



(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)



1-0030518

(51)⁷ C08F 2/01; C08F 2/34

(13) B

(21) 1-2016-01266

(22) 11/09/2014

(86) PCT/US2014/055074 11/09/2014

(87) WO 2015/038696 19/03/2015

(30) 61/877,092 12/09/2013 US

(45) 25/12/2021 405

(43) 25/07/2016 340A

(73) W.R. Grace & Co.-Conn. (US)

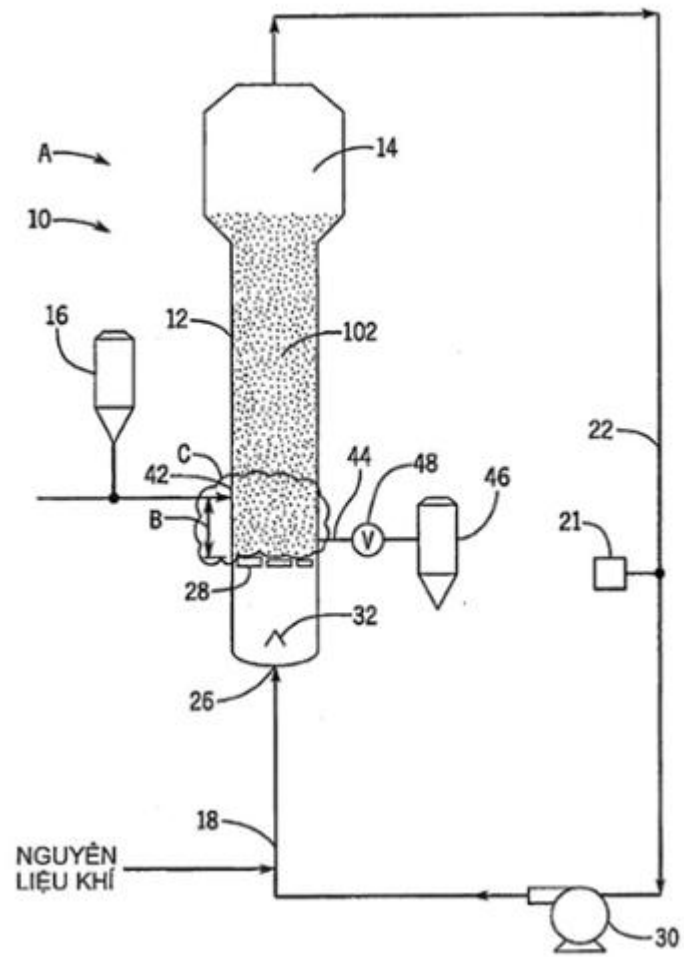
7500 Grace Drive, Columbia, Maryland 21044, U.S.A.

(72) Jan W. VAN EGMOND (NL); Daniel J. CHISMAR (US); Jeffrey D. GOAD (US).

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

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT POLYME NỀN OLEFIN

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polyme nền olefin trong lò phản ứng trùng hợp pha khí (10). Quy trình bao gồm bước tạo ra vùng ướt trong lò phản ứng trùng hợp pha khí (10). Vùng ướt được tạo thành bằng cách duy trì nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng nhiệt độ điểm sương của môi trường hóa lỏng +2°C trong khu vực của lò phản ứng. Khu vực được xác định là khu vực kéo dài từ bộ phận phân phối (28) đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối (28). Bơm chế phẩm xúc tác có hoạt tính cao vào vùng ướt sẽ tạo ra sản phẩm nền olefin có mật độ khối sa lắng lớn hơn 376,4 kg/m³ (23,5 lb/ft³).



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các quy trình sản xuất polyme và cụ thể là quy trình trùng hợp olefin pha khí.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trùng hợp pha khí là quy trình đã biết để sản xuất polyme. Hiệu quả sản xuất của quy trình trùng hợp pha khí hướng đến việc tối đa hóa hiệu suất sản xuất polyme. Khi thể tích của lò phản ứng pha khí không đổi, có thể tối đa hóa sản xuất bằng cách tăng lượng tồn trữ cho lò phản ứng. Có thể tăng lượng tồn trữ cho lò phản ứng bằng cách tăng mật độ khối của tầng sôi (tức là tăng mật độ khối hóa lỏng).

Việc thử điều chỉnh các thông số tầng sôi để tăng năng suất có độ chắc chắn không cao. Điều chỉnh mật độ khối của tầng sôi rất khó và phức tạp. Mật độ khối của tầng sôi là sự tác động qua lại phức tạp giữa nhiều thông số vận hành như áp suất/trọng lượng của tầng trên/dưới; độ cao của tầng; nhiệt độ của tầng; áp suất khí, thành phần và lưu lượng khí; hình thái hạt; mật độ khối sa lắng của tầng; và chế độ hóa lỏng. Rất khó để chuẩn bị một mô hình tầng sôi có đầy đủ các thông số này và dự đoán được chính xác các đặc điểm của mật độ khối tầng sôi trong các điều kiện vận hành thực tế. Sự không chắc chắn này dẫn đến rủi ro về việc tạo thành các mảng phủ lên thành lò phản ứng, tạo tiếng ồn lớn khi hoạt động, tạo tích tụ chất bẩn trên thành lò phản ứng, sụp tầng, và/hoặc tắt lò phản ứng. Lợi ích của việc tối đa hóa sản xuất polyme bằng cách điều chỉnh mật độ khối tầng sôi sẽ bị các rủi ro này cào bằng.

Quy trình trùng hợp pha khí lý tưởng là quy trình làm tăng mật độ khối sa lắng của tầng sôi và đồng thời tránh được các rủi ro về việc hình thành mảng phủ lên thành lò phản ứng, tiếng ồn, quá nhiệt, sụp tầng, và/hoặc tắt lò phản ứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến các quy trình tăng mật độ khối sa lắng (Settled bulk density, SBD) của tầng sôi trong lò phản ứng trùng hợp pha khí. Chủ đơn phát hiện ra rằng việc tạo vùng ướt trong lò phản ứng trùng hợp pha khí đã bất ngờ làm tăng SBD của tầng sôi khi sử dụng chế phẩm xúc tác hoạt tính cao. Quy trình này sẽ cải thiện việc sản xuất polyme bằng cách tăng mật độ khối sa lắng của tầng sôi. SBD tăng lên trong khi rủi ro giảm đi, hoặc không có rủi ro, về việc hình thành mảng phủ

lên thành lò phản ứng, tiếng ồn, quá nhiệt, sụp tầng, và/hoặc tắt lò phản ứng.

Theo một phương án, quy trình sản xuất polyme nền olefin được đề xuất. Quy trình xảy ra trong lò phản ứng trùng hợp pha khí. Quy trình trùng hợp pha khí có bộ phận phân phối và môi trường hóa lỏng. Môi trường hóa lỏng có nhiệt độ điểm sương (DPT) và được tạo thành từ một hoặc nhiều monome olefin và từ 5% đến 25% trọng lượng chất lỏng ngưng tụ. Quy trình bao gồm bước tạo vùng ướt trong lò phản ứng. Vùng ướt được tạo thành bằng cách duy trì nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng $DPT + 2^{\circ}C$ trong khu vực của lò phản ứng. Khu vực được xác định là khu vực kéo dài từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối. Quy trình bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác vào vùng ướt. Chế phẩm xúc tác có hoạt tính xúc tác lớn hơn 50 tấn/kg. Quy trình bao gồm bước cho chế phẩm xúc tác tiếp xúc với một hoặc nhiều monome của môi trường hóa lỏng trong vùng ướt trong các điều kiện trùng hợp pha khí. Quy trình bao gồm bước tạo các hạt polyme nền olefin có mật độ khối sa lắng lớn hơn $376,4 \text{ kg/m}^3$ ($23,5 \text{ lb/ft}^3$).

Ưu điểm của sáng chế là khả năng làm tăng năng suất bằng cách tăng mật độ khối sa lắng của tầng sôi.

Ưu điểm của sáng chế là khả năng làm tăng mật độ khối sa lắng của tầng sôi với có rất ít hoặc không có rủi ro, về hình thành mảng phủ lên thành lò phản ứng, tiếng ồn, quá nhiệt, sụp tầng, và/hoặc tắt lò phản ứng.

Ưu điểm của sáng chế là quy trình trùng hợp pha khí có năng suất được cải thiện và không cần tăng thời gian lưu lại trong lò phản ứng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là sơ đồ hệ thống trùng hợp pha khí theo một phương án của sáng chế.

Fig. 2 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng để thực hiện trùng hợp pha khí để sản xuất polyme đồng nhất của propylen.

Fig. 3 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng để thực hiện trùng hợp pha khí để sản xuất polyme đồng nhất của propylen với việc sử dụng vùng ướt theo một phương án của sáng chế.

Fig. 4 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng để thực hiện trùng hợp pha khí để sản xuất polyme đồng nhất của propylen với việc sử dụng vùng ướt theo một phương án của sáng chế.

Fig. 5 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng để thực hiện trùng hợp pha khí để sản

xuất polyme đồng nhất của propylen.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình sản xuất polyme nền olefin trong lò phản ứng trùng hợp pha khí. Quy trình trùng hợp pha khí có bộ phận phân phối và môi trường hóa lỏng. Môi trường hóa lỏng có nhiệt độ điểm sương (DPT) và được tạo thành từ một hoặc nhiều monome olefin và từ 5% đến 25% trọng lượng chất lỏng ngưng tụ. Quy trình bao gồm bước tạo vùng ướt trong lò phản ứng. Vùng ướt được tạo thành bằng cách duy trì nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng $DPT + 2^{\circ}C$ trong khu vực của lò phản ứng. Khu vực được xác định là khu vực kéo dài từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối. Quy trình bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác vào vùng ướt. Chế phẩm xúc tác có hoạt tính xúc tác lớn hơn 50 tấn/kg. Quy trình bao gồm bước cho chế phẩm xúc tác tiếp xúc với một hoặc nhiều monome của môi trường hóa lỏng trong vùng ướt trong các điều kiện trùng hợp pha khí. Quy trình bao gồm bước tạo các hạt polyme nền olefin có mật độ khối sa lắng lớn hơn $376,4 \text{ kg/m}^3$ ($23,5 \text{ lb/ft}^3$).

Như được sử dụng trong bản mô tả này, "trùng hợp pha khí" (hoặc "các điều kiện trùng hợp pha khí") là giai đoạn môi trường hóa lỏng đang chuyển động đi lên, môi trường hóa lỏng này chứa một hoặc nhiều monome, khi có mặt chế phẩm xúc tác, xuyên suốt tầng sôi chứa các hạt polyme được duy trì trong trạng thái hóa lỏng bởi môi trường hóa lỏng. "Sự hóa lỏng", "được lỏng hóa" hoặc "làm hóa lỏng" là quy trình tiếp xúc 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 hóa lỏng 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 chênh lệch áp suất và lượng gia độ chịu ma sát vượt quá trọng lượng hạt. Do đó, "tầng sôi" là các hạt polyme lơ lửng trong trạng thái hóa lỏng bởi dòng môi trường hóa lỏng. "Môi trường hóa lỏng" là một hoặc nhiều chất khí olefin, có thể là khí mang (như H_2 hoặc N_2) và tùy ý là chất lỏng (như hydrocacbon) chuyển động đi lên xuyên suốt lò phản ứng pha khí.

Lò phản ứng trùng hợp 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, mỗi vùng đều nằm phía trên bộ phận phân phối. Tầng sôi nằm trong vùng phản ứng. Môi trường hóa

lỏng đi qua lò phản ứng trùng hợp pha khí với vận tốc đủ để duy trì tầng chứa các hạt rắn ở trạng thái lơ lửng. Dòng khí chứa monome dạng khí chưa phản ứng được rút liên tục 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.

Theo một phương án, môi trường hóa lỏng bao gồm khí monome của propylen và ít nhất một khí khác như olefin và/hoặc khí mang như hydro hoặc nitơ.

Nhiều thông số vận hành được giám sát và điều khiển trong quá 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 đơn vị thể tích 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 sức khoẻ vận hành của lò phản ứng pha khí. Các thay đổi ngoài dự kiến trong FBD thường chỉ ra rằng 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).

Chế phẩm xúc tác thường được nạp vào từ phần phía dưới của lò phản ứng. Phản ứng xảy ra khi có sự tiếp xúc giữa chế phẩm xúc tác và môi trường hóa lỏng làm sản sinh ra các hạt polyme đang hình thành. Môi trường hóa lỏng chuyển động lên phía trên xuyên suốt tầng sôi, cung cấp môi trường để truyền nhiệt và làm lỏng hóa. Lò phản ứng bao gồm phần mở rộng nằm phía trên phần phản ứng. Trong phần mở rộng, các hạt có vận tốc cuối cao hơn vận tốc của môi trường hóa lỏng rời khỏi dòng môi trường hóa lỏng. Sau khi rời khỏi lò phản ứng, môi trường hóa 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 nó được đưa lại vào phần phản ứng của lò phản ứng. Môi trường hóa 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 đưa vào lò phản ứng pha khí để phản ứng với chế phẩm xúc tác và để tạo thành polyme, hoặc tầng sôi chứa các hạt polyme. Các ví dụ không giới hạn về monome olefin thích hợp bao gồm etylen, propylen, C_{4-20} α -olefin, như α -olefin C_{4-12} như 1 buten, 1-penten, 1 hexen, 4-metyl-1-penten, 1-hepten, 1-octen, 1-dexen, 1-đodexen và tương tự; C_{4-20} diolefin, như 1,3-butadien, 1,3-pentadien, norbornadien, 5-etyliden-2-norbornen (ENB) và đixyclopentadien; các hợp chất thơm C_{8-40} vinyl bao gồm styren, o-, m-, và p-metylstyren, đivinylbenzen, vinylbiphenyl, vinylnaphtalen; và các hợp chất thơm C_{8-40} vinyl được thế halogen như clostyren và

flostyren.

Theo một phương án, và cùng với tham chiếu đến Fig. 1, quy trình sản xuất polyme nền olefin trong lò phản ứng trùng hợp pha khí được đề xuất. Quy trình này bao gồm trùng hợp pha khí quy mô thương mại (A) bao gồm lò phản ứng trùng hợp pha khí 10 có vùng phản ứng 12 và vùng giảm vận tốc 14. Vùng phản ứng 12 bao gồm tầng sôi 102 của các hạt polyme đang hình thành, các hạt polyme đã hình thành và một lượng nhỏ các hạt xúc tác bị lỏng hóa bởi dòng chảy liên tục các thành phần khí có thể trùng hợp và cải biến dưới dạng nguyên liệu mới chế và lưu chất tuần hoàn qua vùng phản ứng 12.

Trùng hợp pha khí (A) còn bao gồm chế phẩm xúc tác, monome olefin (như propylen), (các) comonome (etylen, buten) tùy ý, và các chất phản ứng khác được nạp liên tục vào vùng phản ứng 12, tạo thành các hạt polyme nền olefin (như polyme nền propylen) dưới dạng hạt hoặc dạng bột. Môi trường hóa lỏng đi qua lò phản ứng trùng hợp pha khí 10.

Theo một phương án, môi trường hóa lỏng bao gồm propylen, hydrocacbon (như propan hoặc isopentan), và ít nhất một khí khác, như hydro hoặc nitơ. Theo một phương án khác, môi trường hóa lỏng bao gồm từ 75% đến 95% trọng lượng là propylen, từ 5%, đến 10%, hoặc 15%, hoặc 20%, hoặc 25% trọng lượng là hydrocacbon (như propan), khí hydro hoặc khí nitơ, hoặc cả khí hydro và nitơ. Propan tạo thành chất lỏng ngưng tụ của môi trường hóa lỏng. Môi trường hóa lỏng có nhiệt độ điểm sương. Thuật ngữ "điểm sương" như sử dụng trong bản mô tả này, là nhiệt độ (tại áp suất đã cho) mà tại đó hydrocacbon bắt đầu ngưng tụ từ môi trường hóa lỏng. Nhiệt độ mà tại đó chất lỏng ngưng bắt đầu hình thành trong môi trường hóa lỏng bị ảnh hưởng bởi áp suất riêng phần của từng khí tạo thành môi trường hóa lỏng.

Chất xúc tác sử dụng tại tầng sôi có thể được nạp vào trong lò phản ứng 10 dưới dạng hạt rắn, huyền phù đặc hoặc dạng lỏng. Ví dụ, chất xúc tác rắn có thể được lưu trữ tại bể 16, được bao phủ bởi một lớp khí trơ và được đưa vào vùng phản ứng 12 tại điểm 42. Các hạt sản phẩm polyme được đưa ra theo từng đợt tại điểm 44 và đi vào bể đầu ra sản phẩm 46 qua van 48.

Phần môi trường hóa lỏng không phản ứng trong tầng sôi 102 tạo thành lưu chất tuần hoàn bị đưa ra khỏi khu vực trùng hợp, bằng cách chuyển nó vào vùng giảm vận tốc 14 phía trên vùng phản ứng 12, trong đó các hạt bị cuốn theo được cho

một cơ hội rơi trở lại vào tầng sôi đậm đặc.

Các chất phản ứng trong pha khí được tuần hoàn liên tục từ vùng phản ứng 12, qua vùng giảm vận tốc 14, qua máy nén 30 và bộ trao đổi nhiệt và quay trở lại qua tầng sôi. Nhiệt độ của tầng sôi 102 được kiểm soát tại nhiệt độ gần như không đổi, hoặc tại nhiệt độ không đổi, dưới điều kiện trạng thái ổn định bằng cách liên tục làm giảm nhiệt phản ứng bằng dòng khí tuần hoàn. Dòng khí tuần hoàn cũng giúp làm lỏng hóa tầng sôi để có thể trộn ngược tốt. Dòng khí tuần hoàn cũng cung cấp các chất phản ứng tới các vị trí phản ứng.

Lưu chất mới chế được cấp cho đường tuần hoàn 22, ví dụ, tại điểm 18. Thành phần của dòng mới chế (như monome mới, ví dụ như propylen) được xác định bởi bộ phân tích khí 21. Bộ phân tích khí 21 xác định thành phần của dòng tuần hoàn và thành phần của dòng mới chế được điều chỉnh theo đó để duy trì thành phần khí ở trạng thái ổn định trong vùng phản ứng 12.

Môi trường hóa lỏng được tạo từ monome mới chế và lưu chất tuần hoàn. Lưu chất tuần hoàn chứa chất lỏng ngưng tụ. Môi trường hóa lỏng được cho hồi lưu qua đường tuần hoàn 22 về lò phản ứng 10 tại điểm 26 dưới tầng sôi 102. Bộ phận phân phối khí 28 được đặt trên điểm 26 để hỗ trợ lỏng hóa tầng sôi 102. Khi đi xuyên suốt tầng sôi 102, môi trường hóa lỏng (và cụ thể là chất lỏng ngưng tụ của lưu chất tuần hoàn) hấp thụ nhiệt phản ứng tạo bởi phản ứng trùng hợp. Sự hấp thụ nhiệt phản ứng khiến cho nhiệt độ môi trường hóa lỏng tăng lên và dẫn đến sự hóa hơi của các thành phần dung dịch của lưu chất tuần hoàn.

Lưu chất tuần hoàn sau đó được nén lại trong máy nén 30 và sau đó được cho đi qua khu vực trao đổi nhiệt trong đó nhiệt phản ứng được làm giảm trước khi hồi lưu về vùng phản ứng 12.

Quy trình này bao gồm việc tạo vùng ướt trong lò phản ứng. Vùng ướt được tạo thành (i) bằng cách duy trì nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng $DPT + 2^{\circ}C$ (ii) trong khu vực của lò phản ứng. Khu vực được xác định là khu vực kéo dài từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối (sau đây được gọi là "khu vực"). Nói cách khác, "khu vực" của vùng ướt có thể được coi là thể tích có dạng hình trụ được xác định theo bề mặt bên trong lò phản ứng và kéo dài từ bộ phận phân phối (0 mét) đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối. Khu vực của vùng ướt được minh họa là khu vực C trong Fig. 1.

Quy trình bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác vào trong vùng ướt. Chế phẩm xúc tác có hoạt tính xúc tác lớn hơn 50 tấn/kg. Chế phẩm xúc tác được đưa vào vùng ướt tại điểm bơm 42. Khoảng cách (B) trong Fig. 1 thể hiện khoảng cách, hoặc chiều dài giữa bộ phận phân phối khí 28 và điểm bơm 42. Khoảng cách (B) trong Fig. 1 có chiều dài bằng 0 mét (m) (tại bộ phận phân phối, hoặc lớn hơn 0 mét, hoặc 0,5 m, hoặc 1,0 m, hoặc 1,5 m, đến 2,0 m, hoặc 2,5 m. Theo một phương án, khoảng cách (B) là từ 0,5 m đến nhỏ hơn hoặc bằng 2,5 m. Theo một phương án khác, điểm bơm đặt tại 2,0 m phía trên bộ phận phân phối.

Chế phẩm xúc tác là "chất xúc tác hoạt tính cao" (hay "chất xúc tác HAC") và có hoạt tính xúc tác lớn hơn 50 tấn/kg. Hoạt tính xúc tác được đo bằng cân bằng khối lượng. Theo một phương án, chế phẩm xúc tác có hoạt tính xúc tác từ lớn hơn 50 tấn/kg đến 70 tấn/kg.

Quy trình bao gồm bước cho chế phẩm xúc tác tiếp xúc với một hoặc nhiều monome olefin (như propylen) có trong môi trường hóa lỏng. Bước tiếp xúc xảy ra trong vùng ướt. Việc tiếp xúc xảy ra trong các điều kiện trùng hợp pha khí và tạo ra các hạt polyme nền olefin (như nền propylen). Trùng hợp tiếp tục khi môi trường hóa lỏng mang các hạt polyme nền olefin đang hình thành chuyển động lên phía trên và ra khỏi vùng ướt.

Chúng ta đã biết mối quan hệ ngược lại giữa hoạt tính xúc tác đối với các chất xúc tác HAC và mật độ khối sa lắng của hạt. Khi hoạt tính xúc tác tăng, nhiệt phản ứng và tốc độ trùng hợp cũng tăng. Ứng suất được truyền bởi chất xúc tác HAC sẽ khiến cho các hạt polyme đang hình thành bị nổ, vỡ và nứt. Kết quả là tạo nên tầng sôi với các hạt cực nhỏ, có hình dáng không đều, kích cỡ hạt không đồng nhất - mỗi nhân tố này sẽ làm thu nhỏ (tức là làm giảm) mật độ khối sa lắng. Vì vậy, khi hoạt tính xúc tác tăng, mật độ khối sa lắng sẽ giảm.

Quy trình này bao gồm bước tạo vùng ướt bao gồm duy trì nhiệt độ trong khu vực ở nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn nhiệt độ điểm sương (DPT) cộng 2°C. Trần nhiệt độ này được gọi là "nhỏ hơn hoặc bằng DPT + 2°C" hoặc đơn giản là "DPT + 2°C". Ví dụ, nếu DPT của môi trường hóa lỏng là 68°C, thì quy trình bao gồm việc duy trì nhiệt độ trong vùng ướt bằng nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 70°C (68°C (DPT) + 2°C = 70°C). Trần nhiệt độ DPT + 2°C được duy trì trong vùng ướt trong khi xảy ra tiếp xúc giữa chế phẩm xúc tác HAC và (các) monome olefin. Nói cách khác, quy trình

bao gồm việc duy trì nhiệt độ lò phản ứng trong vùng ướt nhỏ hơn hoặc bằng DPT + 2°C khi chế phẩm xúc tác HAC được bơm vào vùng ướt và khi chế phẩm xúc tác HAC tiếp xúc với (các) monome olefin, khởi tạo quá trình trùng hợp.

Đạt được nhiệt độ trần DPT + 2°C bằng cách (i) điều chỉnh điểm đặt nhiệt độ tăng, (ii) điều chỉnh mức ngưng tụ, (iii) điều chỉnh các tiêu chí tăng sôi-trừ-điểm sương (bed-minus-dew) hoặc "tăng sôi-điểm sương" ("bed-dew"), và (iv) sự kết hợp bất kỳ của (i)-(iii). Vùng ướt vẫn được giữ lạnh trong quá trình bơm chế phẩm xúc tác HAC do có mặt chất lỏng ngưng tụ. Biên dạng nhiệt độ trong vùng ướt được xác định bằng sự cân bằng giữa nhiệt của quá trình trùng hợp và ẩn nhiệt trong quá trình bay hơi chất lỏng ngưng tụ. Phía trên vùng ướt, biên dạng nhiệt độ được đặc trưng bởi sự tăng nhanh nhiệt độ cùng với nhiệt tăng lên phía trên bộ phận phân phối và bị chi phối bởi sự cân bằng giữa nhiệt của quá trình trùng hợp và nhiệt của khí làm lỏng.

Quy trình còn bao gồm bước tạo ra các hạt polyme nền olefin có mật độ khối sa lắng ("SBD") lớn hơn 376,4 kg/m³ (23,5 lb/ft³). Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo các hạt polyme nền olefin có SBD lớn hơn 376,4 kg/m³ (23,5 lb/ft³), hoặc 384,4 kg/m³ (24,0 lb/ft³) hoặc 400,5 kg/m³ (25,0 lb/ft³) hoặc 416,5 kg/m³ (26,0 lb/ft³) đến 432,5 kg/m³ (27,0 lb/ft³) hoặc 448,5 kg/m³ (28,0 lb/ft³), hoặc 464,5 kg/m³ (29,0 lb/ft³), hoặc 480,6 kg/m³ (30,0 lb/ft³).

Quy trình theo sáng chế cải thiện (tức là tăng) một cách có lợi SBD của tăng sôi được tạo bằng phương pháp trùng hợp pha khí sử dụng chế phẩm xúc tác HAC. Các hạt polyme có SBD tăng lên (lớn hơn) được kỳ vọng bởi vì việc tăng SBD có khả năng làm cho mức tiêu thụ tăng lên và tăng năng suất xúc tác tăng lên trong lò phản ứng trùng hợp. Mức tiêu thụ của các thiết bị tại hạ nguồn của lò phản ứng cũng được quyết định bởi mật độ khối sa lắng. Các thiết bị này bao gồm hệ thống lấy sản phẩm ra, thùng làm sạch sản phẩm, bộ phận tiếp liệu xoay. SBD cao hơn sẽ làm giảm lượng monome không phản ứng mà sản phẩm polyme mang. Việc tăng SBD cũng làm cải thiện việc lấy sản phẩm ra khỏi lò phản ứng và tăng thời gian lưu trong thùng làm sạch sản phẩm. Cả hai hiệu ứng này sẽ làm sản sinh ra các hợp chất hữu cơ ít bay hơi hơn (volatile organic compound, VOC) và các oligomer trong sản phẩm polyme cuối cùng.

Chủ đơn đã phát hiện rằng (1) bước hình thành vùng ướt, (2) bước bơm chế phẩm xúc tác HAC vào trong vùng ướt, và (3) bước duy trì nhiệt độ vùng ướt tại hoặc dưới DPT + 2°C đã cải thiện hình thái hạt polyme ngoài dự kiến. Hình thái hạt

nhất quán hơn, thể hiện sự đồng nhất trong kích cỡ hạt và sự đồng nhất trong hình dạng hạt, ít bị vỡ, nứt và nổ hơn. Không bị hạn chế bởi học thuyết cụ thể nào, người ta cho rằng việc cung cấp các thông số (1)-(3) giúp hấp thụ nhiều ẩn nhiệt của phản ứng hơn trong các hệ thống trùng hợp pha khí thông thường bằng cách sử dụng chế phẩm xúc tác HAC. Việc hấp thụ nhiệt làm giảm cường độ phản ứng lên hạt polyme đang hình thành. Việc giảm cường độ phản ứng sẽ làm giảm đứt gãy và nứt vỡ đối với hạt polyme đang hình thành và tương ứng làm tăng kích cỡ hạt trung bình của các hạt được tạo ra trong vùng ướt. Việc tăng kích cỡ hạt trung bình sẽ làm tăng SBD.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác HAC vào trong vùng ướt, ở độ cao mà tại đó nhiệt độ là từ 60°C, hoặc 62°C, hoặc 64°C, hoặc 66°C, 68°C, hoặc 70°C, hoặc 72°C, đến 74°C, hoặc 76°C, hoặc 77°C. Nói cách khác, nhiệt độ tại điểm bơm 42 là từ 60°C đến 77°C.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác trong vào vùng ướt khi DPT là từ 60°C, hoặc 62°C, hoặc 64°C, hoặc 66°C, 68°C, hoặc 70°C, hoặc 72°C, đến 74°C, hoặc thấp hơn 75°C.

Theo một phương án, môi trường hóa lỏng bao gồm từ 75% trọng lượng đến 95% trọng lượng là monome của propylen và từ 5% trọng lượng đến 25% trọng lượng là pha lỏng ngưng tụ. Quy trình bao gồm việc tạo ra các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa lắng từ 376,4 kg/m³ (23,5 lb/ft³) đến 432,5 kg/m³ (27 lb/ft³).

Theo một phương án, môi trường hóa lỏng bao gồm từ 75% trọng lượng đến 95% trọng lượng là monome của propylen và từ 5% trọng lượng đến 25% trọng lượng là propan lỏng ngưng tụ. Quy trình bao gồm việc tạo các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa lắng bằng từ 384,4 kg/m³ (24,0 lb/ft³) đến 480,6 kg/m³ (30 lb/ft³).

Theo một phương án, môi trường hóa lỏng bao gồm từ 75% trọng lượng đến 95% trọng lượng là monome của propylen và từ 5% trọng lượng đến 25% trọng lượng là propan lỏng ngưng tụ. Chế phẩm xúc tác HAC là chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta có chất cho điện tử bên trong được cấu tạo từ dieste thơm phenylen được thể (chất xúc tác ZN-SPAD). Quy trình bao gồm bước cho chất xúc tác ZN-SPAD tiếp xúc với propylen và tạo ra các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa

lắng lớn hơn $400,5 \text{ kg/m}^3$ ($25,0 \text{ lb/ft}^3$). Theo một phương án, quy trình bao gồm bước tạo các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa lắng lớn hơn $400,5 \text{ kg/m}^3$ ($25,0 \text{ lb/ft}^3$) đến $448,5 \text{ kg/m}^3$ (28 lb/ft^3).

Chế phẩm xúc tác ZN-SPAD là chế phẩm xúc tác HAC và bao gồm chất cho điện tử bên trong bao gồm dieste thơm phenylen được thế. Chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta bao gồm chế phẩm tiền chất xúc tác, và có thể tùy ý bao gồm chất đồng xúc tác, chất cho điện tử bên ngoài, và chất hạn chế hoạt tính. Chế phẩm tiền chất xúc tác bao gồm tổ hợp của gốc magie, gốc titan và chất cho điện tử bên trong. Chất cho điện tử bên trong bao gồm dieste thơm phenylen được thế (hoặc "SPAD").

Chế phẩm tiền chất xúc tác được tạo ra bằng cách halogen hóa/titanat hóa tiền chất tiền chất xúc khi có mặt chất cho điện tử bên trong. Như được sử dụng trong bản mô tả này, "chất cho điện tử bên trong" là hợp chất được thêm vào hoặc nếu không thì được tạo trong suốt quá trình hình thành chế phẩm tiền chất xúc tác, hợp chất này cho ít nhất một cặp điện tử cho một hoặc nhiều kim loại có mặt trong chế phẩm tiền chất xúc tác thu được. Chất cho điện tử bên trong là dieste thơm phenylen được thế. Không bị hạn chế bởi bất kỳ học thuyết cụ thể nào, người ta tin rằng trong quá trình halogen hóa và titanat hóa, chất cho điện tử bên trong (1) điều chỉnh việc tạo ra các vị trí hoạt hóa (2) điều chỉnh vị trí của titan trên giá thể nền magie và do đó làm tăng cường tính chọn lọc lập thể của chất xúc tác, (3) đẩy mạnh việc chuyển hóa các gốc magie và titan thành các halogenua tương ứng và (4) điều chỉnh kích cỡ tinh thể của giá thể magie halogenua trong quá trình chuyển hóa. Do đó, việc cung cấp chất cho điện tử bên trong sẽ tạo ra chế phẩm tiền chất xúc tác có tính chọn lọc lập thể được tăng cường.

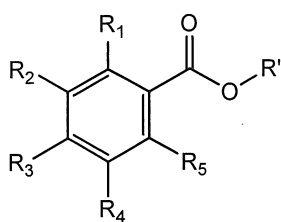
Tiền chất tiền chất xúc có thể là hợp chất có gốc magie (MagMo), hợp chất magie và titan hỗn hợp (MagTi), hoặc hợp chất magie clorua chứa benzoat (BenMag). Theo một phương án, tiền chất tiền chất xúc là tiền chất có gốc magie ("MagMo"). "Tiền chất MagMo" chứa magie là thành phần kim loại duy nhất. Tiền chất MagMo bao gồm gốc magie. Các ví dụ không giới hạn về gốc magie thích hợp bao gồm magie clorua khan và/hoặc sản phẩm cộng rượu của nó, magie alkoxit hoặc aryloxit, magie halogenua alkoxy hỗn hợp, và/hoặc magie dialkoxit hoặc aryloxit cacbonat. Theo một phương án, tiền chất MagMo là magie đi (C_{1-4})alkoxit. Theo một phương án khác, tiền chất MagMo là dietoxymagie.

Theo một phương án, tiền chất tiền chất xúc là hợp chất magie/titan hỗn hợp

("MagTi"). "Tiền chất 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 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.

Theo một phương án, tiền chất tiền chất xúc là magie clorua chứa benzoat. Trong bản mô tả này, "magie clorua chứa benzoat" ("BenMag") là tiền chất xúc tác magie clorua (tức là tiền chất tiền chất xúc được halogen hóa) chứa chất cho điện tử bên trong benzoat. Chất BenMag cũng có thể bao gồm gốc titan, như titan halogenua. Chất cho bên trong benzoat không bền và có thể bị thay thế bằng các chất cho điện tử khác trong quá trình tổng hợp tiền chất xúc tác. Các ví dụ không giới hạn về các nhóm benzoat thích hợp bao gồm etyl benzoat, metyl benzoat, etyl p-metoxybenzoat, metyl p-etoxibenzoat, etyl p-etoxibenzoat, etyl p-clobenzoat. Theo một phương án, nhóm benzoat là etyl benzoat. Các ví dụ không giới hạn về các tiền chất tiền chất xúc BenMag bao gồm các chất xúc tác có tên thương mại SHACTM 103 và SHACTM 310 có bán tại Công ty The Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

Theo một phương án, tiền chất tiền chất xúc BenMag là sản phẩm halogen hóa của tiền chất tiền chất xúc bất kỳ (tức là tiền chất MagMo hoặc MagTi) khi có mặt hợp chất benzoat có cấu trúc (I)



(I)

trong đó $R_1 - R_5$ là H, $C_1 - C_{20}$ hydrocarbyl có thể bao gồm các nguyên tử khác loại bao gồm F, Cl, Br, I, O, S, N, P, và Si, và R' là nhóm $C_1 - C_{20}$ hydrocarbyl tùy ý chứa (các) nguyên tử khác loại bao gồm F, Cl, Br, I, O, S, N, P, và Si. Tốt nhất là, $R_1 - R_5$ được chọn từ H và $C_1 - C_{20}$ alkyl và R' được chọn từ alkoxyalkyl và $C_1 - C_{20}$ alkyl.

Halogen hóa/titanat hóa tiền chất tiền chất xúc khi có mặt chất cho điện tử bên trong sẽ tạo ra chế phẩm tiền chất xúc tác bao gồm tổ hợp gốc magie, gốc titan và chất cho điện tử bên trong (dieste thơm phenylen được thế). Theo một phương án,

gốc magie và titan là các halogenua tương ứng, như magie clorua và titan clorua. Không bị hạn chế bởi học thuyết cụ thể nào, người ta cho rằng magie halogenua là giá thể mang mang titan halogenua và là giá thể mang mà chất cho điện tử bên trong gắn vào đó.

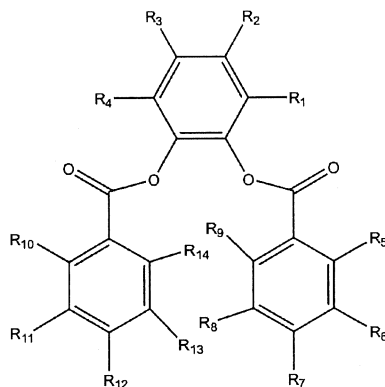
Chế phẩm tiền chất xúc tác thu được có hàm lượng titan nằm trong khoảng từ 1,0 phần trăm trọng lượng đến khoảng 6,0 phần trăm trọng lượng, trên tổng trọng lượng chế phẩm tiền chất xúc tác hoặc từ khoảng 1,0 phần trăm trọng lượng đến khoảng 5,5 phần trăm trọng lượng, hoặc từ khoảng 2,0 phần trăm trọng lượng đến khoảng 5,0 phần trăm trọng lượng. Tỷ lệ trọng lượng của titan trên magie trong chế phẩm tiền chất xúc tác rắn thích hợp nằm trong khoảng từ 1:3 đến khoảng 1:160, hoặc nằm trong khoảng 1:4 đến khoảng 1:50, hoặc nằm trong khoảng 1:6 đến 1:30. Chất cho điện tử bên trong có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến khoảng 20,0% trọng lượng, hoặc từ khoảng 1,0% đến khoảng 15% trọng lượng. Dieste thiom phenylen được thể có mặt trong chế phẩm tiền chất xúc tác theo tỷ lệ số mol của chất cho điện tử bên trong trên magie là nằm trong khoảng 0,005:1 đến khoảng 1:1, hoặc nằm trong khoảng 0,01:1 đến khoảng 0,4:1. Phần trăm trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm tiền chất xúc tác.

Hàm lượng etoxit trong chế phẩm tiền chất xúc tác thể hiện sự chuyển hóa trọn vẹn của tiền chất etoxit kim loại thành halogenua kim loại. Dieste thiom phenylen được thể thúc đẩy chuyển hóa etoxit thành halogenua trong quá trình halogen hóa. Theo một phương án, chế phẩm tiền chất xúc tác chứa từ khoảng 0,01% đến khoảng 1,0% trọng lượng, hoặc từ khoảng 0,05% đến khoảng 0,5% trọng lượng là etoxit. Phần trăm trọng lượng dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm tiền chất xúc tác.

Theo một phương án, chất cho điện tử bên trong là chất cho điện tử bên trong hỗn hợp. Như được sử dụng trong bản mô tả này, "chất cho điện tử bên trong hỗn hợp" là (i) dieste thiom phenylen được thể, (ii) thành phần chất cho điện tử cho một cặp điện tử cho một hoặc nhiều kim loại có trong chế phẩm tiền chất xúc tác được tạo ra, và (iii) có thể là các thành phần khác. Theo một phương án, thành phần chất cho điện tử là benzoat, như etyl benzoat và/hoặc metoxypropan-2-yl benzoat. Có thể sản xuất chế phẩm tiền chất xúc tác với chất cho điện tử bên trong hỗn hợp bằng quy trình sản xuất tiền chất xúc tác đã công bố trước đây.

Chất cho điện tử bên trong bao gồm dieste thơm phenylen được thế và tùy ý có thể bao gồm thành phần chất cho điện tử. 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, chất cho điện tử bên trong là dieste thơm 1,2-phenylen được thế với cấu trúc (II) bên dưới:

(II)



trong đó R_1 - R_{14} giống nhau hoặc khác nhau. Mỗi R_1 - R_{14} được chọn từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng. Ít nhất một trong số R_1 - R_{14} không phải là hydro.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "hydrocarbyl" và "hydrocarbon" chỉ các nhóm thế chỉ chứa nguyên tử hydro và nguyên tử cacbon, bao gồm các loại mạch phân nhánh hoặc không phân nhánh, no hoặc không no, vòng, nhiều vòng, ngưng tụ, hoặc các loại không vòng, và tổ hợp của chúng. Các ví dụ không giới hạn về nhóm hydrocarbyl bao gồm các nhóm alkyl-, xycloalkyl-, alkenyl-, alkadienyl-, xycloalkenyl-, xycloalkadienyl-, aryl-, aralkyl, alkylaryl, và alkynyl-.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "hydrocarbyl được thế" và "hydrocarbon được thế" dùng để chỉ nhóm hydrocarbyl được thế bằng một hoặc nhiều nhóm thế không phải hydrocarbyl. Ví dụ không giới hạn về nhóm thế không phải hydrocarbyl là nguyên tử khác loại. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "nguyên tử khác loại" dùng để chỉ nguyên tử không phải là cacbon hoặc hydro. Nguyên tử khác loại có thể là nguyên tử không phải 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 thế còn bao

gồm nhóm halohydrocarbyl và nhóm hydrocarbyl chứa silic. Trong bản mô tả này thuật ngữ "halohydrocarbyl" dùng để chỉ nhóm hydrocarbyl được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen. Trong bản mô tả này thuật ngữ "nhóm hydrocarbyl chứa silic" dùng để chỉ nhóm hydrocarbyl được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử silic. (Các) nguyên tử silic có thể ở hoặc không ở trong chuỗi cacbon.

Theo một phương án, ít nhất một (hoặc hai, hoặc ba, hoặc bốn) nhóm R trong số R_1 - R_4 được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng. Mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, ít nhất một (hoặc một vài, hoặc toàn bộ) nhóm R trong số R_5 - R_{14} được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng. Theo một phương án khác, ít nhất một trong số R_5 - R_9 và ít nhất một trong số R_{10} - R_{14} được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, ít nhất một trong số R_1 - R_4 và ít nhất một trong số R_5 - R_{14} được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng. Theo một phương án khác, ít nhất một trong số R_1 - R_4 , ít nhất một trong số R_5 - R_9 và ít nhất một trong số R_{10} - R_{14} được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nguyên tử khác loại và tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, các nhóm R liên tiếp bất kỳ trong số R_1 - R_4 , và/hoặc các nhóm R liên tiếp bất kỳ trong R_5 - R_9 , và/hoặc các nhóm R liên tiếp bất kỳ trong R_{10} - R_{14} có thể được liên kết với nhau để tạo cấu trúc liên vòng hoặc nội vòng. Cấu trúc liên vòng/nội vòng có thể thơm hoặc không thơm. Theo một phương án, cấu trúc liên vòng/nội vòng là vòng C_5 hoặc C_6 .

Theo một phương án, ít nhất một trong số R_1 - R_4 được chọn từ nhóm

hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và tổ hợp của chúng. Tùy ý, ít nhất một trong số R_5 - R_{14} có thể là nguyên tử halogen hoặc nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Tùy ý, R_1 - R_4 , và/hoặc R_5 - R_9 , và/hoặc R_{10} - R_{14} có thể được liên kết với nhau để tạo cấu trúc liên vòng hoặc nội vòng. Cấu trúc liên vòng và/hoặc cấu trúc nội vòng có thể thơm hoặc không thơm.

Theo một phương án, các nhóm R liên tiếp bất kỳ trong số R_1 - R_4 , và/hoặc trong R_5 - R_9 , và/hoặc trong R_{10} - R_{14} , có thể là thành phần của vòng C_5 - C_6 .

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 , R_3 và R_4 là hydro. R_2 được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và tổ hợp của chúng. R_5 - R_{14} giống nhau hoặc khác nhau và mỗi R_5 - R_{14} được chọn từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, halogen và tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 là methyl, và mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 là ethyl, và mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 là t-butyl, và mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 là etoxycarbonyl, và mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 , R_3 và R_4 là hydro và R_1 được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và tổ hợp của chúng. R_5 - R_{14} giống nhau hoặc khác nhau và được chọn từ hydro, nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, halogen và tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là methyl, và mỗi R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_2 và R_4 là hydro và R_1 và R_3 giống nhau hoặc khác nhau. Mỗi R_1 và R_3 được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và tổ hợp của chúng. R_5 - R_{14} giống nhau hoặc khác nhau và mỗi R_5 - R_{14} được chọn từ nhóm hydrocarbyl được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocarbyl không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử

cacbon, halogen và tổ hợp của chúng.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 và R_3 giống nhau hoặc khác nhau. Mỗi R_1 và R_3 được chọn từ nhóm C_1 - C_8 alkyl, nhóm C_3 - C_6 xycloalkyl, hoặc nhóm C_3 - C_6 xycloalkyl được thế. R_5 - R_{14} giống nhau hoặc khác nhau và mỗi R_5 - R_{14} được chọn từ hydro, nhóm C_1 - C_8 alkyl, và halogen. Các ví dụ không giới hạn về nhóm C_1 - C_8 alkyl thích hợp bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, i-butyl, t-butyl, n-pentyl, i-pentyl, neopentyl, t-pentyl, n-hexyl, và nhóm 2,4,4-trimetylpentan-2-yl. Các ví dụ không giới hạn về nhóm C_3 - C_6 xycloalkyl bao gồm các nhóm xyclopentyl và xyclohexyl. Theo một phương án khác, ít nhất một trong số R_5 - R_{14} là nhóm alkyl C_1 - C_6 hoặc halogen.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 , R_4 và R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 và R_3 là nhóm isopropyl. Mỗi R_2 , R_4 và R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm mỗi R_1 , R_5 , và R_{10} là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_6 - R_9 và R_{11} - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm mỗi R_1 , R_7 , và R_{12} là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

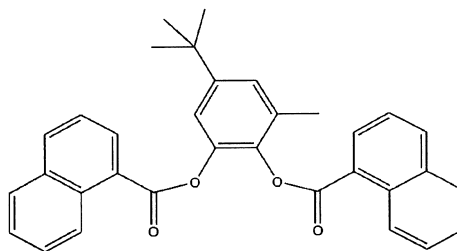
Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm etyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm mỗi R_1 , R_5 , R_7 , R_9 , R_{10} , R_{12} , và R_{14} là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_6 , R_8 , R_{11} , và R_{13} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_5 , R_7 , R_9 , R_{10} , R_{12} , và R_{14} là nhóm i-propyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_6 , R_8 , R_{11} , và R_{13} là hydro.

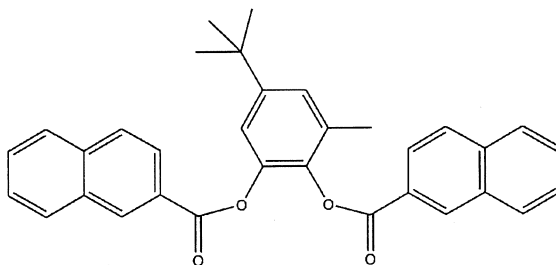
Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thế có cấu trúc (III) bao gồm R_1 là nhóm metyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 và R_4 là hydro. R_8 và R_9 là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 1-naphtoyl. R_{13} và R_{14} là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 1-naphtoyl khác. Cấu trúc (III) được thể hiện bên dưới.

(III)



Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thể có cấu trúc (IV) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 và R_4 là hydro. R_6 và R_7 là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 2-naphtoyl. R_{12} và R_{13} là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 2-naphtoyl. Cấu trúc (IV) được thể hiện bên dưới.

(IV)



Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm etoxy. Mỗi $R_2, R_4, R_5, R_6, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{13}$, và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nguyên tử flo. Mỗi $R_2, R_4, R_5, R_6, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{13}$, và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nguyên tử clo. Mỗi $R_2, R_4, R_5, R_6, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{13}$, và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nguyên tử brom. Mỗi $R_2, R_4, R_5, R_6, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{13}$, và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nguyên tử iot. Mỗi $R_2, R_4, R_5, R_6, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{13}$, và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm

t-butyl. Mỗi R_6 , R_7 , R_{11} , và R_{12} là nguyên tử clo. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_6 , R_8 , R_{11} , và R_{13} là nguyên tử clo. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_7 , R_9 , R_{10} , R_{12} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_2 , R_4 , và R_5 - R_{14} là nguyên tử flo.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm triflometyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm etoxycarbonyl. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm etoxy. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

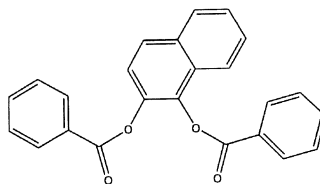
Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm t-butyl. Mỗi R_7 và R_{12} là nhóm diethylamino. Mỗi R_2 , R_4 , R_5 , R_6 , R_8 , R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{13} , và R_{14} là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 là nhóm methyl, và R_3 là nhóm 2,4,4-trimethylpentan-2-yl. Mỗi R_2 , R_4 và R_5 - R_{14} là hydro.

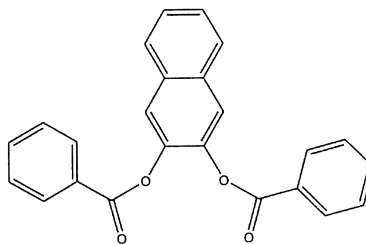
Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R_1 và R_3 là nhóm sec-butyl. Mỗi R_2 , R_4 và R_5 - R_{14} là hydro.

Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thể có cấu trúc (V) trong đó R_1 và R_2 là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 1,2-naphtalen. Mỗi R_5 - R_{14} là hydro. Cấu trúc (V) được thể hiện bên dưới.

(V)



Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thể có cấu trúc (VI) trong đó R_2 và R_3 là thành phần của vòng C_6 để tạo gốc 2,3-naphtalen. Mỗi R_5 - R_{14} là hydro. Cấu trúc (VI) được thể hiện bên dưới.



Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R₁ và R₄ đều là nhóm metyl. Mỗi R₂, R₃, R₅-R₉ và R₁₀-R₁₄ là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R₁ là nhóm metyl. R₄ là nhóm i-propyl. Mỗi R₂, R₃, R₅-R₉ và R₁₀-R₁₄ là hydro.

Theo một phương án, cấu trúc (II) bao gồm R₁, R₃ và R₄ đều là nhóm i-propyl. Mỗi R₂, R₅-R₉ và R₁₀-R₁₄ đều là hydro.

Các ví dụ không giới hạn về SPAD thích hợp cho chất cho điện tử bên trong được đưa ra trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Hợp chất	Cấu trúc	¹ H NMR (500 MHz, CDCl ₃ , ppm)
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen dibenzoat (IED2)		δ 8,08 (dd, 2H), 8,03 (dd, 2H), 7,53 (tt, 1H), 7,50 (tt, 1H), 7,38 (t, 2H), 7,34 (t, 2H), 7,21 (d, 1H), 7,19 (d, 1H), 2,28 (s, 3H), 1,34 (s, 9H).
3,5-diisopropyl-1,2-phenylen dibenzoat (IED3)		δ 8,08 (dd, 2H), 7,00 (dd, 2H), 7,53 (tt, 1H), 7,48 (tt, 1H), 7,39 (t, 2H), 7,31 (t, 2H), 7,11 (d, 1H), 7,09 (d, 1H), 3,11 (heptat, 1H), 2,96 (heptat, 1H), 1,30 (d, 6H), 1,26 (d, 6H).
3,6-dimetyl-1,2-phenylen dibenzoat (IED4)		δ 8,08 (d, 2H), 7,51 (t, 1H), 7,34 (d, 2H), 7,11 (s, 2H), 2,23 (s, 6H).

4-t-butyl-1,2-phenylen đibenzoat (IED5)		δ 8,07 (dd, 4H), 7,54 (m, 2H), 7,30-7,40 (m, 7H), 1,37 (s, 9H).
4-metyl 1,2-phenylen đibenzoat (IED6)		δ (ppm) 8,07 (d, 4H), 7,54 (t, 2H), 7,37 (t, 4H), 7,27 (d, 1H), 7,21 (s, 1H), 7,15 (d, 1H), 2,42 (s, 3H).
1,2-naphtalen dibenzoat (IED7)		δ 8,21-8,24 (m, 2H), 8,08-8,12 (m, 2H), 7,90-7,96 (m, 2H), 7,86 (d, 1H), 7,60 (m, 1H), 7,50-7,55 (m, 4H), 7,46 (t, 2H), 7,37 (t, 2H).
2,3-naphtalen dibenzoat (IED8)		8,08-8,12 (m, 4H), 7,86-7,90 (m, 4H), 7,51-7,58 (m, 4H), 7,38 (t, 4H)
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-metylbenzoat) (IED9)		δ (ppm) 7,98 (d, 2H), 7,93 (d, 2H), 7,18 (d, 4H), 7,15 (d, 2H), 2,38 (s, 3H), 2,36 (s, 3H), 2,26 (s, 3H), 1,35 (s, 9H).
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(2,4,6-trimetylbenzoat) (IED10)		δ (ppm) 7,25 (s, 1H), 7,21 (s, 1H), 6,81 (d, 4H), 2,36 (s, 3H), 2,30 (d, 6H), 2,25 (s, 6H), 2,23 (s, 6H), 1,36 (s, 9H).
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-flobenzoat) (IED11)		δ 7,98 (dd, 4H), 7,36 (dd, 4H), 7,21 (s, 1H), 7,17 (s, 1H), 2,26 (s, 3H), 1,34 (s, 9H).
3-metyl-5-tert-butyl-1,2-phenylen đi(4-clobenzoat) (IED12)		δ 7,98 (dd, 4H), 7,36 (dd, 4H), 7,21 (s, 1H), 7,17 (s, 1H), 2,26 (s, 3H), 1,34 (s, 9H).

* so sánh

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

phenylen đibenzoat.

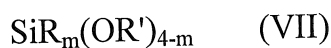
Theo một phương án, chế phẩm xúc tác chứa chất đồng xúc tác. Như được sử dụng trong bản mô tả này, "chất đồng xúc tác" là cơ chất có khả năng chuyển hóa tiền chất xúc tác thành chất xúc tác trùng hợp hoạt tính. Chất đồng xúc tác có thể bao gồm hydrua, alkyl hoặc aryl của nhôm, lithi, kẽm, thiếc, cadimi, beryli, magie, và tổ hợp của chúng. Theo một phương án, chất đồng xúc tác là hợp chất nhôm hydrocarbyl được biểu diễn bằng công thức R_nAlX_{3-n} trong đó $n = 1, 2$, hoặc 3 , R là alkyl, và X là halogenua hoặc alkoxit. Các ví dụ không giới hạn về chất đồng xúc tác thích hợp bao gồm trimethylaluminum, triethylaluminum, triisobutylaluminum, và tri-n-hexylaluminum.

Theo một phương án, chất đồng xúc tác là triethylaluminum. Tỷ lệ số mol của nhôm trên titan nằm trong khoảng từ 5:1 đến khoảng 500:1, hoặc từ khoảng 10:1 đến khoảng 200:1, hoặc từ khoảng 15:1 đến khoảng 50:1, hoặc từ khoảng 20:1 đến khoảng 100:1, hoặc từ khoảng 30:1 đến khoảng 60:1. Theo một phương án khác, tỷ lệ số mol của nhôm trên titan là khoảng 35:1.

Theo một phương án, chế phẩm xúc tác này chứa chất cho điện tử bên ngoài. Như được sử dụng trong bản mô tả này, "chất cho điện tử bên ngoài" (hoặc "EED") là hợp chất được bổ sung không phụ thuộc vào việc hình thành tiền chất xúc tác và bao gồm ít nhất một nhóm chức có khả năng cho một cặp điện tử cho nguyên tử kim loại. "Chất cho điện tử bên ngoài hỗn hợp" (hoặc "MEED") là hỗn hợp của ít nhất hai chất cho điện tử bên ngoài. Không bị hạn chế bởi học thuyết cụ thể nào, người ta cho rằng việc cung cấp một hoặc nhiều chất cho điện tử bên ngoài trong chế phẩm xúc tác sẽ ảnh hưởng các thuộc tính sau của polyme đang hình thành: cấp độ sắp xếp lập thể (tức là chất hòa tan xylen), trọng lượng phân tử (tức là lưu lượng nóng chảy), phân phối khối lượng phân tử (MWD), điểm nóng chảy, và/hoặc cấp độ chất trùng hợp thấp.

Theo một phương án, chất cho điện tử bên ngoài có thể được chọn từ một hoặc nhiều chất sau đây: hợp chất silic, hợp chất nhường hai điện tử cho nguyên tử kim loại, amin, ete, carboxylat, xeton, amit, carbamat, phosphin, phosphat, phosphit, sulfonat, sulfon, sulfoxit, và tổ hợp bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, EED là hợp chất silic có công thức chung (VII):



trong đó R độc lập lần xuất hiện là hydro hoặc hydrocarbyl hoặc là nhóm amino, được thể tùy ý bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa một hoặc nhiều nguyên tử

khác loại thuộc Nhóm 14, 15, 16, hoặc 17. R chứa lên đến 20 nguyên tử không tính hydro và halogen. R' là nhóm C₁₋₂₀ alkyl, và m bằng 0, 1, hoặc 2. Theo một phương án, R là alkylaryl hoặc aralkyl, C₆₋₁₂ aryl, C₃₋₁₂ xycloallyl, alkenyl hoặc C₁₋₂₀ alkyl mạch thẳng, C₃₋₁₂ alkyl mạch nhánh, hoặc nhóm C₃₋₁₂ amin vòng, R' là C₁₋₄ alkyl, và m bằng 1 hoặc 2.

Các ví dụ không giới hạn về hợp chất silic thích hợp đối với EED bao gồm dialkoxysilan, trialkoxysilan, và tetraalkoxysilan như đixyclopentylđimetoxyasilan, diisopropylđimetoxyasilan, bis(perhydroisoquinolino)đimetoxyasilan, methylxyclohexylđimetoxyasilan, tetraetoxysilan, n-propyltrimetoxyasilan, n-propyltriethoxysilan, diethylaminotriethoxysilan, bis(trimethylsilylmethyl)đimetoxyasilan, và tổ hợp bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, chế phẩm xúc tác chứa chất hạn chế hoạt tính (ALA). Như được sử dụng trong bản mô tả này, "chất hạn chế hoạt tính" ("ALA") là chất làm giảm hoạt tính của chất xúc tác ở nhiệt độ 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 quá 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 gần với nhiệt độ làm mềm 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 quá trình trùng hợp diễn ra liên tục.

Chất ALA có thể là thành phần hoặc không phải là thành phần của EED và/hoặc MEED. Chất hạn chế hoạt tính có thể là este của axit carboxylic, diete, poly(alken glycol), succinat, diol este, và tổ hợp của chúng. Este của axit carboxylic có thể béo hoặc thơm, là este của axit carboxylic đơn hoặc đa chức. Các ví dụ không giới hạn của este của axit carboxylic thích hợp bao gồm benzoat, C₁₋₄₀ alkyl este của axit C₂₋₄₀ mono-/đi-carboxylic béo, dẫn xuất C₂₋₄₀ mono-/poly-carboxyl hóa của (poly)glycol C₂₋₁₀₀, ete của C₂₋₁₀₀ (poly)glycol, và tổ hợp bất kỳ của chúng. Các ví dụ không giới hạn khác của este của axit carboxylic thích hợp bao gồm laurat, myristat, palmitat, stearat, oleat, sebacat, và (poly)(alkylen)glycol, và các hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án khác, chất ALA là isopropyl myristat hoặc di-n-butyl sebacat.

Chế phẩm xúc tác có thể bao gồm chất cho điện tử bên ngoài bất kỳ trong số các chất cho điện tử bên ngoài kể trên kết hợp với chất hạn chế hoạt tính bất kỳ trong số các chất hạn chế hoạt tính kể trên. Chất cho điện tử bên ngoài và/hoặc chất hạn chế hoạt tính có thể được thêm vào lò phản ứng một cách riêng biệt. Hoặc, chất cho điện tử bên ngoài và chất hạn chế hoạt tính có thể được trộn với nhau từ trước và sau đó thêm vào chế phẩm xúc tác và/hoặc vào lò phản ứng dưới dạng hỗn hợp.

Theo một phương án, chế phẩm tiền chất xúc tác có dạng hạt, rắn và là chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta với chất cho điện tử bên trong bao gồm dieste thơm phenylen được thế. Chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta có dạng hạt, rắn. Các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta có D50 bằng từ 10 micron đến 15 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 khác, dieste thơm phenylen được thế là 5-t-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Theo một phương án, chế phẩm tiền chất xúc tác có dạng hạt, rắn và là chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta với chất cho điện tử bên trong chứa dieste thơm phenylen được thế. Chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta có dạng hạt, rắn. Các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta có D50 từ 25 micron đến 30 micron. Theo một phương án khác, dieste thơm phenylen được thế là 5-t-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm vào vùng ướt chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta với chất cho điện tử bên trong chứa 5-t-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm vào vùng ướt các hạt của chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler Natta với chất cho điện tử bên trong chứa dieste thơm phenylen được thế. Các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác có D50 từ 10 micron đến 15 micron. Theo một phương án khác, các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác có D50 bằng 12 micron. Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thế là 5-t-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm vào vùng ướt các hạt của chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler-Natta với chất cho điện tử bên trong chứa dieste thơm

phenylen được thể. Các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác Ziegler-Natta có D50 từ 25 micron đến 30 micron. Theo một phương án khác, các hạt chế phẩm tiền chất xúc tác có D50 bằng 27 micron. Theo một phương án, dieste thơm phenylen được thể là 5-t-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

Theo một phương án, quy trình bao gồm bước bơm, tại điểm bơm, (i) chế phẩm xúc tác chứa chế phẩm tiền chất xúc tác bao gồm dieste thơm phenylen được thể, (ii) chất đồng xúc tác, và (iii) chất cho điện tử bên ngoài.

Các định nghĩa

Tất cả các viện dẫn đến Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học trong bản mô tả này là chỉ Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học được xuất bản năm 2003 và giữ quyền bởi CRC Press, Inc. Đồng thời, viện dẫn bất kỳ đến Nhóm hoặc các Nhóm sẽ là đến Nhóm hoặc các Nhóm nêu 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, ngữ cảnh không rõ ràng, hoặc theo thông lệ trong ngành, tất cả các thành phần và phần trăm đều được tính theo trọng 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 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 nhất quán 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 số trong bản mô tả này đều có 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 một đơn vị, miễn là có sự phân tách 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, bằng từ 100 đến 1.000, 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 đánh số rõ ràng. 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.), thì một đơn vị được xác định là 0,0001, 0,001, 0,01 hoặc 0,1, là thích 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.).

Thuật ngữ "bao gồm" và các từ phát sinh của từ này, không nhằm loại trừ sự có mặt của thành phần, bước hoặc quy trình bổ sung bất kỳ, cho dù chúng có được công bố cụ thể hay không. Để 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 "gần như chỉ bao gồm" loại trừ ra khỏi phạm vi của thành phần được công bố tiếp theo bất kỳ 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.

Các thuật ngữ "hỗn hợp" hoặc "hỗn hợp polyme", như được sử dụng trong bản mô tả này, là hỗn hợp của ít nhất hai polyme. Hỗn hợp này có thể hoặc không thể trộn được (không tách pha ở cấp độ phân tử). Hỗn hợp này có thể hoặc không thể tách pha được. Hỗn hợp này có thể chứa hoặc không chứa một hoặc nhiều cấu hình miền, như được xác định từ phổ điện tử truyền qua, tán xạ ánh sáng, tán xạ tia X-quang, và các phương pháp được biết trong lĩnh vực.

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

Thuật ngữ "polyme" là 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, v.v.. Thuật ngữ "chất đồng trùng hợp" ("interpolymer") 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 (cũng gọi là chất đồng trùng hợp, 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..

Thuật ngữ "chất đồng trùng hợp" ("interpolymer") 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 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 chứa etylen", như được sử dụng trong tài liệu này, chỉ polyme chứa ít nhất 0,1 phần trăm trọng lượng là monome etylen được trùng hợp (trên tổng trọng lượng các monome có thể được trùng hợp), và tùy ý có thể chứa ít nhất một comonome được trùng hợp.

Thuật ngữ "polyme nền propylen", như được sử dụng trong tài liệu này, chỉ polyme chứa phần lớn phần trăm trọng lượng là monome propylen được trùng hợp với phần trăm trọng lượng chiếm phần lớn (trên tổng trọng lượng các monome có thể được trùng hợp), và tùy ý có thể chứa ít nhất một comonome được trùng hợp.

"Năng suất" là trọng lượng polyme được sản xuất trên trọng lượng chất xúc tác được sử dụng trong quy trình trùng hợp (tức là gram polyme/gram chất xúc tác).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Nhằm mục đích minh họa và không có ý giới hạn, các ví dụ của sáng chế sẽ được trình bày sau đây.

Quy trình trùng hợp pha khí monome olefin được thực hiện trong lò phản ứng Unipol. Chế phẩm xúc tác là chế phẩm xúc tác HAC, đó chính là chế phẩm tiền chất xúc tác ZN-SPAD với chất cho điện tử bên trong là 5-tert-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat. Trietyl aluminum là chất đồng xúc tác. Chất cho điện tử bên ngoài là SCA/ALA, các thành phần của nó được liệt kê trong Bảng 2. Sau đây là phần trình bày quá trình điều chế chế phẩm tiền chất xúc tác ZN-SPAD.

Chế phẩm tiền chất xúc tác

Ở nhiệt độ môi trường, 351 g alkolat halogenua magie/titan hỗn hợp được khuấy trong hỗn hợp gồm 1,69 kg clobenzen và 4,88 kg titan(IV) clorua. Sau 10 phút, thêm 750ml dung dịch clobenzen chứa 164,5 g 5-tert-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat, sau đó thêm 0,46 kg clobenzen. Hỗn hợp được khuấy ở 100°C trong 60 phút, để lắng, sau đó được lọc ở 100°C. Chất rắn được khuấy trong 3,16 kg clobenzen ở 70°C trong 15 phút, để lắng, sau đó được lọc ở 70°C. Chất rắn được khuấy trong hỗn hợp 2,36 kg clobenzen và 4,84 kg titan(IV) clorua, và sau 10 phút,

thêm dung dịch gồm 109,7 g 5-tert-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat trong 416 g clobenzen, sau đó thêm 0,20 kg clobenzen. Hỗn hợp được khuấy ở 105-110°C trong 30 phút, để lắng, sau đó được lọc ở 105-110°C. Chất rắn được khuấy trong hỗn hợp 3,10 kg clobenzen và 4,84 kg titan(IV) clorua ở 105-110°C trong 30 phút, để lắng, sau đó được lọc ở 105-110°C. Sau khi làm mát, Chất rắn được rửa hai lần bằng 3,47 kg hexan ở 45°C, sau đó rửa lại lần cuối bằng 3,47 kg 2-metylbutan ở nhiệt độ phòng. Chất rắn được làm sạch bằng hút chân không để loại bỏ các thành phần dễ bay hơi còn lại, sau đó được hóa hợp với 683 g khoáng vật để tạo huyền phù đặc.

Fig. 2 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng cho mẫu so sánh 1.

Fig. 3 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng cho ví dụ 2.

Fig. 4 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng cho ví dụ 3.

Fig. 5 là biên dạng nhiệt độ lò phản ứng cho mẫu so sánh 4.

Bảng 2

	1	2	3	4
Điều kiện lò phản ứng	Mẫu so sánh	Ví dụ	Ví dụ	Mẫu so sánh
Chất cho bên ngoài	Chất cho N/IPM	Chất cho N /IPM	Chất cho N /IPM	Chất cho D /IPM
Năng suất chất xúc tác (tấn/kg)	53,9	68,1	54,1	61,9
Áp suất lò phản ứng (kg/cm ²)	34,9	32,6	34,9	34,0
Áp suất riêng phần propylen (kg/cm ²)	27,3	26,8	27,5	29,3
Áp suất riêng phần propan (kg/cm ²)	5,3	3,8	4,5	2,1
Áp suất riêng phần hydro (kg/cm ²)	0,9	0,3	0,9	1,1
Áp suất riêng phần nitơ (kg/cm ²)	1,4	1,8	2,0	1,6
Điểm bơm chất xúc tác (khoảng cách bên trên tính từ bộ phận phân phối (m))	2,0	2,0	2,0	3,6
Điểm đặt nhiệt độ lò phản ứng (C)	74,9	70,1	73,2	70,3
Nhiệt độ điểm sương (C)	71,0	67,5	69,3	67,8
Chiều cao của Điểm A	-1,4	-1,4	-1,4	-1,3
Chiều cao của Điểm B	0,9	0,9	0,9	0,2
Chiều cao của Điểm C	1,7	1,7	1,7	0,2
Chiều cao của Điểm D	2,4	2,4	2,4	2,0

Chiều cao của Điểm E	3,7	3,7	3,7	3,6
Chiều cao của Điểm F	5,49	5,49	5,49	5,45
Nhiệt độ tại Điểm A (C)	70,5	67,0	68,6	67,9
Nhiệt độ tại Điểm B (C)	72,8	66,7	69,7	67,8
Nhiệt độ tại Điểm C (C)	73,6	66,8	71,2	67,6
Nhiệt độ tại Điểm D (C)	73,5	67,4	71,2	68,8
Nhiệt độ tại Điểm E (C)	75,2	69,9	73,1	69,8
Nhiệt độ tại Điểm F (C)	76,5	72,5	75,4	70,6
Có Vùng ướt	Không	Có	Có	Có
Điểm bơm chất xúc tác tại Vùng ướt	Không áp dụng	Có	Có	Không
Năng suất (tấn/giờ)	24,6	21,0	25,1	17,3
Chất lỏng ngưng tụ trong dòng tuần hoàn (% trọng lượng)	17,1	15,0	16,4	11,5
Mật độ khối sa lắng (SBD) (g/cc)	0,37	0,41	0,41	0,32
Mật độ khối sa lắng (SBD) (lb/ft ³)	23,36	25,76	25,78	20,10
Kích cỡ hạt trung bình (APS) (mm)	0,50	0,55	0,47	0,51

Chất cho D—dixyclopentyldimetoxyasilan (DCPDMS)

IPM –isopropyl myristat

Chất cho N—n-propyltrimetoxyasilan (NPTMS)

Mô tả ví dụ

Lò phản ứng chứa tầng sôi bột polypropylen, được làm lỏng bằng máy nén và dòng khí tuần hoàn. Điều khiển nhiệt độ lò phản ứng bằng cách làm lạnh dòng khí tuần hoàn bằng bộ trao đổi nhiệt trực tiếp. Khi khí tuần hoàn được làm lạnh xuống nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ điểm sương, một phần dòng khí tuần hoàn ngưng tụ lại thành chất lỏng. Sau khi đi qua bộ trao đổi nhiệt, dòng tuần hoàn bao gồm cả hai pha khí và pha lỏng đi qua bộ phận phân phối ở phần đáy lò phản ứng tầng sôi.

Chất xúc tác, trietyl aluminum (TEAL) và chất điều khiển tính chọn lọc (SCA) hoặc chất cho được liên tục cấp vào lò phản ứng. Các nguyên liệu cấp được kiểm soát sao cho duy trì được năng suất mục tiêu và tỷ lệ số mol của nhôm trên SCA và TEAL trên titan. Chất xúc tác được bơm vào lò phản ứng qua ống bơm xuyên qua thành của lò phản ứng. Các điểm bơm chất xúc tác tại vị trí 2 mét và 6,4 mét bên trên bộ phận phân phối. Nhiệt độ lò phản ứng được kiểm soát bằng cách điều chỉnh nước làm mát chảy vào bộ trao đổi nhiệt để duy trì số đo nhiệt độ cụ thể tại điểm đặt cụ thể. Nhiệt độ thường xuyên được đo bằng các lỗ đo nhiệt được đặt từ khoảng 0,61 mét (2 foot) đến 4,57 mét

(15 foot) phía trên bộ phận phân phối và được duy trì quanh mức 65°C đến 75°C .

Propylen, etylen (trong trường hợp sản xuất đồng trùng hợp ngẫu nhiên etylen) hydro, và nitơ được liên tục thêm vào để duy trì tổng áp mục tiêu và tỷ lệ số mol của hydro trên propylen và etylen trên propylen (trong trường hợp sản xuất đồng trùng hợp ngẫu nhiên etylen). Tổng áp và áp suất riêng phần của propylen cũng như mức chất lỏng ngưng tụ của dòng tuần hoàn đi vào lò phản ứng và năng suất đều được trình bày trong Bảng. Sản phẩm nhựa được chuyển từ tầng sôi đến thùng thu liên tục được làm sạch bằng khí nitơ ẩm.

Thời gian lưu trung bình, dựa trên năng suất và trọng lượng tầng lò phản ứng, là khoảng 1 giờ.

Trong Ví dụ 1, polyme đồng nhất của propylen được sản xuất với năng suất là 24,6 tấn/giờ. Điểm đặt nhiệt độ lò phản ứng là $74,9^{\circ}\text{C}$. Áp suất riêng phần tuần hoàn của propylen, propan, hydro và nitơ được trình bày Bảng 2. Đối với các áp suất riêng phần này DPT bằng $71,0^{\circ}\text{C}$ và $\text{DPT} + 2^{\circ}\text{C} = 73,0^{\circ}\text{C}$. Chất xúc tác được bơm vào ở độ cao 2,0 mét phía trên bộ phận phân phối. Nhiệt độ được đo trong lò phản ứng tại các điểm A, B, C, D, E và F. Các điểm B, C, D được đặt bên trong Khu vực từ bộ phận phân phối kéo dài đến 2,5 mét bên trên nó, nên sẽ ở bên trong ô vùng ướm tiềm năng như minh họa trong Fig. 2. Với các điều kiện của lò phản ứng trong ví dụ này, nhiệt độ đo được tại Điểm B là $72,7^{\circ}\text{C}$, tức là ở dưới $\text{DPT} + 2^{\circ}\text{C}$. Nhiệt độ tại Điểm C và D là $73,6^{\circ}\text{C}$ và $73,5^{\circ}\text{C}$, như vậy ở trên $\text{DPT} + 2^{\circ}\text{C}$. Do một số mức nhiệt độ trong Khu vực là ở bên ngoài vùng ướm (xem ô trong Fig. 2), nên sẽ không thiết lập được vùng ướm. Bột polypropylen được tạo có mật độ khối sa lắng là $374,8 \text{ kg/m}^3$ ($23,4 \text{ lb/ft}^3$), mật độ này tương đối thấp.

Trong Ví dụ 2, polyme đồng nhất của propylen được sản xuất với năng suất là 21,0 tấn/giờ. Điểm đặt nhiệt độ lò phản ứng được giảm đi so với Ví dụ 1 giảm xuống $70,1^{\circ}\text{C}$. Áp suất riêng phần tuần hoàn của propylen, propan, hydro và nitơ được trình bày Bảng 2. Đối với các áp suất riêng phần này DPT bằng $67,5^{\circ}\text{C}$ và $\text{DPT} + 2^{\circ}\text{C} = 69,5^{\circ}\text{C}$. Chất xúc tác được bơm vào ở độ cao 2 mét phía trên bộ phận phân phối. Nhiệt độ được đo trong lò phản ứng tại các điểm A, B, C, D, E và F. Các điểm B, C, D được đặt bên trong ô vùng ướm tiềm năng từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên nó. Với các điều kiện của lò phản ứng trong ví dụ này, nhiệt độ đo được tại các Điểm B, C và D đều ở dưới $\text{DPT} + 2^{\circ}\text{C}$. Do tất cả nhiệt độ này đều bên trong ô (Xem Fig. 3), nên vùng ướm được thiết lập. Với điểm bơm chất xúc tác đặt tại 2,0 mét phía trên bộ phận

phân phối, chất xúc tác được cấp vào vùng ướt. Bột polypropylen được tạo có mật độ khối sa lắng là $413,3 \text{ kg/m}^3$ ($25,8 \text{ lb/ft}^3$) mật độ này tương đối cao.

Trong Ví dụ 3, polyme đồng nhất của propylen được sản xuất với năng suất là 25,1 tấn/giờ. Điểm đặt nhiệt độ lò phản ứng được giảm đi so với Ví dụ 1 giảm xuống $73,2^\circ\text{C}$. Áp suất riêng phần tuần hoàn của propylen, propan, hydro và nitơ được trình bày Bảng 2. Đối với các áp suất riêng phần này DPT bằng $69,3^\circ\text{C}$ và $\text{DPT} + 2^\circ\text{C} = 71,3^\circ\text{C}$. Chất xúc tác được bơm vào ở độ cao 2 mét phía trên bộ phận phân phối. Nhiệt độ được đo trong lò phản ứng tại các điểm A, B, C, D, E và F. Các điểm B, C, D được đặt bên trong ô vùng ướt tiềm năng từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên nó. Với các điều kiện của lò phản ứng trong ví dụ này, nhiệt độ đo được tại các Điểm B, C và D đều ở dưới $\text{DPT} + 2^\circ\text{C}$. Do tất cả nhiệt độ này đều bên trong ô (Xem Fig. 4), vùng ướt được thiết lập. Với điểm bơm chất xúc tác đặt tại 2,0 mét phía trên bộ phận phân phối, chất xúc tác được cấp vào vùng ướt. Bột polypropylen được tạo có mật độ khối sa lắng là $413,3 \text{ kg/m}^3$ ($25,8 \text{ lb/ft}^3$), mật độ này tương đối cao.

Trong mẫu so sánh 4, polyme đồng nhất của propylen được sản xuất với năng suất là 17,3 tấn/giờ. Điểm đặt nhiệt độ lò phản ứng là $73,2^\circ\text{C}$. Áp suất riêng phần tuần hoàn của propylen, propan, hydro và nitơ được trình bày Bảng 2. Đối với các áp suất riêng phần này DPT bằng $67,8^\circ\text{C}$ và $\text{DPT} + 2^\circ\text{C} = 69,8^\circ\text{C}$. Chất xúc tác được bơm vào ở độ cao 3,6 mét phía trên bộ phận phân phối. Nhiệt độ được đo trong lò phản ứng tại các điểm A, B, C, D, E và F. Các điểm B, C, D được đặt bên trong ô vùng ướt tiềm năng từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên nó. Với các điều kiện của lò phản ứng trong ví dụ này, nhiệt độ đo được tại các Điểm B, C và D đều ở dưới $\text{DPT} + 2^\circ\text{C}$. Do tất cả nhiệt độ này đều bên trong ô (Xem Fig. 5), vùng ướt được thiết lập. Tuy nhiên, với điểm bơm chất xúc tác đặt tại 3,6 mét phía trên bộ phận phân phối, chất xúc tác không được cấp vào vùng ướt. Bột polypropylen được tạo có mật độ khối sa lắng là $322,0 \text{ kg/m}^3$ ($20,1 \text{ lb/ft}^3$), mật độ này tương đối thấp.

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 sản xuất polyme nền olefin bao gồm các bước:

cung cấp lò phản ứng trùng hợp pha khí có bộ phận phân phối và môi trường hóa lỏng có nhiệt độ điểm sương (DPT), môi trường hóa lỏng chứa một hoặc nhiều monome olefin và từ 5% trọng lượng đến 25% trọng lượng là chất lỏng ngưng tụ;

tạo ra, trong lò phản ứng, vùng ướt bằng cách duy trì nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng $DPT + 2^{\circ}C$ trong khu vực trong lò phản ứng được xác định là khu vực kéo dài từ bộ phận phân phối đến 2,5 mét bên trên bộ phận phân phối;

bơm chế phẩm xúc tác vào trong vùng ướt, chế phẩm xúc tác có hoạt tính xúc tác lớn hơn 50 tấn/kg;

cho tiếp xúc, trong vùng ướt trong các điều kiện trùng hợp pha khí, chế phẩm xúc tác với một hoặc nhiều monome của môi trường hóa lỏng; và

tạo các hạt polyme nền olefin có mật độ khối sa lắng lớn hơn $376,4 \text{ kg/m}^3$ ($23,5 \text{ lb/ft}^3$).

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác vào trong vùng ướt ở tại độ cao mà tại đó nhiệt độ lò phản ứng là từ $60^{\circ}C$ đến $77^{\circ}C$.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước bơm chế phẩm xúc tác vào trong vùng ướt khi DPT là từ $60^{\circ}C$ đến dưới $75^{\circ}C$.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước cung cấp môi trường hóa lỏng bao gồm monome propylen và từ 5% trọng lượng đến 25% trọng lượng là pha lỏng ngưng tụ, và

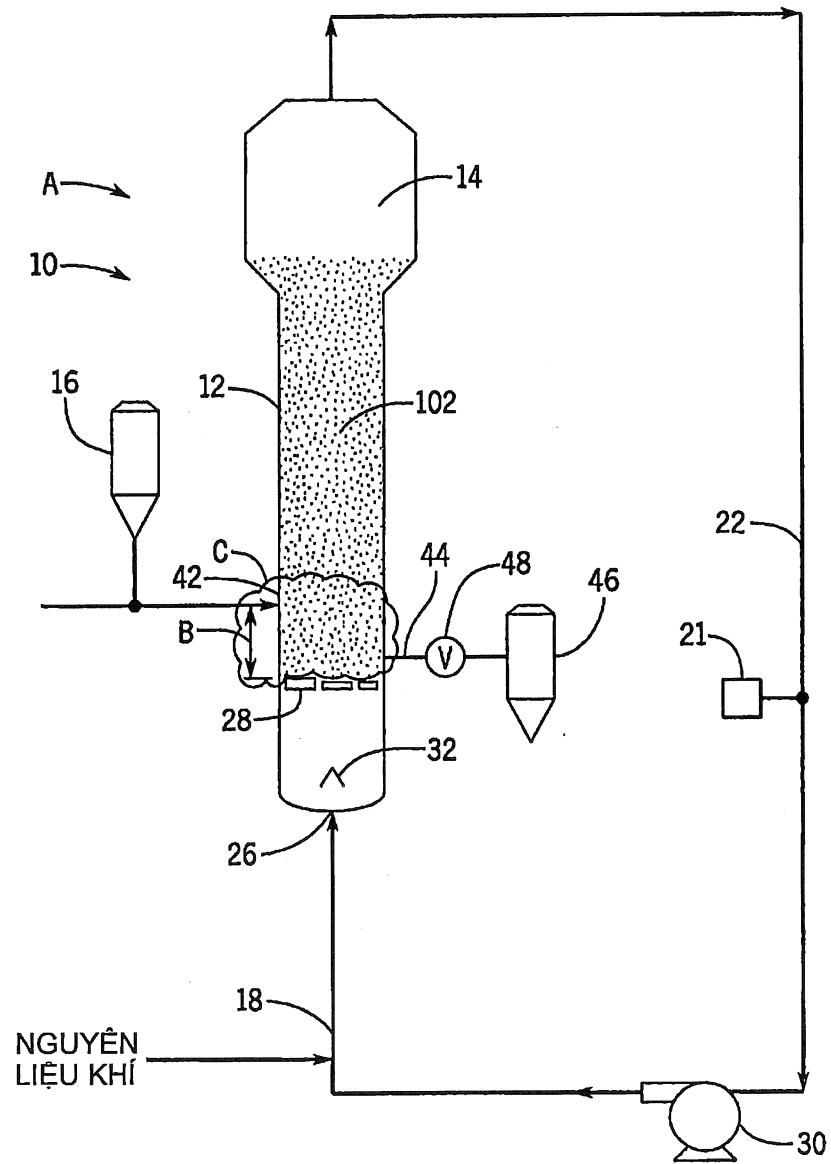
tạo ra các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa lắng bằng từ $376,4 \text{ kg/m}^3$ ($23,5 \text{ lb/ft}^3$) đến $432,5 \text{ kg/m}^3$ (27 lb/ft^3).

5. Quy trình theo điểm 4 bao gồm bước cho chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta tiếp xúc với một hoặc nhiều monome của môi trường hóa lỏng, chế phẩm xúc tác Ziegler-Natta có chất cho điện tử bên trong bao gồm dieste thơm phenylen được thế; và

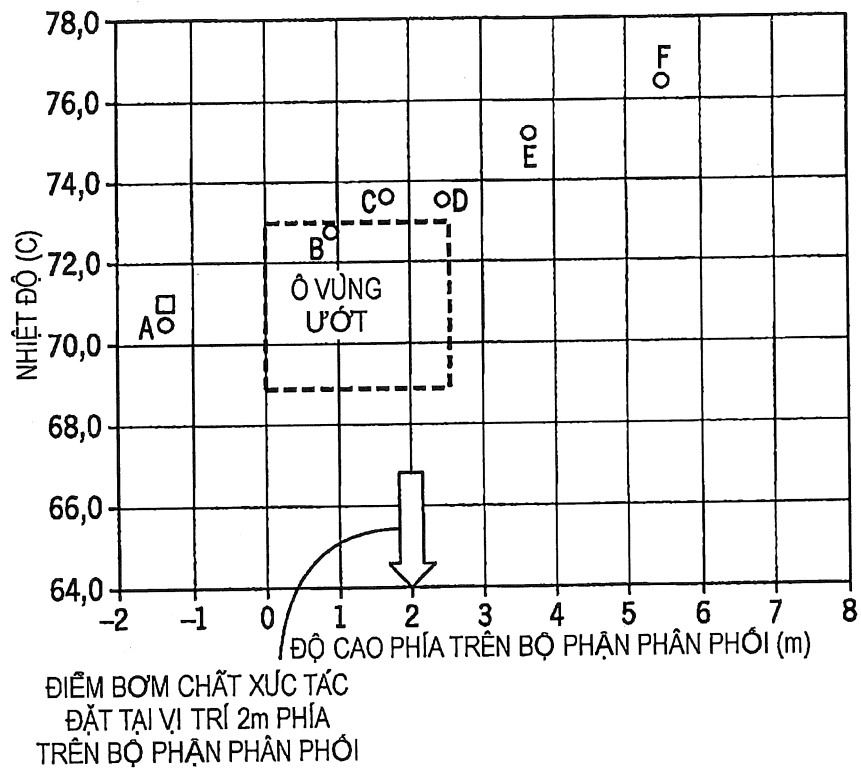
tạo ra các hạt polyme đồng nhất của propylen có mật độ khối sa lắng lớn hơn $400,5 \text{ kg/m}^3$ ($25,0 \text{ lb/ft}^3$).

6. Quy trình theo điểm 5, trong đó chất cho điện tử bên trong bao gồm 5-tert-butyl-3-metyl-1,2-phenylen đibenzoat.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó chế phẩm xúc tác chứa chế phẩm tiền chất xúc tác có kích cỡ hạt trung bình $D(50)$ là từ 10 micron đến 15 micron.
8. Quy trình theo điểm 6, trong đó chế phẩm xúc tác chứa chế phẩm tiền chất xúc tác có kích cỡ hạt trung bình $D(50)$ là từ 25 micron đến 30 micron.



HÌNH 1

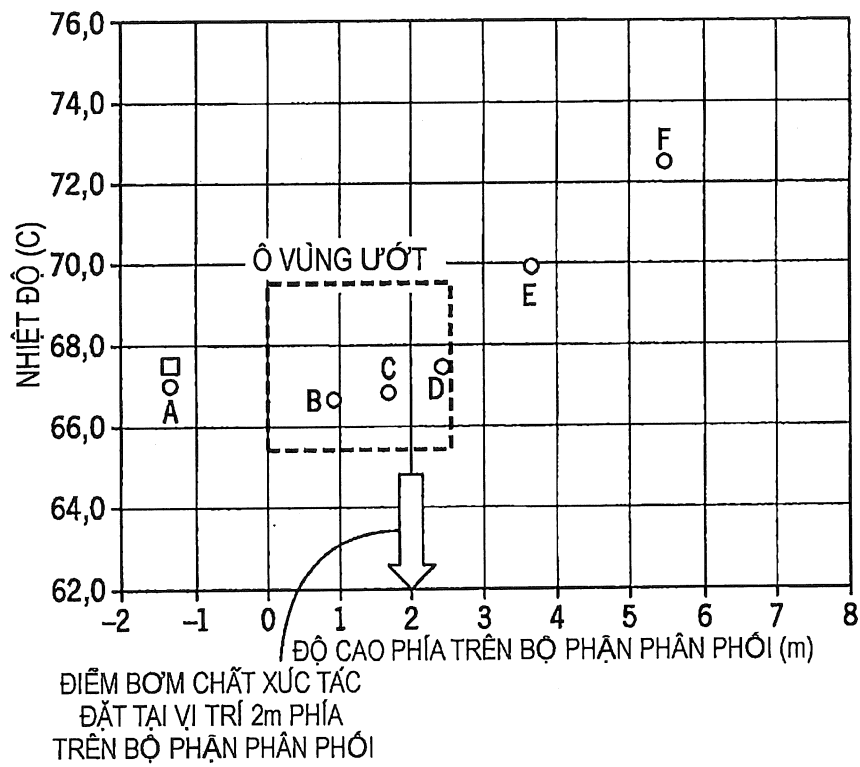


- NHIỆT ĐỘ ĐO ĐƯỢC TRONG LỖ PHẢN ỨNG
- NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG

VÍ DỤ 1:

TẠI CÁC ĐIỂM D VÀ E ĐẶT TẠI VỊ TRÍ THẤP HƠN 2,5 m
PHÍA TRÊN BỘ PHẬN PHÂN PHỐI, NHIỆT ĐỘ CAO HƠN
QUÁ 2 C SO VỚI NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG.
MẬT ĐỘ KHỐI SA LĂNG THẤP, 23,36 lb/ft³.

HÌNH 2

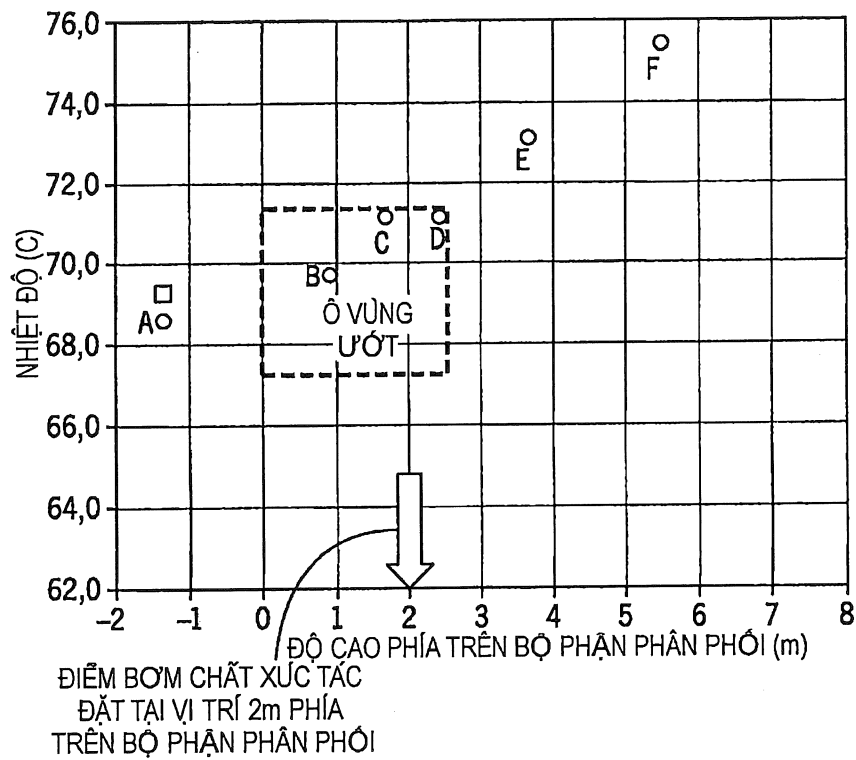


- NHIỆT ĐỘ ĐO ĐƯỢC TRONG LỖ PHẢN ỨNG
- NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SỰƠNG

VÍ DỤ 2:

TẤT CẢ CÁC ĐIỂM (A, B, C, D) ĐẶT TẠI VỊ TRÍ THẤP
HƠN 2,5 m PHÍA TRÊN BỘ PHẬN PHẢN ỨNG CÓ NHIỆT
ĐỘ CAO HƠN NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SỰƠNG CHƯA ĐẾN 2 C.
MẬT ĐỘ KHỐI SA LĂNG CAO, 25,76 lb/ft³.

HÌNH 3

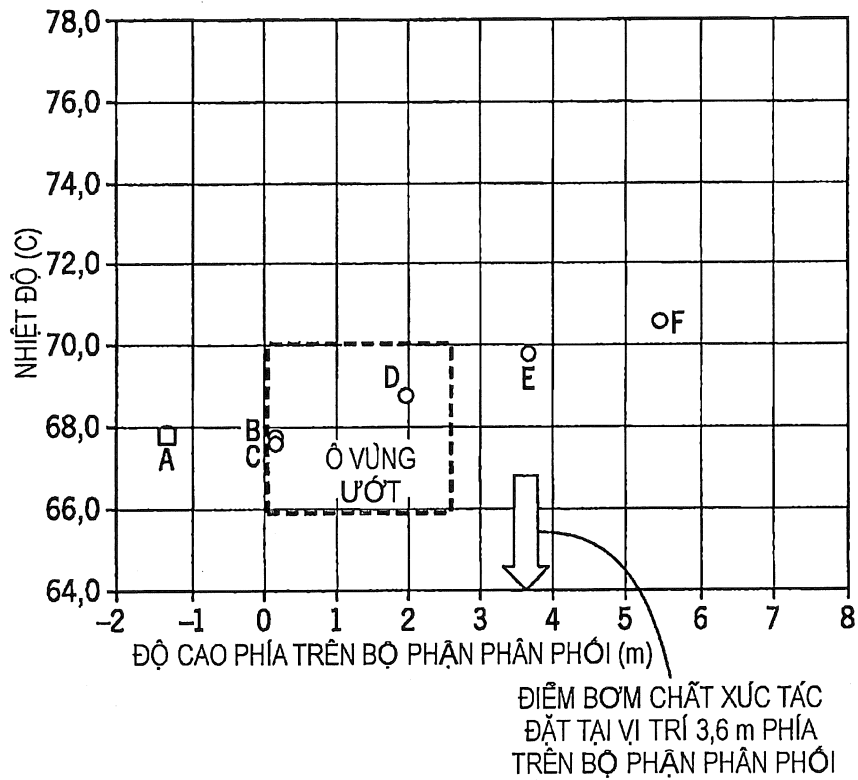


- NHIỆT ĐỘ ĐO ĐƯỢC TRONG LÔ PHẢN ỨNG
- NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG

VÍ DỤ 3:

TẤT CẢ CÁC ĐIỂM (A, B, C, D) ĐẶT TẠI VỊ TRÍ THẤP
HƠN 2,5 m PHÍA TRÊN BỘ PHẬN PHÂN PHỐI CỐ NHIỆT
ĐỘ CAO HƠN NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG CHƯA ĐẾN 2 C.
MẬT ĐỘ KHỐI SA LĂNG CAO, 25,78 lb/ft³.

HÌNH 4



- NHIỆT ĐỘ ĐO ĐƯỢC TRONG LÔ PHẢN ỨNG
- NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG

VÍ DỤ 4:
TẤT CẢ CÁC ĐIỂM (A, B, C, D) ĐẶT TẠI VỊ TRÍ THẤP HƠN 2,5 m PHÍA TRÊN BỘ PHẬN PHẢN PHỐI CÓ NHIỆT ĐỘ CAO HƠN NHIỆT ĐỘ ĐIỂM SƯƠNG CHƯA ĐẾN 2 °C. ĐIỂM BƠM CHẤT XÚC TÁC KHÔNG Ở TRONG VÙNG ƯỚT. MẬT ĐỘ KHỐI SA LĂNG THẤP, 20,1 lb/ft³.

HÌNH 5