EP 647 643 B, Patent châu Âu số EP 569 198 B và Patent châu Âu số EP 2 010 543 A.

Hợp chất sorbitol 2. được ưu tiên nhất ở trên với CAS-no. 135861-56-2 được cung cấp ví dụ bởi Milliken dưới tên thương mại là Millad 3988 và hợp chất nonitol 3. với CAS-no. 882073-43-0 được cung cấp ví dụ bởi Milliken dưới tên thương mại là Millad NX8000 series.

Thật ngạc nhiên là, ngoài các đặc tính quang học được cải thiện, hợp phần theo phương án khác (D) còn góp phần làm cân bằng độ cứng/va chạm theo sáng chế. Không ngờ, phương án khác (D) này có ít nhất là độ chịu va chạm Charpy được cắt khắc cao, trong khi các đặc tính quang học, như độ mờ (giá trị độ mờ tiếp tục giảm), được cải thiện hơn. Hơn nữa, những hiệu quả mong muốn hoàn toàn thu được với lượng chất phụ gia (C1) thấp hơn nhu cầu thông thường nếu chỉ sử dụng mình chất phụ gia (C1).

Trong phương án khác (D) về bao bì theo sáng chế được ưu tiên là chất tạo nhân (B) là chất tạo nhân polyme, được ưu tiên nhất là poly vinylxyclohexan như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, và chất phụ gia (C1) là như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ.

Nếu có mặt, lượng chất phụ gia (C1) được ưu tiên là không nhiều hơn 3000ppm, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 2500ppm và được ưu tiên nhất là từ 1 đến 2100ppm, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng), được ưu tiên là tính theo trọng lượng của bao bì.

Được ưu tiên hơn nữa là, lượng chất phụ gia (C1) không nhiều hơn 1500ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1000ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 800ppm, được ưu tiên hơn nữa là từ 1 đến 800ppm, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng), được ưu tiên là tính theo trọng lượng của bao bì.

Phương án khác (D) của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế với hợp phần chất tạo nhân (B) và chất phụ gia (C1) là có lợi trong trường hợp cần độ thẩm mỹ cao. Trong phương án (D) này, ví dụ chất làm sáng quang học, cũng có thể được bổ sung phụ thuộc vào ứng dụng cuối cùng. Chất làm sáng quang học là các chất phụ gia hấp thụ ánh sáng trong phổ UV và phát xạ trong vùng màu xanh của phổ khả kiến. TINOPAL® của Ciba là một ví dụ khả thi về chất làm sáng quang học. Lượng chất làm sáng quang học được ưu tiên là ít nhất 0,01ppm, được ưu tiên hơn là ít nhất 0,05ppm và được ưu tiên là nhỏ hơn 200ppm, được ưu tiên hơn là nhỏ hơn 100ppm tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng), được ưu tiên là tính theo trọng lượng của bao bì.

Trong phương án khác (D) của chế phẩm polypropylen của bao bì theo sáng chế, độ mờ, được xác định theo phương pháp ASTM D 1003-07 trên mẫu thử ISO 294-3:2003 tấm nhỏ kích thước 60x60x0,5mm ISO loại D1, được ưu tiên là 20% hoặc nhỏ hơn, được ưu tiên hơn là 10% hoặc nhỏ hơn, được ưu tiên hơn nữa là 6% hoặc nhỏ hơn, và được ưu tiên nhất là từ 2 đến 6%.

Lưu ý rằng phương án khác (D) chỉ là thay thế cho bao bì theo sáng chế trong đó chất phụ gia (C1) này không có trong chế phẩm polypropylen của bao bì.

Quy trình sản xuất chế phẩm propylen, propylen homo- hoặc copolyme (A), và tùy ý chất mang polyme (B1)

Trong phương án sản xuất thứ nhất chế phẩm propylen của bao bì theo sáng chế nêu trên, chất tạo nhân (B) có thể được kết hợp ở dạng nguyên với polypropylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là polypropylen copolyme như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ; hoặc, được ưu tiên là, dưới dạng hạt nhựa màu (MB) bao gồm chất tạo nhân (B) như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, được ưu tiên là vinyl xyclohexan (VCH) polyme; và chất mang

polyme (B1), được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme, được ưu tiên hơn là propylen homopolyme, như được xác định ở trên hoặc trong yêu cầu bảo hộ.

Chất mang polyme (B1) và chất tạo nhân (B) nêu trên có thể được trộn với nhau theo cách cơ học thông thường, như nêu trên, để tạo thành MB. Theo cách khác, MB được tạo thành bằng cách đưa chất tạo nhân (B) vào chất mang polyme (B1) trong quá trình polyme hóa chúng.

Trong phương án sản xuất thứ nhất được ưu tiên là chất tạo nhân (B) ở dạng hạt nhựa màu (MB). Được ưu tiên là MB này được sản xuất bằng cách polyme hóa chất mang polyme (B1), được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme, được ưu tiên là propylen homopolyme như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, với sự có mặt của hệ chất xúc tác được cải biến, trong đó sự cải biến có nghĩa là tiền polyme hóa chất xúc tác với sự có mặt của hợp chất vinyl có công thức (I) như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ cho chất tạo nhân (B), được ưu tiên hơn là với sự có mặt của vinyl xyclohexan (VCH). Bước cải biến chất xúc tác này được mô tả thêm dưới đây trong quá trình điều chế chất mang polyme (B1).

MB được tạo thành được ưu tiên là được tạo thành hạt tròn, tùy ý cùng với một hoặc nhiều chất phụ gia, trong máy ép đùn theo cách thông thường trước khi trộn một cách cơ học với propylen homo- hoặc copolyme (A). Hơn nữa, được ưu tiên là cũng propylen homo- hoặc copolyme (A), tùy ý cùng với một hoặc nhiều chất phụ gia, được tạo thành dạng hạt tròn khi được đưa vào bước trộn này.

Trong phương án sản xuất thứ nhất chế phẩm propylen được ưu tiên là lượng chất tạo nhân (B) không nhiều hơn 300ppm, được ưu tiên hơn là không nhiều hơn 200ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 100ppm, tính theo trọng lượng hợp phần gồm MB và propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Được ưu tiên hơn nữa là, lượng chất tạo nhân (B) không nhiều hơn 50ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 20ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 10ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 5ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 3ppm, được ưu tiên hơn nữa là không nhiều hơn 1ppm, và được ưu tiên nhất là không nhiều hơn 0,80ppm, tính theo trọng lượng hợp phần gồm MB và

propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Được ưu tiên hơn nữa là, lượng chất tạo nhân (B) được ưu tiên là ít nhất 0,025ppm, được ưu tiên hơn là ít nhất 0,075ppm, được ưu tiên hơn nữa là ít nhất 0,1ppm, được ưu tiên hơn nữa là ít nhất 0,15ppm, và được ưu tiên hơn nữa là từ 0,075 đến 5ppm, được ưu tiên hơn nữa là từ 0,1 đến 3ppm, và được ưu tiên nhất là từ 0,15 đến 0,8ppm, tính theo trọng lượng hợp phần gồm MB và propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì theo sáng chế.

Hơn nữa, trong phương án sản xuất thứ nhất được ưu tiên là MB chứa chất tạo nhân (B) với lượng không quá 500ppm, được ưu tiên hơn là từ 1 đến 200ppm, và được ưu tiên hơn nữa là từ 5 đến 100ppm, tính theo trọng lượng của MB (100% trọng lượng).

Lượng tùy ý chất mang polyme (B1) trong MB được ưu tiên là ít nhất 90% trọng lượng, được ưu tiên hơn là ít nhất 95% trọng lượng được ưu tiên hơn nữa là 96,5% trọng lượng, và được ưu tiên nhất là ít nhất 99,0 đến 99,8% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của MB (100% trọng lượng).

Trong phương án sản xuất thay thế thứ hai chế phẩm propylen của bao bì theo sáng chế nêu trên, chất tạo nhân (B) được kết hợp vào propylen homo- hoặc copolyme (A) bằng cách polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A) với sự có mặt của hệ chất xúc tác được cải biến, trong đó sự cải biến có nghĩa là tiền polyme hóa chất xúc tác với sự có mặt của hợp chất vinyl có công thức (I) như được xác định ở trên hoặc trong yêu cầu bảo hộ đối với chất tạo nhân (B), được ưu tiên hơn là với sự có mặt của vinyl xyclohexan (VCH). Bước cải biến chất xúc tác này được mô tả thêm dưới đây trong quá trình sản xuất tùy ý, và được ưu tiên là, chất mang polyme (B1) của MB.

Trong phương án sản xuất thứ hai propylen homo- hoặc copolyme (A) thu được được tạo nhân bằng chất tạo nhân (B), được ưu tiên là được tạo thành hạt tròn, tùy ý cùng với một hoặc nhiều chất phụ gia.

Trong phương án sản xuất thứ hai được ưu tiên là lượng chất tạo nhân (B) có mặt trong propylen homo- hoặc copolyme (A) không nhiều hơn 500ppm, được ưu tiên hơn là từ 0,025 đến 200ppm, được ưu tiên hơn nữa là từ 1 đến 100ppm, và được ưu tiên nhất là từ 5 đến 100ppm, tính theo propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng), được ưu tiên hơn là tính theo trọng lượng của bao bì.

Phương án sản xuất thứ nhất là được ưu tiên để kết hợp chất tạo nhân (B) với chế phẩm polypropylen theo sáng chế. Hơn nữa, được ưu tiên nhất là để kết hợp chất tạo nhân (B) dưới dạng MB vào propylen homo- hoặc copolyme (A).

Theo đó, được ưu tiên là phương án bao bì theo sáng chế bao gồm, được ưu tiên là chứa, chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm

- propylen homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là propylen copolyme (A) có

(i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút; và

(ii) comonome, được ưu tiên là olefin comonome, thành phần không quá 5,0% trọng lượng; như được xác định ở trên hoặc trong yêu cầu bảo hộ, và

- hạt nhựa màu (MB) bao gồm chất tạo nhân (B) và chất mang polyme (B1), được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme, được ưu tiên hơn là propylen homopolyme, như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ.

Propylen homo- hoặc copolyme (A) và tùy ý, và được ưu tiên là, chất mang polyme (B1) có thể được sản xuất bằng cách polyme hóa với sự có mặt của chất xúc tác phối hợp thông thường bất kỳ bao gồm Ziegler-Natta, crom và vị trí đơn (như chất xúc tác metallocen), được ưu tiên là với sự có mặt của chất xúc tác Ziegler-Natta. Các chất xúc tác Ziegler-Natta thường bao gồm thành phần kim loại chuyển tiếp rắn và chất xúc tác kết hợp.

Như đã nêu, được ưu tiên là chất tạo nhân (B) không được đưa vào trong quá trình polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A), nhưng được bổ sung dưới dạng MB cùng với chất mang polyme (B1) vào propylen homo- hoặc copolyme (A) này.

Theo đó, propylen homo- hoặc copolyme (A) được ưu tiên là được polyme hóa

với sự có mặt của thành phần chất xúc tác rắn, bao gồm thành phần kim loại chuyển tiếp và thành phần magie, như được mô tả trong công bố quốc tế số WO 03/000757, công bố quốc tế số WO 03/000754 và công bố quốc tế số WO 2004/029 12.

Các chất xúc tác này là các chất xúc tác rắn với các hạt hình tròn có cấu trúc nhỏ gọn và diện tích bề mặt hạt thấp. Hơn nữa, các chất xúc tác này được đặc trưng bởi sự phân bố đồng nhất các vị trí có hoạt tính xúc tác qua các hạt chất xúc tác. Các chất xúc tác này được sản xuất bằng phương pháp hóa rắn nhũ tương. Pha phân tán dưới dạng các hạt nhỏ chất lỏng dạng nhũ tương phần chất xúc tác, được chuyển thành dạng hạt chất xúc tác rắn trong bước hóa rắn.

Như đã nêu, được ưu tiên nhất là polypropylene homo- hoặc copolyme (A), được ưu tiên là propylen copolyme (A) thu được từ bình phản ứng polyme này không chứa chất tạo nhân (B) bổ sung bất kỳ, nhưng chất tạo nhân (B) này được bổ sung sau trong bước tách.

Để sản xuất chất mang polyme (B1), được ưu tiên là chất tạo nhân (B) được đưa vào trong quá trình polyme hóa chất mang polyme (B1). Theo đó, chất mang polyme (B1), được ưu tiên là propylen homo- hoặc copolyme, được ưu tiên hơn là propylen homopolyme, được sản xuất sử dụng chất xúc tác Ziegler Natta được cải biến. Sự cải biến được thực hiện bằng cách tiền polyme hóa thành phần chất xúc tác Ziegler Natta rắn với hợp chất vinyl có công thức (I) như được xác định ở trên, dưới đây hoặc trong yêu cầu bảo hộ, được ưu tiên là với vinyl xyclohexan (VCH).

Được ưu tiên là, sau bước cải biến tỷ lệ trọng lượng (g) của polyme của hợp chất vinyl có công thức (I) như được xác định ở trên hoặc trong yêu cầu bảo hộ, được ưu tiên là vinyl xyclohexyl (VCH) polyme, với thành phần chất xúc tác rắn là tới 5 (5:1), được ưu tiên là tới 3 (3:1) được ưu tiên nhất là từ 0,5 (1:2) đến 2 (2:1).

Bước sản xuất polypropylen được tạo nhân được bộc lộ ví dụ trong Patent châu Âu số EP 1 028 984. Đối với thành phần chất xúc tác Ziegler Natta rắn được sử dụng để cải biến, thành phần chất xúc tác này bao gồm được ưu tiên là thành phần kim loại chuyển tiếp và magie halogenua. Các hợp chất này có thể được đỡ trên chất nền dạng hạt, như oxit vô cơ, như silic oxit hoặc nhôm oxit, hoặc, thông thường, magie halogenua có thể tạo thành chất nền rắn. Các ví dụ về các thành phần chất xúc tác rắn này được mô tả, ngoài những chỗ khác, trong công bố quốc tế số WO 87/07620, công

bố quốc tế số WO 92/21705, công bố quốc tế số WO 93/1 1 165, công bố quốc tế số WO 93/1 1 166, công bố quốc tế số WO 93/19100, công bố quốc tế số WO 97/36939, công bố quốc tế số WO 98/12234, công bố quốc tế số WO 99/33842.

Như đã được biết rõ, các thành phần chất xúc tác rắn để polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A) và tùy ý, và được ưu tiên là, chất mang polyme (B) thường bao gồm, ngoài magie halogenua và hợp chất kim loại chuyển tiếp, chất cho điện tử (chất cho điện tử trong).

Các chất cho điện tử thích hợp là, ngoài những chất khác, các este của axit carboxylic, như các phtalat, citraconat, và succinat. Các hợp chất silicon chứa oxy- hoặc nito- có thể được sử dụng. Các ví dụ về các hợp chất thích hợp được thể hiện trong công bố quốc tế số WO 92/19659, công bố quốc tế số WO 92/19653, công bố quốc tế số WO 92/19658, patent Hoa Kỳ số US 4,347, 160, patent Hoa Kỳ số US 4,382,019, patent Hoa Kỳ số US 4,435,550, patent Hoa Kỳ số US 4,465,782, patent Hoa Kỳ số US 4,473,660, patent Hoa Kỳ số US 4,530,912 và patent Hoa Kỳ số US 4,560,671.

Hơn nữa, các thành phần chất xúc tác rắn này được ưu tiên là được sử dụng trong hợp phần với các chất cho điện tử ngoài đã được biết rõ, bao gồm nhưng không giới hạn ở, các ete, keton, amin, alcohol, phenol, phosphin và silan, ví dụ các hợp chất silan hữu cơ chứa liên kết Si-OCOR, Si-OR, hoặc Si-NR₂, có silic làm nguyên tố trung tâm, và R là alkyl, alkenyl, aryl, arylalkyl hoặc xycloalkyl có 1-20 nguyên tử cacbon; và các chất xúc tác kết hợp đã được biết rõ, được ưu tiên là bao gồm hợp chất nhôm alkyl đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này; để polyme hóa propylen homo hoặc copolyme (A) và tùy ý, và được ưu tiên là, chất mang polyme (B1).

Polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme (A) và chất mang polyme (B1) tùy ý, và được ưu tiên là, MB, của chế phẩm propylen của bao bì theo sáng chế có thể được thực hiện trong một hoặc nhiều, ví dụ 1, 2 hoặc 3, bình phản ứng polyme hóa, sử dụng các kỹ thuật polyme hóa thông thường, ví dụ polymer hóa pha khí, pha lỏng, bột nhão hoặc khối.

Nói chung, hợp phần bột nhão (hoặc khối) và ít nhất một bình phản ứng pha khí thường được ưu tiên cho bước polyme hóa propylen homo- hoặc copolyme(A) và tùy

ý, và được ưu tiên là, chất mang polyme (B1). Được ưu tiên hơn là bình phản ứng theo thứ tự là bột nhão (hoặc khối) sau đó là một hoặc nhiều bình phản ứng pha khí.

Trong trường hợp polyme hóa propylen trong các bình phản ứng bột nhão, thì nhiệt độ phản ứng nói chung nằm trong khoảng từ 60 đến 110°C, ví dụ 60 đến 85°C, áp suất bình phản ứng nói chung nằm trong khoảng từ 5 đến 80 bar (0,5 đến 8 MPa), ví dụ 20 đến 60 bar (2 đến 6 MPa), và thời gian lưu nói chung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 giờ, ví dụ 0,3 đến 2 giờ. Monome thường được sử dụng làm môi trường phản ứng.

Đối với các bình phản ứng pha khí, nhiệt độ phản ứng được sử dụng nói chung nằm trong khoảng từ 60 đến 115°C, ví dụ từ 70 đến 110°C, áp suất bình phản ứng nói chung nằm trong khoảng từ 10 đến 25 bar (1 đến 2,5 MPa), và thời gian lưu nói chung là từ 0,5 đến 8 giờ, ví dụ từ 0,5 đến 4 giờ. Khí được sử dụng là monome tùy ý dưới dạng hỗn hợp với khí không phản ứng như nitơ hoặc propan. Ngoài các bước polyme hóa và bình phản ứng thực tế, quy trình này có thể bao gồm các bước polyme hóa bổ sung bất kỳ, như bước tiền polyme hóa, và các bước xử lý sau phản ứng đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Propylen homo- hoặc copolyme đa dạng có thể được sản xuất theo quy trình polymer hóa thích hợp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Được ưu tiên là propylen polyme đa dạng được sản xuất trong quy trình polyme hóa liên tục bao gồm ít nhất hai vùng polyme hóa vận hành ở các điều kiện khác nhau để sản xuất propylen polyme đa dạng. Vùng polyme hóa có thể tiến hành trong điều kiện bột nhão, dung dịch, hoặc pha khí hoặc kết hợp của chúng. Các quy trình thích hợp được mô tả, ngoài những chỗ khác, trong Công bố đơn quốc tế số WO-A-98/58975, Công bố đơn quốc tế số WO-A-98/58976, đơn Patent Châu Âu số EP-A-887380 và Công bố đơn quốc tế số WO-A-98/58977.

Trong phương án được ưu tiên, bước tiền polyme hóa được tiến hành theo cách liên tục như polyme hóa khối bột nhão trong propylen lỏng, ví dụ pha lỏng chủ yếu bao gồm propylen, với lượng nhỏ các chất phản ứng khác và tùy ý các thành phần trợ được hòa tan trong đó. Được ưu tiên là bước tiền polyme hóa được tiến hành trong bình phản ứng có khuấy liên tục hoặc bình phản ứng chu kỳ.

Phản ứng tiền polyme hóa thường được tiến hành ở nhiệt độ từ 0 đến 60°C, được ưu tiên là từ 10 đến 50°C, và được ưu tiên hơn là từ 20 đến 45°C.

Áp suất trong bước phản ứng tiền polyme hóa là không quan trọng nhưng phải cao ở mức thích hợp để duy trì hỗn hợp phản ứng ở pha lỏng. Vì vậy, áp suất có thể từ 20 đến 100 bar (2 đến 10 MPa), ví dụ từ 30 đến 70 bar (3 đến 7 MPa).

Các điều kiện phản ứng đã được biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này như được mô tả, ngoài những chỗ khác, trong bằng sáng chế Anh GB 1580635.

Bước polyme hóa trong vùng polyme hóa thứ nhất có thể được tiến hành trong bột nhão. Sau đó các hạt polyme được tạo thành trong bước polyme hóa, cùng với chất xúc tác được phân mảnh và phân tán trong các hạt, được tạo huyền phù trong hydrocarbon lỏng. Bột nhão này được kích thích để có thể chuyển các chất phản ứng từ chất lỏng vào hạt.

Bước polyme hóa bột nhão được ưu tiên là polyme hóa dạng khối. "Polyme hóa dạng khối" có nghĩa là quy trình trong đó bước polyme hóa được tiến hành trong monome lỏng cần thiết không có mặt chất pha loãng trơ.

Nhiệt độ trong bước polyme hóa bột nhão thường từ 50 đến 110°C, được ưu tiên là từ 60 đến 100°C và cụ thể là từ 65 đến dưới 85°C. Áp suất là từ 1 đến 150 bar (0,1 đến 15 MPa), được ưu tiên là từ 10 đến 100 bar (1 đến 10 MPa). Trong một số trường hợp được ưu tiên là tiến hành bước polyme hóa ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ tới hạn của hỗn hợp lỏng tạo nên pha phản ứng và ở áp suất cao hơn áp suất tới hạn của hỗn hợp lỏng này. Các điều kiện phản ứng này thường được gọi là "các điều kiện siêu tới hạn". Cụm từ "chất lỏng siêu tới hạn" được sử dụng để biểu thị chất lỏng hoặc hỗn hợp lỏng ở nhiệt độ và áp suất vượt quá nhiệt độ và áp suất tới hạn của chất lỏng hoặc hỗn hợp lỏng này.

Bước polyme hóa bột nhão có thể được tiến hành trong bình phản ứng đã biết bất kỳ được sử dụng cho bước polyme hóa bột nhão. Các bình phản ứng này bao gồm bình phản ứng khuấy liên tục và bình phản ứng chu kỳ. Được đặc biệt ưu tiên để tiến hành bước polyme hóa trong bình phản ứng chu kỳ. Trong các bình phản ứng này bột nhão được chạy với tốc độ cao dọc theo ống kín bằng cách sử dụng bơm tuần hoàn. Các bình phản ứng chu kỳ nói chung đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và các ví dụ

được đưa ra, ví dụ, trong patent Hoa Kỳ số US 4,582,816, patent Hoa Kỳ số US 3,405, 109, patent Hoa Kỳ số US 3,324,093, đơn patent châu Âu số EP-A-479186 và patent Hoa Kỳ số US 5,391,654.

Bước polyme hóa trong pha khí có thể được tiến hành trong bình phản ứng nền chất lỏng, trong bình phản ứng nền chất lỏng nhanh hoặc trong bình phản ứng nền cố định hoặc kết hợp bất kỳ của chúng. Nếu kết hợp các bình phản ứng được sử dụng thì polyme này được chuyển từ một bình phản ứng polyme hóa sang bình khác. Hơn nữa, một phần hoặc toàn bộ polyme từ bước polyme hóa này có thể được quay về bước polyme hóa trước.

Thông thường bình phản ứng polyme hóa nền chất lỏng được vận hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C, được ưu tiên là từ 65 đến 90°C. Áp suất thích hợp từ 10 đến 40 bar (1 đến 4 MPa), được ưu tiên là từ 15 đến 30 bar (1,5 đến 3 MPa).

Việc điều chỉnh MFR trong quá trình polyme hóa propylen homo hoặc copolyme (A) và tùy ý chất mang polyme (B1) được tiến hành theo cách thông thường bằng cách sử dụng ví dụ tác nhân kết thúc chuỗi (cũng được biết ví dụ dưới dạng trọng lượng phân tử của tác nhân kiểm soát MFR), thông thường là hydro.

Quy trình đa bước được ưu tiên được tiến hành trong hệ thống bình phản ứng bao gồm ít nhất một bình phản ứng chu kỳ và một bình phản ứng pha khí, và tùy ý một, hai hoặc nhiều bình phản ứng pha khí, theo thứ tự nêu trên. Hệ thống bình phản ứng và quy trình này là đã biết gọi là Borstar® Technology.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Các phương pháp đo

a) Dòng chảy xoắn ốc

Thử nghiệm xoắn ốc được tiến hành sử dụng thiết bị đúc phun trực vít Arburg 35mm với khuôn xoắn ốc và áp suất là 600, 1000 hoặc 1400 bar (60, 100, 140 MPa), và mô tả chi tiết dưới đây:

đường kính trục vít: 35mm,

dịch chuyển piston tối đa: 150cm³,

spec, áp suất đúc phun: 600, 1000, hoặc 1400 bar (60, 100, 140 MPa),

dạng công cụ: dạng ovan; được cung cấp bởi Axxicon; độ dày 1mm, bề ngang: 5mm,

hiệu độ trong tiền buồng và khuôn: 230°C,

hiệu độ trong vùng 2 / vùng 3 / vùng 4/ vùng 5: 230°C / 230°C / 225°C / 200°C,

chu trình đúc phun: thời gian đúc phun bao gồm giữ: 10 giây,

thời gian làm mát: 15 giây,

áp suất đúc phun: dưới đây từ độ dài được xác định trước của vật liệu thử nghiệm,

áp suất dừng = áp suất đúc phun,

tốc độ trục vít: 30 vòng/phút,

áp suất hệ thống: 10 bar (1 MPa),

đường đo: cần lựa chọn sao cho trục vít dừng ở vị trí 20mm trước vị trí cuối cùng tại đầu của áp suất dừng,

hiệu độ dụng cụ: 40°C,

Độ dài dòng chảy xoắn ốc có thể được xác định ngay sau khi tiến hành đúc phun.

b) MFR₂ (230°C) được đo theo phương pháp ISO 1133 (230°C, 2,16 kg tải).

c) Định lượng thành phần comonome bằng quang phổ FTIR:

Thành phần comonome được xác định bằng quang phổ hồng ngoại chuyển dạng Fourier định lượng (FTIR) sau khi được hiệu chuẩn phân công cơ bản qua quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹³C định lượng (NMR) theo cách đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Màng mỏng được đúc phun đến độ dày từ 100-500 micromet và phổ được ghi theo chế độ truyền.

Cụ thể, thành phần etylen của polypropylen-co-etylen copolyme được xác định sử dụng diện tích đỉnh hiệu chỉnh bằng đường cơ sở của dải định lượng được phát hiện ở 720-722 và 730-733cm⁻¹. Cụ thể, thành phần buten hoặc hexen của polypropylen copolyme được xác định sử dụng diện tích đỉnh hiệu chỉnh bằng đường cơ sở của dải

định lượng được phát hiện ở $1377\text{-}1379\text{cm}^{-1}$. Kết quả định lượng thu được dựa trên tham khảo độ dày màng.

d) Thành phần có thể hòa tan lạnh xylen (XCS, trọng lượng-%) được xác định ở nhiệt độ 25°C theo ISO 16152; xuất bản lần thứ nhất; 2005-07-01.

e) Mô đun kéo, ứng suất kéo ở sản phẩm và độ biến dạng do kéo căng ở sản phẩm được xác định theo phương pháp ISO 527-1:1996 và ISO 527-2:1996 trên mẫu thử ISO 527-2:1996 mẫu đúc loại 1A, tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007.

f) Độ chịu va chạm Charpy được cắt khắc được xác định theo phương pháp ISO 179-1:2000 trên mẫu được cắt khắc có kích thước $80\times 10\times 4\text{mm}$, cắt từ mẫu thử ISO 527-2: 1996 loại 1A. Mẫu chịu va chạm được cắt khắc theo phương pháp ISO 179-1/1eA:2000 được sử dụng. Nhiệt độ thử nghiệm là $23\pm 2^{\circ}\text{C}$. Tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007.

g) Độ mờ được xác định theo phương pháp ASTM D 1003-07 trên mẫu thử ISO 294-3:2003 tấm nhỏ $60\times 60\times 0,5$ hoặc 1,0 hoặc 2,0mm, như được xác định trong bản mô tả này, ISO loại D1.

h) Nhiệt độ biến dạng do nhiệt (HDT) được xác định theo phương pháp ISO 75-2:2004 trên mẫu có kích thước $80\times 10\times 4\text{mm}$, cắt từ mẫu thử ISO 527-2:1996 mẫu đúc loại 1A. Thử nghiệm được tiến hành tải hẹp, với áp lực bề mặt tối đa là 0,45 MPa. Tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007.

i) Thử nghiệm trọng lượng khối rơi công cụ (IFW) được tiến hành theo phương pháp ISO 6603-2:2000 trên độ dày 0,5mm, cắt từ đáy của hộp chữ nhật có thành mỏng có độ dày là 0,5mm (ở đây ví dụ hộp $145\times 95\times 50\text{mm}$ được sử dụng). Thử nghiệm được tiến hành sử dụng búa được bôi trơn, với tốc độ 4,4 m/giây và đường kính 20mm, và đường kính vòng đỡ 40mm.

2. Bước sản xuất polyme

Bước sản xuất hạt nhựa màu (MB): chất mang polyme (B1) và chất tạo nhân (B), là vinyl xyclohexan polyme:

Trước tiên, 0,1 mol $\text{MgCl}_2 \times 3 \text{EtOH}$ được tạo huyền phù trong điều kiện tro

trong 250ml decan trong bình phản ứng ở áp suất thường. Dung dịch được làm lạnh đến nhiệt độ -15°C và 300ml TiCl_4 lạnh được bổ sung trong khi duy trì nhiệt độ ở mức nêu trên. Sau đó, nhiệt độ của bột nhão được tăng từ từ đến 20°C . Ở nhiệt độ này, 0,02 mol diethylhexylphthalat (DOP) được bổ sung vào bột nhão. Sau khi bổ sung phthalat, nhiệt độ được gia tăng đến 135°C trong 90 phút và bột nhão được để yên trong 60 phút. Sau đó, 300ml TiCl_4 khác được bổ sung và nhiệt độ được giữ ở 135°C trong 120 phút. Sau đó, chất xúc tác được lọc khỏi chất lỏng và được rửa sáu lần bằng 300ml heptan ở nhiệt độ 80°C . Sau đó, thành phần chất xúc tác rắn được lọc và làm khô. Chất xúc tác và cách điều chế nó được mô tả chung ví dụ trong Công bố patent châu Âu số EP 491 566, patent châu Âu số EP 591 224 và patent châu Âu số EP 586 390.

Triethyl nhôm (TEAL), dixyclopentyldimetoxyxilane (DCPDMS) làm chất cho (Do), chất xúc tác như được sản xuất ở trên và vinylxyclohexan (VCH) được bổ sung vào dầu, như dầu khoáng, ví dụ Technol 68 (độ nhớt động học ở nhiệt độ 40°C 62-74 cSt), với lượng sao cho Al/Ti là 3- 4 mol/mol, Al/Do cũng là 3-4 mol/mol, và tỷ lệ trọng lượng của VCH/chất xúc tác rắn là 1:1. Hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ $60 - 65^{\circ}\text{C}$ và cho phép phản ứng đến khi thành phần của vinylxyclohexan không phản ứng trong hỗn hợp phản ứng là nhỏ hơn 1000ppm. Nồng độ chất xúc tác trong bột nhão dầu-chất xúc tác cuối cùng là 10 - 20% trọng lượng.

Trong giai đoạn thứ nhất chất xúc tác được mô tả ở trên được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h). Triethyl nhôm làm chất đồng xúc tác và dixyclopentyl-dimetoxyxilane làm chất cho được sử dụng. Tỷ lệ nhôm với chất cho là 11,5 mol/mol và tỷ lệ nhôm với titan là 500 mol/mol. Bình phản ứng được vận hành ở nhiệt độ 30°C và áp suất 55 bar (5,5 MPa).

Bột nhão từ bước tiền polyme hóa được nạp trực tiếp vào bình phản ứng chu kỳ được vận hành ở nhiệt độ 80°C và áp suất 55 bar (5,5 MPa). Propylen và hydro được bổ sung tiếp vào bình phản ứng chu kỳ. Tỷ lệ mol của hydro với propylen là 2,0 mol/kmol. Sản phẩm của bình phản ứng chu kỳ có chỉ số nóng chảy MFR_2 là 1,5g/10 phút và XS là 1,5% trọng lượng. Tỷ lệ sản lượng trong chu kỳ là 30kg/h.

Bột nhão từ bình phản ứng chu kỳ được đưa vào bình phản ứng pha khí qua đường nạp trực tiếp, ví dụ không có monome ở trong-giữa các bình phản ứng. Bình phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ 85°C và áp suất riêng phần propylen là 21

barg. Hydro bổ sung được nạp với tỷ lệ mol của hydro với propylen là 135 mol/kmol. Tỷ lệ sản lượng trong bình phản ứng pha khí là 30kg/h và tỷ lệ sản lượng polyme tổng thu được sau các bình phản ứng là 60kg/h. Chỉ số nóng chảy của polyme cuối cùng MFR₂ là 8,0g/10 phút và XS là 1,2% trọng lượng. Sự phân chia sản phẩm (% sản phẩm tạo thành trong bình phản ứng pha khí) là 50%. Thành phần Poly-VCH cuối cùng trong chất mang polyme cuối cùng thu được (B1) là 200ppm hoặc nhỏ hơn.

Bột polyme thu được và chất ổn định, ví dụ 0,025% trọng lượng axit scavenger thông thường và 0,03% trọng lượng chất chống oxy hóa thông thường, được trộn trong W&P ZSK 70 (Coperion) máy ép đùn trục vít đôi ở nhiệt độ nóng chảy là 240°C và được tạo hạt. Thông lượng của máy ép đùn là 200kg/h. Hạt tròn thu được được sử dụng làm hạt nhựa màu (MB).

Polyme 1

Thành phần chất xúc tác Ziegler-Natta rắn được sản xuất theo Ví dụ 8 của công bố quốc tế số WO 2004/0291 12, ngoại trừ là dietyl nhôm clorua được sử dụng làm hợp chất nhôm thay cho trietyl-nhôm, và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h) và được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen etylen (360g/h).

Trietyl nhôm làm chất đồng xúc tác và dixyclopentyldimetoxy silan làm chất cho được sử dụng. Tỷ lệ nhôm với chất cho là 7,5 mol/mol và tỷ lệ nhôm với titan là 220 mol/mol. Bình phản ứng được vận hành ở nhiệt độ 30°C và áp suất 55 barg.

Bột nhão từ bước tiền polyme hóa được nạp trực tiếp vào bình phản ứng chu kỳ được vận hành ở nhiệt độ 75°C và áp suất 55 barg. Propylen, hydro và etylen được bổ sung tiếp vào bình phản ứng chu kỳ. Tỷ lệ mol của hydro với propylen là 15 mol/kmol và tỷ lệ của etylen với propylen là 4 mol/kmol. Sản phẩm của bình phản ứng chu kỳ có chỉ số nóng chảy MFR₂ là 60g/10 phút, thành phần etylen là 1,0% trọng lượng và XS là 2,0% trọng lượng. Tỷ lệ sản lượng trong chu kỳ là 33kg/h.

Bột nhão từ bình phản ứng chu kỳ được đưa vào bình phản ứng pha khí qua đường nạp trực tiếp, ví dụ không có monome ở trong-giữa các bình phản ứng. Bình phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ 85°C và áp suất riêng phần propylen là 21 barg. Etylen và hydro bổ sung được nạp với tỷ lệ mol dưới đây: hydro với propylen 145 mol/kmol và etylen với propylen 6 mol/kmol. Tỷ lệ sản lượng trong bình phản

ứng pha khí là 33kg/h và tỷ lệ sản lượng polyme tổng thu được sau các bình phản ứng là 66kg/h. Chỉ số nóng chảy của polyme cuối cùng MFR₂ là 60g/10 phút, thành phần etylen 1,0% trọng lượng và XS là 1,5% trọng lượng. Sự phân chia sản phẩm (% sản phẩm tạo thành trong bình phản ứng pha khí) là 50%.

Polyme 2

Thành phần chất xúc tác Ziegler-Natta rắn được sản xuất theo Ví dụ 8 của công bố quốc tế số WO 2004/0291 12, ngoại trừ là dietyl nhôm clorua được sử dụng làm hợp chất nhôm thay cho trietyl nhôm, được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h) và etylen (360g/h).

Trietyl nhôm làm chất đồng xúc tác và dixyclopentyldimetoxy silan làm chất cho được sử dụng. Tỷ lệ nhôm với chất cho là 6,0 mol/mol và tỷ lệ nhôm với titan là 220 mol/mol. Bình phản ứng được vận hành ở nhiệt độ 30°C và áp suất 55 barg.

Bột nhão từ bước tiền polyme hóa được nạp trực tiếp vào bình phản ứng chu kỳ được vận hành ở nhiệt độ 70°C và áp suất 55 barg. Propylen, hydro và etylen được bổ sung tiếp vào bình phản ứng chu kỳ. Tỷ lệ mol của hydro với propylen là 15 mol/kmol và tỷ lệ của etylen với propylen là 9,5 mol/kmol. Sản phẩm của bình phản ứng chu kỳ có chỉ số nóng chảy MFR₂ là 30g/10 phút, thành phần etylen là 2,8% trọng lượng và XS là 6,0% trọng lượng. Tỷ lệ sản lượng trong chu kỳ là 27kg/h.

Bột nhão từ bình phản ứng chu kỳ được đưa vào bình phản ứng pha khí qua đường nạp trực tiếp, ví dụ không có monome ở trong-giữa các bình phản ứng. Bình phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ 85°C và áp suất riêng phần propylen là 21 barg. Etylen và hydro bổ sung được nạp với tỷ lệ mol dưới đây: hydro với propylen 120 mol/kmol và etylen với propylen 23 mol/kmol. Tỷ lệ sản lượng trong bình phản ứng pha khí là 33kg/h và tỷ lệ sản lượng polyme tổng thu được sau các bình phản ứng là 60kg/h. Chỉ số nóng chảy của polyme cuối cùng MFR₂ là 30g/10 phút, thành phần etylen 3,4% trọng lượng và XS là 5,0% trọng lượng. Sự phân chia sản phẩm (% sản phẩm tạo thành trong bình phản ứng pha khí) là 55%.

Polyme 3:

Copolyme ngẫu nhiên của propylen làm propylen homo- hoặc copolyme (A), trong đó chất tạo nhân (B), là, vinyl xyclohexan polyme, được đưa vào trong quá trình

polyme hóa polyme này

3:

Trước tiên, 0,1 mol $\text{MgCl}_2 \times 3 \text{ EtOH}$ được tạo huyền phù trong điều kiện tro trong 250ml decan trong bình phản ứng ở áp suất thường. Dung dịch được làm lạnh đến nhiệt độ -15°C và 300ml TiCl_4 lạnh được bổ sung trong khi duy trì nhiệt độ ở mức nêu trên. Sau đó, nhiệt độ của bột nhão được tăng từ từ đến 20°C . Ở nhiệt độ này, 0,02 mol diethylhexylphthalat (DOP) được bổ sung vào bột nhão. Sau khi bổ sung phthalat, nhiệt độ được gia tăng đến 135°C trong 90 phút và bột nhão được để yên trong 60 phút. Sau đó, 300ml TiCl_4 khác được bổ sung và nhiệt độ được giữ ở 135°C trong 120 phút. Sau đó, chất xúc tác được lọc khỏi chất lỏng và được rửa sáu lần bằng 300ml heptan ở nhiệt độ 80°C . Sau đó, thành phần chất xúc tác rắn được lọc và làm khô. Chất xúc tác và cách điều chế nó được mô tả nói chung ví dụ trong Công bố patent châu Âu số EP 491 566, Patent châu Âu số EP 591 224 và Patent châu Âu số EP 586 390.

Trietyl nhôm (TEAL), dixyclopentyldimetoxyasilan (DCPDMS) làm chất cho (Do), chất xúc tác như được sản xuất ở trên và vinylxyclohexan (VCH) được bổ sung vào dầu, như dầu khoáng, ví dụ Technol 68 (độ nhớt động học ở nhiệt độ 40°C 62-74 cSt), với lượng sao cho Al/Ti là 3-4 mol/mol, Al/Do cũng là 3-4 mol/mol, và tỷ lệ trọng lượng của VCH/chất xúc tác rắn là 1:1. Hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ $60 - 65^\circ\text{C}$ và cho phép phản ứng đến khi thành phần của vinylxyclohexan không phản ứng trong hỗn hợp phản ứng là nhỏ hơn 1000ppm. Nồng độ chất xúc tác trong bột nhão dầu-chất xúc tác cuối cùng là 10 - 20% trọng lượng.

Chất xúc tác được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h) và etylen (360g/h). Trietyl nhôm làm chất đồng xúc tác và dixyclopentyldimetoxyasilan làm chất cho được sử dụng. Tỷ lệ nhôm với chất cho là 7,5 mol/mol và tỷ lệ nhôm với titan là 220 mol/mol. Bình phản ứng được vận hành ở nhiệt độ 30°C và áp suất là 55 barg.

Bột nhão từ bước tiền polyme hóa được nạp trực tiếp vào bình phản ứng chu kỳ được vận hành ở nhiệt độ 75°C và áp suất 55 barg. Propylen, hydro và etylen được bổ sung tiếp vào bình phản ứng chu kỳ. Tỷ lệ mol của hydro với propylen là 8 mol/kmol và tỷ lệ của etylen với propylen là 2 mol/kmol. Sản phẩm của bình phản ứng chu kỳ có

chỉ số nóng chảy MFR_2 là 60g/10 phút, thành phần etylen là 0,5% trọng lượng và XS là 2,0% trọng lượng. Tỷ lệ sản lượng trong chu kỳ là 27kg/h.

Bột nhão từ bình phản ứng chu kỳ được đưa vào bình phản ứng pha khí qua đường nạp trực tiếp, ví dụ không có monome ở trong-giữa các bình phản ứng. Bình phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ 85°C và áp suất riêng phần propylen là 21 barg. Etylen và hydro bổ sung được nạp với tỷ lệ mol dưới đây: hydro với propylen 120 mol/kmol và etylen với propylen 25 mol/kmol. Tỷ lệ sản lượng trong bình phản ứng pha khí là 33kg/h và tỷ lệ sản lượng polyme tổng thu được sau các bình phản ứng là 60kg/h. Chỉ số nóng chảy của polyme cuối cùng MFR_2 là 30g/10 phút, thành phần etylen 2,5% trọng lượng và XS là 3,5% trọng lượng. Sự phân chia sản phẩm (% sản phẩm tạo thành trong bình phản ứng pha khí) là 55%. Thành phần Poly-VCH cuối cùng trong polyme cuối cùng thu được 3 là 200ppm hoặc nhỏ hơn.

Polyme 4

Thành phần chất xúc tác Ziegler-Natta rắn được sản xuất theo Ví dụ 8 công bố quốc tế số WO 2004/029112, ngoại trừ là dietyl nhôm clorua được sử dụng làm hợp chất nhôm thay cho trietyl nhôm, được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h) và etylen (360g/h).

Chất xúc tác được nạp vào bình phản ứng tiền polyme hóa cùng với propylen và một lượng nhỏ hydro (2,5g/h) và etylen (360g/h). Trietyl nhôm làm chất đồng xúc tác và dicyclopentyl dimetoxysilan làm chất cho được sử dụng. Tỷ lệ nhôm với chất cho là 7,5 mol/mol và tỷ lệ nhôm với titan là 220 mol/mol. Bình phản ứng được vận hành ở nhiệt độ 30°C và áp suất là 55 barg.

Bột nhão từ bước tiền polyme hóa được nạp trực tiếp vào bình phản ứng chu kỳ được vận hành ở nhiệt độ 70°C và áp suất 55 barg. Propylen, hydro và etylen được bổ sung tiếp vào bình phản ứng chu kỳ. Tỷ lệ mol của hydro với propylen là 6 mol/kmol và tỷ lệ của etylen với propylen là 11 mol/kmol. Sản phẩm của bình phản ứng chu kỳ có chỉ số nóng chảy MFR_2 là 8g/10 phút, thành phần etylen là 2,8% trọng lượng và XS là 5,0% trọng lượng. Tỷ lệ sản lượng trong chu kỳ là 27kg/h.

Bột nhão từ bình phản ứng chu kỳ được đưa vào bình phản ứng pha khí qua

đường nạp trực tiếp, ví dụ không có monome ở trong-giữa các bình phản ứng. Bình phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ 85°C và áp suất riêng phần propylen là 21 barg. Etylen và hydro bổ sung được nạp với tỷ lệ mol dưới đây: hydro với propylen 45 mol/kmol và etylen với propylen 21 mol/kmol. Tỷ lệ sản lượng trong bình phản ứng pha khí là 33kg/h và tỷ lệ sản lượng polyme tổng thu được sau các bình phản ứng là 60kg/h. Chỉ số nóng chảy của polyme cuối cùng MFR₂ là 8g/10 phút, thành phần etylen 2,8% trọng lượng và XS là 5,0% trọng lượng. Sự phân chia sản phẩm (% sản phẩm tạo thành trong bình phản ứng pha khí) là 55%.

Polyme cuối cùng thu được từ bình phản ứng được làm mất độ nhớt theo cách thông thường sử dụng peroxit, CAS-No. 78-63-7 có bán trên thị trường, để làm gia tăng tốc độ dòng nóng chảy của polyme này đến MFR₂ bằng 30g/10 phút.

Ví dụ tham khảo 1:

Propylen homopolyme có bán trên thị trường cho IM và bao bì có vách mỏng được làm mất độ nhớt bằng peroxit để tạo thành MFR₂ bằng 50g/10 phút.

Bước sản xuất các chế phẩm theo sáng chế từ 1 đến 12 (từ C1 đến C12) và chế phẩm tham khảo 2 (Tham khảo.2) – Bước trộn: các polyme từ 1 đến 4 (từ P1 đến P4) được trộn với hạt nhựa màu (MB) và/hoặc các chất phụ gia được nêu trong Bảng 1 dưới đây để thu được các chế phẩm polypropylen theo sáng chế từ 1 đến 12 (từ C1 đến C12) và chế phẩm tham khảo 2. Tất cả các chỉ số được nêu trong Bảng 1 là tính theo % trọng lượng. Bước trộn được tiến hành bằng cách trộn trong máy ép đùn trục vít đôi W&P ZSK 70 (Coperion) ở nhiệt độ nóng chảy là 240°C và được tạo hạt. Thông lượng của máy ép đùn là 200kg/h.

Bảng 1: Các thành phần của các chế phẩm polyme theo sáng chế từ C1 đến C12

Đặc tính	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11	Tham khảo 2.
P1	97,585							97,56	97,55	97,56	97,54	
P2		97,585										
P3			99,585	99,415	99,485	99,385						
P4							97,570					99,570
Hạt nhựa màu (MB)	2,0	2,0	-	-	-	-	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	-
Canxi stearat	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040

Irganox 1010 ⁽¹⁾	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025
Irgafos 168 ⁽²⁾	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050	0,050
GMS95 ⁽³⁾	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300
Millad 3988i ⁽⁴⁾		0,170		0,170								
NX8000 ⁽⁵⁾					0,100	0,200						
Irgaclear ⁽⁶⁾							0,015					0,015
NA-21 ⁽⁷⁾								0,025	0,035			
NA-71 ⁽⁸⁾										0,025	0,040	

(1) Pentaerythrityl-tetrakis(3-(3',5'-di-ferr.-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat (CAS-no. 6683-19-8)

(2) (2,4-di-t-butylphenyl) phosphit (CAS-no. 31570-04-4)

(3) hỗn hợp của glyxerylmonostearat (CAS-no. 97593-29-8)

(4) Bis(3,4-dimethylbenzyliden) sorbitol (CAS-no. 135861-56-2)

(5) 1,2,3-trideoxy-4,6:5,7-bis-O-((4-propylphenyl)metylen) nonitol (CAS- no. 882073-43-0)

(6) N-[3,5-bis-(2,2-dimetyl-propionylamino)-phenyl]-2,2-dimetyl-propionamit (CAS-no. 745070-61-5)

(7) Hydroxybis (2,4,8,10-tetra-tert. butyl-6-hydroxy-12H-dibenzo(d,g)(1,3,2) dioxaphosphocin 6-oxidato) nhôm (CAS-no. 151841 -65-5)

(8) Hợp chất gốc phosphate ADK STAB NA-71 có bán trên thị trường, được cung cấp bởi Adeka

Các chế phẩm/polyme có các đặc tính được nêu trong các Bảng dưới đây. Các mẫu thử được sản xuất sử dụng hạt tròn được trộn. Các kết quả so sánh có thể thu được sử dụng các mẫu được đúc từ các bao bì được đúc phun được sản xuất từ các chế phẩm polyme từ C1 đến C12 và các chế phẩm tham khảo.

Bảng 2 thể hiện cân bằng va chạm/độ cứng có lợi của chế phẩm polyme C1 theo sáng chế so với chế phẩm tham khảo đã làm mất độ nhớt (Tham khảo.1). Mô đun kéo của C1 ở mức tương đương với Tham khảo.1 trong khi độ chịu va chạm Charpy và độ biến dạng do kéo căng ở sản phẩm của C1 thậm chí còn cao hơn. Chế phẩm

polyme C2 theo sáng chế là Phương án (D) theo sáng chế và thể hiện cân bằng va chạm/độ cứng có lợi cùng với độ mờ được cải thiện.

Bảng 2:

Đặc tính	Đơn vị	Tham khảo.1	C1	C2
Mô đun kéo	MPa	1850	1710	1050
Độ biến dạng do kéo căng ở sản phẩm	%	7,3	8,2	
Độ chịu va chạm Charpy được cắt khác 23°C	kJ/m ²	1,9	2,1	6,5
HDT (0,46 MPa)	°C	102,9	103,0	
Độ mờ, mẫu thử nghiệm 0,5mm	%	25	28	6

Kết quả thử nghiệm trọng lượng khối rơi công cụ (IFW) trong Bảng 3 thể hiện các đặc tính cơ học được cải thiện kết quả là cân bằng va chạm/độ cứng có lợi đạt được nhờ kết hợp tính năng như được xác định trong điểm 1 của chế phẩm propylen theo sáng chế

Bảng 3:

Đặc tính	Đơn vị	C1	Tham khảo.1
IFW, 23°C, năng lượng đâm thủng	J	0,16	0,10

Bảng 4 thể hiện khả năng gia công được cải thiện đáng kể (độ linh động) được chứng minh bởi dòng chảy xoắn ốc (được thực hiện năm lần và các giá trị trung bình được lấy) của chế phẩm C1 theo sáng chế.

Bảng 4:

	C1	Tham khảo.1
Dòng chảy xoắn ốc (cm) ở 1400 bar (140 MPa)	66,4	61,4
Dòng chảy xoắn ốc (cm) ở 1000 bar (100 MPa)	52,4	49,3
Dòng chảy xoắn ốc (cm) ở 600 bar (60 MPa)	35,4	34,0

Hơn nữa, các bao bì được sản xuất từ C1 và C2 bằng cách đúc phun theo cách thông thường đều không có vấn đề về vị và mùi và có màu trắng hấp dẫn nếu xếp chồng lên nhau.

Các Bảng dưới đây thể hiện rằng các chế phẩm propylen theo Phương án (D) theo sáng chế cũng có các đặc tính sáng tạo có lợi cao.

Bảng 5 thể hiện rằng ngoài chất phụ gia (C1) như được xác định ở trên hoặc trong yêu cầu bảo hộ làm cải thiện hơn nữa cân bằng va chạm/độ cứng và độ mờ.

Bảng 5:

	C3	C4	C5	C6
Độ mờ (%), mẫu thử nghiệm 1,0mm	34	13,5	35	16
Mô đun kéo [MPa]	1365	1410	1350	1380
Charpy 23°C [kJ/m ²]	4,3	5,9	5,8	5,5

Bảng 6 thể hiện rằng độ chịu va chạm Charpy được cải thiện với C7 bị mất độ nhót hơn so với Tham khảo. 2 mà không có chất tạo nhân (B)

Bảng 6:

	Tham khảo. 2	C7
Độ mờ (%), mẫu thử nghiệm 1,0mm	14	14
Mô đun kéo [MPa]	1220	1210
Charpy 23°C [kJ/m ²]	5,1	5,9

Bảng 7 thể hiện từ C8 đến C11 của Phương án (D) theo sáng chế rằng các đặc tính theo sáng chế có lợi thu được ngay cả nếu sử dụng các chất phụ gia (C1) khác với lượng thấp hơn lượng sử dụng thông thường. Hơn nữa, độ chịu va chạm Charpy (độ chịu va chạm) của C8 đến C11 hơi cao hơn và độ mờ thấp hơn nhiều so với C1 theo sáng chế, nhưng không có chất phụ gia (C1). Hơn nữa, không ngờ, mô đun kéo (độ cứng) của C8 đến C11 cũng được cải thiện so với C1. Theo đó, chế phẩm polypropylen của phương án (D) có thể được sử dụng để sản xuất các bao bì de.g IM để đáp ứng với các yêu cầu nghiêm ngặt về đặc tính động học kết hợp với các đặc tính quang học tuyệt vời.

Bảng 7:

	C1	C8	C9	C10	C11
Mô đun kéo [MPa]	1710	1830	1855	1820	1850
Charpy 23°C [kJ/m ²]	2,1	2,2	2,3	2,2	2,2
Độ mờ (%), mẫu thử nghiệm 2,0mm	94	81	70	85	75

Chế phẩm C12 theo sáng chế cũng được sản xuất bằng cách trộn polyme 2 cùng với các chất phụ gia được nêu trong Bảng 1 với C2 với chất phụ gia khác, là chất làm sang quang học, Tinopal được cung cấp bởi Ciba, với lượng là 100ppm trọng lượng tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polymer C12 thu được. Độ sang quang học góp phần tạo nên bao bì có màu xanh nhẹ đến trắng được sản xuất từ chế phẩm 3 tạo nên vẻ ngoài mong muốn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Bao bì được đúc phun dùng làm bao gói thực phẩm bao gồm chế phẩm polypropylen, chế phẩm polypropylen này bao gồm:

- propylen copolyme (A) có một hoặc nhiều olefin comonome với lượng nằm trong khoảng từ 95,0 đến 99,25% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen, trong đó propylen copolyme (A) có:

(i) tốc độ dòng nóng chảy, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 25g/10 phút và không cao hơn 200g/10 phút; và

(ii) tổng thành phần olefin comonome không nhiều hơn 3,0% trọng lượng và ít nhất là 0,1% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen;

và

- chất tạo nhân (B), mà là chất tạo nhân polyme;

trong đó chế phẩm propylen có mô đun kéo ít nhất là 1300Mpa, khi được xác định theo ISO 527-1:1996 và ISO 527-2:1996 trên mẫu thử ISO 527-2:1996 loại 1A (tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007).

2. Bao bì theo điểm 1, trong đó bao bì này là bao bì dùng cho bao gói vách mỏng.

3. Bao bì theo điểm 1 hoặc 2, trong đó độ dày vách của bao bì là 2,0mm hoặc nhỏ hơn.

4. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm polypropylen của bao bì có tốc độ dòng nóng chảy, MFR₂, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, ít nhất là 35g/10 phút và/hoặc MFR₂ không cao hơn 125g/10 phút.

5. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó propylen copolyme (A) là copolyme của propylen với một hoặc nhiều olefin comonome, trong đó tổng thành phần olefin comonome là không nhiều hơn 2,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của chế phẩm polypropylen (100% trọng lượng).

6. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm polypropylen của bao bì có một hoặc nhiều đặc tính dưới đây:

- thành phần hòa tan xylen (xylene solubles - XS), được xác định theo phương pháp ISO 16152:2005 không quá 5,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng);

- độ chịu va chạm Charpy được cắt khắc ít nhất là 1,9 kJ/m², khi được xác định theo phương pháp ISO 179-1:2000 trên mẫu được cắt khắc có kích thước 80x10x4mm, cắt từ mẫu thử ISO 527-2:1996 loại 1A (mẫu chịu va chạm được cắt khắc theo phương pháp ISO 179-1/1 eA được sử dụng, với nhiệt độ thử nghiệm là 23±2°C, và đúc phun được thực hiện theo phương pháp ISO 1873-2:2007);

- mô đun kéo ít nhất là 1400 MPa, khi được xác định theo phương pháp ISO 527-1:1996 và ISO 527-2:1996 trên mẫu thử ISO 527-2:1996 loại 1A (tiến hành đúc phun theo phương pháp ISO 1873-2:2007); và/hoặc

- tổng thành phần olefin comonome không quá 3,0% trọng lượng, và tổng thành phần olefin comonome này ít nhất là 0,1% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng chế phẩm propylen (100% trọng lượng).

7. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tốc độ dòng nóng chảy MFR₂, được xác định theo phương pháp ISO 1133 ở nhiệt độ 230°C và dưới tải trọng 2,16 kg, của propylen copolyme (A) ít nhất là 35g/10 phút và/hoặc MFR₂ nói trên của propylen copolyme (A) không cao hơn 125g/10 phút.

8. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất tạo nhân (B) là hợp chất vinyl polyme hóa.

9. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất tạo nhân (B) được đưa vào propylen copolyme (A), tùy ý cùng với một hoặc nhiều chất phụ gia khác, bằng cách trộn cơ học các thành phần (A) và (B) này; hoặc chất tạo nhân (B) được đưa vào propylen copolyme (A) trong suốt quá trình polyme hóa propylen copolyme (A).

10. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm polypropylen bao gồm:

- propylen copolyme (A), và

- hạt nhựa màu (MB) bao gồm chất tạo nhân (B) và chất mang polyme (B1).

11. Bao bì theo điểm 10, trong đó chất mang polyme (B1) là propylen homo- hoặc copolyme.

12. Bao bì theo điểm 10 hoặc 11, trong đó chất tạo nhân (B) được đưa vào chất mang polyme (B1) trong suốt quá trình polyme hóa chất mang polyme (B1).

13. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất tạo nhân (B) chỉ là chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong có mặt trong chế phẩm polypropylen.

14. Bao bì theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 12, trong đó chế phẩm polypropylen còn bao gồm:

- chất phụ gia (C1) khác chất tạo nhân (B) và là chất tạo nhân và/hoặc chất làm trong.

15. Bao bì theo điểm 14, trong đó chất phụ gia (C1) được chọn từ các nhóm dưới đây:

1. muối của axit monocarboxylic và axit polycarboxylic;
2. hợp chất sorbitol;
3. chất tạo nhân gốc nonitol;
4. các hợp chất gốc phospho;
5. phenyl amin bị chắn;
6. bột talc; hoặc
7. hỗn hợp các chất phụ gia (C1) thuộc nhóm bất kỳ trong số các nhóm từ 1. đến 6..

16. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lượng chất tạo nhân (B) không nhiều hơn 3000ppm, tính theo trọng lượng được kết hợp của propylen copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1), và

lượng propylen copolyme (A) là từ 96,5 đến 98,5% trọng lượng, tính theo trọng lượng hợp phần của propylen copolyme (A), chất tạo nhân (B) và tùy ý chất mang polyme (B1).

17. Bao bì theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó propylen copolyme (A) không được đưa vào bước xử lý bằng peroxit sau khi polyme hóa chúng.