



(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)



1-0030972

(51)<sup>8</sup> C08J 5/18; C08L 23/14

(13) B

(21) 1-2017-02813

(22) 28/12/2015

(86) PCT/EP2015/081254 28/12/2015

(87) WO2016/107830 07/07/2016

(30) 14200618.8 30/12/2014 EP

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/10/2017 355A

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

Sheikh Khalifa Energy Complex P. O. Box 6925, Corniche Road, Abu Dhabi,  
UNITED ARAB EMIRATES

2. BOREALIS AG (AE)

IZD Tower, Wagramer Str. 17-19, 1220 Wien, Austria

(72) VAN HOUCKE, Daniel (BE); DIXIT, Niraj (IN); SINGH, Raghvendra (IN).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) HỖN HỢP POLYPROPYLEN, QUY TRÌNH SẢN XUẤT HỖN HỢP NÀY VÀ  
MÀNG LÀM TỪ HỖN HỢP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hỗn hợp polypropylen dùng để sản xuất màng có hàm lượng  
phần gel thấp và độ đục mờ mờ, trong đó hỗn hợp này bao gồm polypropylen và bột  
polyetylen tỷ trọng cao. Quy trình sản xuất hỗn hợp này và màng làm từ nó cũng được đề  
xuất.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến hỗn hợp bao gồm polypropylen và polyetylen tỷ trọng cao có cỡ hạt đặc thù, màng làm từ hỗn hợp này và mô tả việc dùng polyetylen tỷ trọng cao có cỡ hạt đặc thù để tạo ra màng có chỉ số hàm lượng phần gel thấp.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Các polyme được sử dụng ngày càng nhiều trong các dụng đòi hỏi khắt khe khác nhau. Đồng thời có nhu cầu liên tục nhằm tìm ra các polyme phù hợp để đáp ứng các yêu cầu của các ứng dụng này. Các yêu cầu này cần phải được giải quyết, do việc liên quan trực tiếp hoặc gián tiếp của nhiều tính chất của polyme. Các màng copolyme propylen ngẫu nhiên được sử dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau, ví dụ, ngành bao gói thực phẩm, như màng bọc và vật đựng. Đã biết các màng này có sự cân bằng tốt giữa các tính chất khác nhau như độ bền, độ cứng, độ trong suốt và độ bền chịu va đập.

Nhằm cải thiện khả năng bám dính và/hoặc đặc tính trượt của bề mặt màng polypropylen, đặc biệt là trong trường hợp các màng phủ kim loại, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được bổ sung vào polypropylen này. Tuy nhiên, thường là độ đục và hàm lượng phần gel bị xấu đi do việc polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) không tương hợp với polypropylen và nó phân tán kém trong chất nền polypropylen. Để giải quyết vấn đề này, một thành phần có tính tương hợp như polypropylen đã ghép hợp anhydrit axit maleic có thể được bổ sung vào. Tuy nhiên, việc bổ sung một hợp chất như vậy thường làm nảy sinh vấn đề về chi phí cao hơn.

Do vậy, có nhu cầu về hỗn hợp chứa polypropylen và polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có các tính chất quang học được cải thiện như độ đục và hàm lượng phần gel thấp thích hợp đối với các màng.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Đã ngạc nhiên phát hiện ra rằng mục đích của sáng chế có thể đạt được nhờ việc sử dụng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt đặc thù.

Sáng chế đề xuất hỗn hợp gồm:

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có trị số cỡ hạt mà ứng với 90% thể tích tổng số số hạt có đường kính nhỏ hơn trị số này, gọi một cách ngắn gọn là cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ .

Tốt hơn, nếu hỗn hợp này được tạo ra bằng cách trộn, tốt hơn là trộn khô hoặc trộn nóng chảy, polypropylen (PP) với polyetylen tỷ trọng cao (HDPE).

Do vậy, sáng chế đặc biệt đề cập đến hỗn hợp được tạo ra bằng cách trộn, tốt hơn là bởi việc trộn khô hoặc trộn nóng chảy,

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ .

Sáng chế cũng đề cập đến quy trình sản xuất hỗn hợp, trong đó:

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp,

được trộn, tốt hơn là được trộn khô hoặc được trộn nóng chảy,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ .

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Dưới đây, ba khía cạnh nêu trên của sáng chế được mô tả một cách chi tiết hơn.

Điều phát hiện của sáng chế là bằng cách sử dụng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với cỡ hạt đặc thù, các đặc tính quang học của màng làm từ hỗn hợp nêu trên,

như độ đục và hàm lượng phân gel v.v., có thể được cải thiện, đồng thời vẫn duy trì các tính chất khác như khả năng lưu giữ điện hoa (Corona retention). Hơn nữa, việc bổ sung hợp chất để cải thiện tính tương hợp giữa HDPE và PP là không cần đến. Hơn thế nữa, khi được áp dụng đối với một màng phủ kim loại, các tính chất bám dính và các tính chất trượt được đảm bảo hoặc thậm chí là được cải thiện.

Tốt hơn, nếu polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ , như nằm trong khoảng từ  $300$  đến  $1000\mu\text{m}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $300$  đến  $850\mu\text{m}$ , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $350$  đến  $800\mu\text{m}$ , thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $400$  đến  $800\mu\text{m}$ .

Tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt trung bình  $d_{50}$  nhỏ hơn  $800\mu\text{m}$ , như nằm trong khoảng từ  $200$  đến  $800\mu\text{m}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $300$  đến  $750\mu\text{m}$ , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $370$  đến  $650\mu\text{m}$ , thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $385$  đến  $600\mu\text{m}$ .

Tốt hơn, nếu polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có dải SPAN:  $((D_{90} - D_{10})/D_{50})$ , nằm trong khoảng từ  $1,00$  đến  $1,80$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $1,10$  đến  $1,60$ , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $1,20$  đến  $1,40$ .

Trị số cỡ hạt của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) cho thấy rằng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) ở dạng hạt rất mịn. Do vậy, tốt hơn nếu polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) không ở dạng viên tròn hoặc hạt, mà ở dạng bột. Cụ thể là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được dùng trong hỗn hợp theo sáng chế chủ yếu ở dưới dạng hạt cơ bản (tức là, dưới dạng bột), mà không như trường hợp ở dạng hạt và viên tròn, chẳng hạn. Sự khác nhau này chủ yếu được thể hiện bằng cỡ hạt, tức là cỡ hạt nhỏ hơn nhiều so với trường hợp hạt hoặc viên tròn.

Trong bản mô tả, thuật ngữ “viên tròn” được dùng để chỉ hạt polyme có thể tích ít nhất  $1,0\text{mm}^3$ .

Do đó, hỗn hợp theo sáng chế có thể là là một hỗn hợp trộn vật lý gồm polypropylen (PP) và polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và, tùy ý, các hợp phần khác như các chất phụ gia thông thường. Hỗn hợp trộn vật lý như vậy còn được gọi là “hỗn hợp trộn khô” hoặc “hỗn hợp được trộn khô”.

Tốt hơn là, hỗn hợp theo sáng chế được tạo ra bằng cách trộn nóng chảy polypropylen (PP) và polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt cần thiết và, tùy ý các hợp phần khác như các chất phụ gia thông thường.

Tốt hơn, nếu trước khi trộn, tốt hơn là trộn nóng chảy, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được nghiền để đạt được cỡ hạt tối đa  $d_{90}$ , và, tùy ý, cỡ hạt  $d_{50}$  và dải SPAN theo sáng chế, tốt hơn là được nghiền lạnh sâu. Thông thường, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) là ở dưới dạng viên tròn trước khi nghiền, tức là có cỡ hạt cao hơn nhiều.

Ngoài ra, bột polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được thu hồi trực tiếp từ thiết bị phản ứng trùng hợp, hoặc bột thương phẩm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE), có thể được sử dụng theo sáng chế, miễn là bột này có cỡ hạt cần thiết. Trong trường hợp như vậy, quá trình nghiền là không cần đến.

Việc sử dụng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) dưới dạng viên tròn và nghiền chúng trước khi trộn hợp với polypropylen (PP) có ưu điểm ở chỗ loại polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) bất kỳ đều có thể dùng được và việc vận chuyển và cất giữ những lượng lớn bột polyme không được đòi hỏi, nhờ đó cải thiện hơn nữa về độ an toàn.

Hơn nữa, bằng cách sử dụng các viên tròn, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) thường có chứa sẵn các chất phụ gia thông thường như các chất chống oxy hoá v.v..

Polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) theo sáng chế thường có tỷ trọng ít nhất  $930\text{kg/m}^3$ , tốt hơn là ít nhất  $935\text{kg/m}^3$ , tốt hơn nữa là ít nhất  $940\text{ kg/m}^3$ , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $930$  đến  $970\text{kg/m}^3$ , thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $935$  đến  $965\text{ kg/m}^3$ , còn thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $940$  đến  $965\text{ kg/m}^3$ .

Tốt hơn, nếu polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có nhiệt độ nóng chảy ( $T_m$ ) nằm trong khoảng từ  $120$  đến  $150^\circ\text{C}$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $125$  đến  $135^\circ\text{C}$ .

Tốt hơn, nếu tốc độ dòng nóng chảy  $\text{MFR}_2$  ( $190^\circ\text{C}$ ,  $2,16\text{kg}$ ) của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) nằm trong khoảng từ  $10$  đến  $35\text{g}/10$  phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ  $19$  đến  $30\text{g}/10$  phút.

Tốt hơn, nếu polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) là homopolyme etylen.

Tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được dùng với lượng không lớn hơn

10 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp theo sáng chế, tốt hơn nữa là polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được dùng với lượng không lớn hơn 7,5 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) theo sáng chế.

Tốt hơn là, polypropylen (PP) được dùng với lượng ít nhất 90 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp polypropylen (PP) theo sáng chế, tốt hơn nữa là polypropylen (PP) được dùng với lượng ít nhất 92,5 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 ppw của hỗn hợp polypropylen (PP) theo sáng chế.

Tốt hơn, nếu polypropylen (PP) là copolyme propylen ngẫu nhiên có hàm lượng comonome nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6,0%mol. Các comonome được ưu tiên gồm etylen và/hoặc  $\alpha$ -olefin có 4 tới 10 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ “ngẫu nhiên” biểu thị comonome etylen của copolyme propylen etylen ngẫu nhiên (R-PP) được phân bố một cách ngẫu nhiên trong propylen copolyme. Thuật ngữ "ngẫu nhiên" đã được hiểu theo danh pháp IUPAC (Glossary of basic terms in polymer science; IUPAC recommendations 1996).

Ngoài ra, polypropylen (PP) theo sáng chế không bao gồm hệ dị pha. Nói cách khác, polypropylen (PP) theo sáng chế không bao gồm pha đàn hồi.

Tuy nhiên, polypropylen (PP) có thể còn chứa các chất phụ gia, như được mô tả thêm ở dưới.

Polypropylen (PP), tốt hơn là copolyme propylen ngẫu nhiên, có tốc độ dòng nóng chảy MFR<sub>2</sub> (230°C/2,16kg) khi được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 5 đến 15g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 11g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7 đến 9g/10 phút.

Tốt hơn, nếu phần tan trong xylen lạnh (XCS) của polypropylen (PP) nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0% khối lượng. Phần trăm khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của polypropylen (PP).

Theo phương án ưu tiên polypropylen (PP) thuộc loại không giảm nhớt. Như đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, tính giảm nhớt có

thể có được nhờ việc sử dụng peroxit.

Tốt hơn, nếu polypropylen (PP) được dùng theo sáng chế được tạo ra bằng cách sử dụng hệ chất xúc tác rắn (SCS) được mô tả sau đây.

### Hệ chất xúc tác rắn (SCS)

Hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng gồm:

- (a) kim loại chuyển tiếp là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm 4 tới 6, đặc biệt là nhóm 4 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là Ti,
- (b) kim loại là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là Mg,
- (c) chất cho điện tử nội (ID),
- (d) tùy ý, chất đồng xúc tác, như hợp chất nhôm, và
- (e) tùy ý, chất cho điện tử ngoại, như hợp chất silan hữu cơ, đặc biệt là hợp chất hydrocarbyloxy silan.

Tốt hơn, nếu kim loại được đưa vào hệ chất xúc tác rắn (SCS) dưới dạng hợp chất kim loại (CM) mà nó cùng với chất cho điện tử nội (ID) hoặc tiền chất của nó (P-ID) để tạo ra phức chất (C). Tốt hơn, nếu bản thân kim loại chuyển tiếp được đưa vào hệ chất xúc tác rắn (SCS) dưới dạng hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT). Sự mô tả hơn nữa liên quan tới vấn đề này được đưa ra ở dưới.

Một dấu hiệu đáng kể được ưu tiên của hệ chất xúc tác rắn (SCS) được sử dụng theo sáng chế đó là nó ở dạng rắn. Nói cách khác, tốt hơn nếu sự xúc tác dị thể được áp dụng cho quá trình trùng hợp polypropylen (PP), tức là trạng thái kết tập (trạng thái rắn) của hệ chất xúc tác (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế là khác với trạng thái kết tập của các chất phản ứng, tức là propylen và các  $\alpha$ -olefin khác được sử dụng. Khác với các hệ chất xúc tác rắn đã biết, hệ chất xúc tác (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế được xem là hệ chất xúc tác tự mang, hoặc nói cách khác, hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế không chứa lượng đáng kể của chất liệu trợ không có tính xúc tác thường được sử dụng làm chất mang. Chất mang trợ theo sáng chế là chất bất kỳ mà nó được sử dụng để làm giảm độ tan của hệ chất xúc tác

trong các môi trường mà thường được áp dụng trong các quy trình trùng hợp cũng như trong các dung môi phổ biến như pentan, heptan và toluen. Các chất mang trợ tiêu biểu gồm các chất mang trợ hữu cơ và vô cơ, như silic oxit,  $MgCl_2$  hoặc chất liệu polyme xốp. Các chất mang này nói chung được sử dụng với lượng ít nhất 50% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 70% khối lượng. Do đó, trong quá trình tạo ra hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế, chất mang bên ngoài không được sử dụng và do vậy lượng chất mang trợ như vậy trong hệ chất xúc tác rắn (SCS) không lớn hơn 10,0% khối lượng, thậm chí tốt hơn nữa là nhỏ hơn 5,0% khối lượng, còn tốt hơn nữa là không thể xác định được.

Thông thường, hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế có diện tích bề mặt khi được đo theo phương pháp BET đã biết thông thường cùng với khí  $N_2$  làm chất hấp phụ phân tích (ASTM D 3663) là nhỏ hơn  $30m^2/g$ , ví dụ, nhỏ hơn  $20m^2/g$ . Theo một số phương án, tốt hơn nếu diện tích bề mặt này nhỏ hơn  $15m^2/g$ , còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn  $10m^2/g$ . Theo một số phương án khác, hệ chất xúc tác rắn này có diện tích bề mặt bằng  $5m^2/g$  hoặc nhỏ hơn, đây là một giới hạn phát hiện thấp nhất đối với các phương pháp được sử dụng theo sáng chế.

Hạt chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế có thể được định tính bổ sung hoặc được định tính theo một cách khác bằng thể tích lỗ rỗng được đo theo tiêu chuẩn ASTM 4641. Do vậy, điều tin chắc là hạt chất xúc tác rắn (SCS) có thể tích lỗ rỗng nhỏ hơn  $1,0mL/g$ . Theo một số phương án, tốt hơn nếu thể tích lỗ rỗng nhỏ hơn  $0,5mL/g$ , còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn  $0,3mL/g$  và thậm chí là nhỏ hơn  $0,2mL/g$ . Theo một phương án được ưu tiên khác, thể tích lỗ rỗng không thể xác định được khi được đo theo tiêu chuẩn ASTM 4641.

Hơn nữa, hạt chất xúc tác rắn (SCS) thường có cỡ hạt trung bình không lớn hơn  $500\mu m$ , tức là tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến  $500\mu m$ , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến  $200\mu m$ . Được ưu tiên cụ thể là cỡ hạt trung bình nhỏ hơn  $80\mu m$ , còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn  $70\mu m$ . Khoảng được ưu tiên của cỡ hạt trung bình là từ 5 đến  $80\mu m$ , được ưu tiên hơn là từ 10 đến  $60\mu m$ .

Tốt hơn, nếu hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế có



thể được tạo ra bởi quy trình bao gồm bước tiếp xúc:

(a) dung dịch phức chất (C) của kim loại mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC) và chất cho điện tử nội (ID), phức chất (C) này được tạo ra bởi phản ứng của hợp chất (CM) của kim loại nêu trên với chất cho điện tử nội (ID) hoặc tiền chất (P-ID) của nó,

với

(b) hợp chất kim loại chuyển tiếp lỏng (CT) hoặc dung dịch hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT).

Do đó, một khía cạnh quan trọng của việc tạo ra hệ chất xúc tác rắn được ưu tiên sử dụng theo sáng chế đó là phức chất (C) hoặc hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) không ở dạng rắn trong quá trình tạo ra hệ chất xúc tác rắn (SCS), như đối với trường hợp hệ chất xúc tác được mang.

Dung dịch phức chất (C) của kim loại mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC) và chất cho điện tử nội (ID) được tạo ra bởi phản ứng của hợp chất (CM) của kim loại nêu trên với chất cho điện tử nội (ID) hoặc tiền chất (P-ID) của nó trong dung môi hữu cơ.

Hợp chất kim loại (CM) được dùng để tạo ra phức chất (C) có thể là hợp chất kim loại (CM) bất kỳ là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC). Tuy nhiên, sẽ tốt hơn nếu phức chất (C) này là phức chất kim loại nhóm 2, thậm chí được ưu tiên hơn nữa là phức chất magie. Do đó, điều tin chắc là hợp chất kim loại (CM) được sử dụng để tạo ra phức chất (C) nêu trên là hợp chất kim loại nhóm 2, như hợp chất magie.

Do vậy, trước hết là hợp chất kim loại (CM) mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là từ các hợp chất kim loại nhóm 2, như từ các hợp chất magie, ưu tiên có chứa nhóm alkoxy được tạo ra. Tốt hơn nữa là hợp chất kim loại (CM) cần tạo ra là được chọn từ nhóm bao gồm đialkoxit kim loại nhóm 2, như magie đialkoxit, phức chất chứa đihalogenua kim loại nhóm 2, như magie đihalogenua, và rượu, và phức chất chứa đihalogenua kim loại nhóm 2, như magie đihalogenua, và đialkoxit kim loại nhóm 2, như magie đialkoxit.

Do vậy, hợp chất kim loại (CM) mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là từ các hợp chất kim loại nhóm 2, như từ các hợp chất magie, thường không bao gồm titan.

Tốt nhất là, hợp chất magie được tạo ra bởi phản ứng của hợp chất alkyl magie và/hoặc magie dihalogenua với rượu. Nhờ đó, ít nhất một tiền chất magie, được chọn từ nhóm bao gồm dialkyl magie  $R_2Mg$ , alkyl magie alkoxit  $RMgOR$ , trong đó mỗi R là alkyl có 1 tới 20 nguyên tử cacbon giống nhau hoặc khác nhau, và magie dihalogenua  $MgX_2$ , trong đó X là halogen, được cho phản ứng với ít nhất một rượu, được chọn từ nhóm bao gồm các rượu đơn chức  $R'OH$  và các rượu đa chức  $R'(OH)_m$ , trong đó R' là nhóm hydrocarbonyl có 1 tới 20 nguyên tử cacbon và m là số nguyên được chọn từ 2, 3, 4, 5 và 6, để tạo ra hợp chất magie (CM). R' là giống nhau hoặc khác nhau trong các công thức  $R'OH$  và  $R'(OH)_m$ . Tốt hơn, nếu R của dialkyl magie là alkyl có 4 tới 12 nguyên tử cacbon giống nhau hoặc khác nhau. Các magie alkyl tiêu biểu gồm etylbutyl magie, dibutyl magie, dipropyl magie, propylbutyl magie, dipentyl magie, butylpentyl magie, butyloctyl magie và dioctyl magie. Các hợp chất hợp chất alkyl-alkoxy magie tiêu biểu gồm etyl magie butoxit, magie dibutoxit, butyl magie pentoxit, magie dipentoxit, octyl magie butoxit và octyl magie octoxit. Tốt nhất là, một R là nhóm butyl và R còn lại của  $R_2Mg$  là nhóm octyl, tức là hợp chất dialkyl magie là butyl octyl magie.

Rượu được sử dụng trong phản ứng với tiền chất magie như đã nêu trên là rượu đơn chức, thường là rượu đơn chức có 1 tới 20 nguyên tử cacbon, rượu đa chức (bao gồm các rượu hai chức và các rượu nhiều chức) hoặc hỗn hợp gồm ít nhất một rượu đơn chức và ít nhất một rượu đa chức. Phức chất giàu magie có thể được tạo ra bởi việc thay thế một phần của rượu đơn chức bằng rượu đa chức. Theo một phương án, được ưu tiên nếu sử dụng duy nhất một rượu đơn chức.

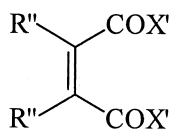
Các rượu đơn chức được ưu tiên gồm các rượu có công thức  $R'OH$  trong đó R' là nhóm alkyl có 2 tới 16 nguyên tử cacbon, tốt nhất là nhóm alkyl có 4 tới 12 nguyên tử cacbon, như 2-etyl-1-hexanol.

Các rượu đa chức tiêu biểu gồm etylen glycol, propene glycol, trimetylen glycol,

1, 2-butylen glycol, 1, 3-butylen glycol, 1, 4-butylen glycol, 2, 3-butylen glycol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 1,8-octandiol, pinacol, dietylen glycol, trietylen glycol, glyxerol, trimetylol propan và pentaerytritol. Tốt nhất là, rượu đa chức được chọn từ nhóm bao gồm etylen glycol, 2-butyl-2-etyl-1, 3-propandiol và glyxerol.

Các điều kiện phản ứng được áp dụng để tạo ra hợp chất kim loại (CM) mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là hợp chất kim loại (CM) nhóm 2, thậm chí được ưu tiên hơn nữa là hợp chất magie, có thể thay đổi tùy theo các chất phản ứng và các tác nhân được sử dụng. Tuy nhiên, theo một phương án của sáng chế, tiền chất magie được cho phản ứng với ít nhất một rượu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 80°C trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 10 đến 90 phút, tốt hơn là khoảng 30 phút.

Sau khi tạo ra hợp chất kim loại (CM) mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn là hợp chất kim loại nhóm 2, thậm chí được ưu tiên hơn nữa là hợp chất magie, hợp chất (CM) này được cho phản ứng tiếp với chất cho điện tử nội (ID) hoặc tiền chất cho điện tử (P-ID). Tốt hơn, nếu chất cho điện tử nội (ID) là monoeste hoặc dieste của axit hoặc điaxit carboxylic, điaxit carboxylic có thể được dùng để tạo ra phức chất có cấu trúc dạng chelat, tốt hơn là monoeste hoặc dieste của axit hoặc điaxit carboxylic thơm. Este hoặc dieste của axit carboxylic, tốt hơn là monoeste hoặc dieste của axit hoặc điaxit carboxylic thơm, có thể được tạo ra tại chỗ bởi phản ứng của axit carboxylic halogenua hoặc điaxit halogenua, tức là tiền chất cho điện tử nội (P-ID) được ưu tiên, với C<sub>2</sub>-C<sub>16</sub>alkanol và/hoặc diol. Tốt hơn là, hợp chất kim loại (CM) phản ứng với tiền chất cho điện tử nội (P-ID), tức là với axit dicarboxylic đihalogenua được ưu tiên có công thức (I):



trong đó:

mỗi R'' là nhóm hydrocarbonyl có 1 tới 20 nguyên tử cacbon giống nhau hoặc khác nhau hoặc cả hai R'' cùng với hai nguyên tử cacbon không no trong Công thức (I) tạo ra

vòng thơm hoặc béo có 5 tới 20 nguyên tử cacbon, và

X' là halogen

để tạo ra phức chất (C).

Nằm trong số các axit dicarboxylic đihalogenua không thơm, nhóm bao gồm axit maleic đihalogenua, axit fumaric đihalogenua và các dẫn xuất đã được thế R" của chúng như axit xitraconic đihalogenua và axit mesaconic đihalogenua, một cách tương ứng, là quan trọng nhất.

Nằm trong số các axit dicarboxylic đihalogenua vòng, tốt hơn là thơm, nhóm bao gồm axit phtalic đihalogenua (axit 1,2-benzen dicarboxylic đihalogenua), các sản phẩm hydro hoá của nó, axit 1,2-xyclohexan dicarboxylic đihalogenua, và các dẫn xuất của chúng, là quan trọng nhất. Tốt nhất là, axit dicarboxylic đihalogenua này là phtaloyl điclorua.

Tốt hơn là, hợp chất magie được cho phản ứng với axit dicarboxylic halogenua theo tỷ lệ mol  $Mg_{\text{tổng lượng được bổ sung}}/\text{axit dicarboxylic halogenua}$  nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:0,1, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:0,6 đến 1:0,25.

Tốt hơn là, hợp chất kim loại (CM) mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC), tốt hơn nữa là hợp chất kim loại nhóm 2, thậm chí tốt hơn nữa là hợp chất magie, được cho phản ứng với chất cho điện tử nội (ID) hoặc với tiền chất cho điện tử nội (P-ID), tức là axit dicarboxylic đihalogenua, trong ít nhất một trong các điều kiện sau:

- bổ sung axit dicarboxylic đihalogenua ở nhiệt độ trong phòng, và
- đun nóng hỗn hợp phản ứng thu được tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 70°C,
- giữ nhiệt độ này trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 10 đến 90 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25 đến 35 phút.

Dung môi hữu cơ được dùng để tạo ra phức chất (C) có thể là dung môi hữu cơ bất kỳ miễn là đảm bảo rằng phức chất (C) được hòa tan ở nhiệt độ môi trường, tức là ở nhiệt độ trong khoảng lên tới 80°C (20 tới 80°C). Do đó, điều tin chắc là dung môi

hữu cơ bao gồm, tốt hơn là bao gồm hydrocacbon có 5 tới 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là hydrocacbon thơm có 6 tới 10 nguyên tử cacbon, như toluen.

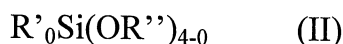
Các hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) thích hợp cụ thể là các hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) của kim loại chuyển tiếp thuộc các nhóm 4 tới 6, đặc biệt là nhóm 4 hoặc 5, của bảng tuần hoàn (IUPAC). Các ví dụ thích hợp bao gồm Ti và V, được ưu tiên cụ thể là hợp chất Ti, như  $\text{TiCl}_4$ .

Ngoài các hợp chất nêu trên, hệ chất xúc tác rắn (SCS) được ưu tiên sử dụng theo sáng chế có thể gồm, ví dụ, các chất khử, như các hợp chất nguyên tố nhóm 13, tốt hơn là các hợp chất Al chứa các gốc alkyl và/hoặc alkoxy, và tùy ý là các gốc halogen. Các hợp chất này có thể được bổ sung vào quá trình tạo ra hệ chất xúc tác rắn (SCS) ở công đoạn bất kỳ trước khi thu hồi sau cùng.

Tốt hơn, nếu hệ chất xúc tác rắn (SCS) được sử dụng theo sáng chế ngoài các hợp phần chất xúc tác có thể còn chứa chất đồng xúc tác thông thường, ví dụ, các chất đồng xúc tác dựa trên cơ sở hợp chất nguyên tố nhóm 13 của bảng tuần hoàn (IUPAC), ví dụ, các hợp chất nhôm hữu cơ, các hợp chất nhôm có thể được kể đến như các hợp chất nhôm alkyl, nhôm halogenua hoặc nhôm alkyl halogenua (ví dụ, trietyl nhôm).

Ngoài ra, một hoặc nhiều chất cho điện tử ngoại mà có thể được sử dụng thông thường có thể được chọn từ các silan hoặc các chất cho điện tử ngoại đã biết khác bất kỳ trong lĩnh vực này. Các chất cho điện tử ngoại là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và được sử dụng làm chất điều hoà lập thể trong quá trình trùng hợp propylen. Tốt hơn, nếu chất cho điện tử ngoại được chọn từ diethylamino-trietoxy-silan (chất cho U), hợp chất hydrocarbyloxy silan và hợp chất hydrocarbyloxy alkan.

Hợp chất hydrocarbyloxy silan tiêu biểu có công thức (II):



trong đó:

$\text{R}'$  là hydrocarbyl có 3 tới 12 nguyên tử cacbon mạch nhánh a- hoặc mạch nhánh b-

$\text{R}''$  là hydrocarbyl có 1 tới 12 nguyên tử cacbon, và

0 là số nguyên nằm trong khoảng 1-3.

Các ví dụ cụ thể hơn về các hợp chất hydrocarbyloxy silan hữu ích làm chất cho điện tử ngoại gồm diphenyldimetoxy silan, dicyclopentylđimetoxy silan (chất cho D), dicyclopentylđietoxy silan, xyclopentylmetylđimetoxy silan, xyclopentylmetylđietoxy silan, đixyclohexylđimetoxy silan, đixyclohexylđietoxy silan, xyclohexylmetylđimetoxy silan (chất cho C), xyclohexylmetylđietoxy silan, metylphenylđimetoxy silan, diphenylđietoxy silan, xyclopentyltrimetoxy silan, phenyltrimetoxy silan, xyclopentyltrietoxy silan, phenyltrietoxy silan. Tốt nhất là, hợp chất silan hữu cơ là diethylamino-trietoxy-silan (chất cho U), xyclohexylmetyl đimetoxy silan (chất cho C), hoặc dicyclopentyl đimetoxy silan (chất cho D), dicyclopentyl đimetoxy silan (chất cho D) là được ưu tiên nhất.

Sau khi cho tiếp xúc dung dịch phức chất (C) với thể lỏng của hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) thì dung dịch hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) hoặc hệ chất xúc tác rắn (SCS) tự kết tủa hoặc theo cách khác thì nhũ tương được tạo ra, trường hợp sau là được ưu tiên. Việc nhũ tương được tạo ra hoặc sự kết tủa trung gian xảy ra tùy thuộc vào các điều kiện cụ thể được chọn. Không kể những cái khác, có thể viện dẫn tới các Công bố đơn quốc tế WO 03/000754, WO 03/000757, và WO 2007/077027 cũng như đơn yêu cầu cấp patent châu Âu EP 2 251 361. Dưới đây, phương pháp nhũ tương được mô tả một cách chi tiết hơn.

#### Phương pháp nhũ tương

Hệ chất xúc tác rắn theo phương pháp nhũ tương được tạo ra bởi quy trình bao gồm các bước:

- (a) tạo ra dung dịch phức chất (C) của kim loại mà nó là nguyên tố được chọn từ một trong số các nhóm từ 1 tới 3 của bảng tuần hoàn (IUPAC) và chất cho điện tử nội (ID), phức chất (C) này được tạo ra bởi phản ứng của hợp chất (CM) của kim loại nêu trên với chất cho điện tử nội (ID) hoặc tiền chất (P-ID) của nó trong dung môi hữu cơ,
- (b) trộn dung dịch phức chất (C) với hợp chất kim loại chuyển tiếp lỏng (CT),
- (c) nhờ đó tạo ra nhũ tương gồm pha liên tục và pha phân tán, pha phân tán này ở dưới dạng các giọt nhỏ và gồm phức chất (C) và hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT),

(d) hoá rắn các giọt nhỏ của pha phân tán để nhờ đó tạo ra hệ chất xúc tác rắn (SCS).

Do đó, đối với phương pháp nhũ tương, tốt hơn nếu phức chất (C) được hòa tan trong hydrocacbon thơm có 6 tới 10 nguyên tử cacbon, như toluen và được cho tiếp xúc với hợp chất kim loại chuyển tiếp lỏng (CT), tốt hơn là với hợp chất kim loại chuyển tiếp lỏng (CT) của kim loại chuyển tiếp thuộc các nhóm 4 tới 6, đặc biệt là nhóm 4, của bảng tuần hoàn (IUPAC), như Ti (ví dụ  $\text{TiCl}_4$ ). Do sự tiếp xúc của dung dịch phức chất (C) với hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT) lỏng, nhũ tương được tạo ra. Việc tạo ra hai pha, tức là tạo ra nhũ tương được xúc tiến bởi việc tiếp xúc ở nhiệt độ thấp, đặc biệt ở nhiệt độ lớn hơn  $10^\circ\text{C}$  nhưng nhỏ hơn  $60^\circ\text{C}$ , tốt hơn là nằm trong khoảng từ  $20^\circ\text{C}$  đến  $50^\circ\text{C}$ . Nhũ tương này gồm pha liên tục và pha phân tán dưới dạng các giọt nhỏ. Trong pha phân tán có mặt phức chất (C) cũng như hợp chất kim loại chuyển tiếp (CT).

Các hợp phần chất xúc tác bổ sung, như hợp chất nhôm, như nhôm alkyl, nhôm alkyl halogenua hoặc nhôm alkoxy hoặc nhôm alkoxy alkyl hoặc halogenua hoặc các hợp chất khác có tác dụng làm chất khử có thể được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng ở bước bất kỳ trước khi thu hồi sau cùng hệ chất xúc tác rắn. Hơn thế, trong quá trình tạo ra này, các tác nhân bất kỳ tăng cường khả năng tạo nhũ tương có thể được bổ sung vào. Các ví dụ có thể được kể đến là chất nhũ hoá hoặc các chất làm ổn định nhũ tương, ví dụ, các chất hoạt động bề mặt, như các dung dịch polyme acrylic hoặc metacrylic và các tác nhân giảm thiểu chảy rối, như các polyme anpha-olefin không có các nhóm phân cực, như các polyme của anpha olefin có 6 tới 20 nguyên tử cacbon.

Các quy trình thích hợp để trộn nhũ tương đã được tạo ra bao gồm việc áp dụng trộn cơ học cũng như áp dụng việc trộn siêu âm, là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các thông số quy trình, như thời gian trộn, cường độ trộn, kiểu trộn, năng lượng được dùng để trộn, như tốc độ máy trộn hoặc bước sóng siêu âm được áp dụng, độ nhớt của pha dung môi, các chất phụ gia được dùng, như chất hoạt động bề mặt, v.v. được sử dụng để điều chỉnh cỡ hạt hệ chất xúc tác rắn (SCS).

Các hạt hệ chất xúc tác rắn (SCS) tiếp đó có thể được tạo ra và được thu hồi theo cách thông thường, bao gồm việc hoá rắn các hạt chất xúc tác bằng cách làm nóng (ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 150°C, tốt hơn nữa là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 đến 110°C) và các bước tách (để thu hồi các hạt chất xúc tác). Sự trích dẫn có thể được kể đến gồm các Công bố đơn quốc tế WO 03/000754, WO 03/000757, WO 2007/077027, WO 2004/029112 và WO 2007/077027 đề cập đến các điều kiện phản ứng thích hợp. Các hạt chất xúc tác rắn (SCS) đã tạo ra có thể được đưa tiếp vào các công đoạn xử lý sau, như rửa, làm ổn định, tiền trùng hợp, trước khi được dùng trong quy trình trùng hợp.

Theo một phương án được ưu tiên để tạo ra chất xúc tác, hợp phần chất xúc tác rắn được tạo ra bởi quy trình bao gồm các bước: tạo ra dung dịch phức chất magie bởi việc cho hợp chất alkoxy magie phản ứng với chất cho điện tử hoặc tiền chất của nó trong môi trường phản ứng của hợp chất lỏng thơm có 6 tới 10 nguyên tử cacbon; cho phức chất magie này phản ứng với hợp chất của ít nhất một kim loại nhóm 4 có hoá trị bốn ở nhiệt độ nằm trong khoảng lớn hơn 10°C và nhỏ hơn 60°C để tạo ra nhũ tương đặc, gồm pha được phân tán trong dầu không tan trong  $\text{TiCl}_4$ /toluen có, tỷ lệ mol kim loại nhóm 4/Mg nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 trong pha phân tán dầu có tỷ lệ mol kim loại nhóm 4/Mg nằm trong khoảng từ 10 đến 100; khuấy nhũ tương này, tùy ý với sự có mặt của chất làm ổn định nhũ tương và/hoặc tác nhân giảm thiểu chảy rôi, để duy trì các giọt nhỏ của pha phân tán ở kích cỡ trung bình nằm trong khoảng từ 5 đến 200  $\mu\text{m}$ . Các hạt chất xúc tác được tạo ra sau khi hoá rắn các hạt của pha phân tán bằng cách làm nóng. Trong quy trình này, hợp chất nhôm alkyl có công thức  $\text{AlR}_{3-n}\text{X}_n$ , trong đó R là alkyl và/hoặc nhóm alkoxy có 1 tới 20, tốt hơn là 1 tới 10 nguyên tử cacbon, X là halogen và n bằng 0, 1, 2 hoặc 3, được bổ sung vào và để cho tiếp xúc với các giọt nhỏ của pha phân tán của nhũ tương được khuấy hoặc trong công đoạn rửa các hạt đã hoá rắn trước khi thu hồi các hạt rắn thành phẩm. Tốt hơn, nếu hợp chất nhôm alkyl là trialkyl nhôm như trimetyl nhôm, trietyl nhôm, tri-isobutyl nhôm hoặc tri-n-octyl nhôm. Tuy nhiên, nó cũng có thể alkyl nhôm halogenua, như dietyl nhôm clorua, đimetyl nhôm clorua và etyl nhôm sesquiclorua.



Các ví dụ tiêu biểu về chất cho điện tử ngoại gồm đixyclopentyldimetoxysilan (DCPDMS), xyclohexylmetyl-dimetoxysilan (CHMDMS) và đixyclopentadienyldietoxysilan (DCPDES).

#### Tạo ra polypropylen (PP)

Polypropylen (PP) có thể được tạo ra trong thiết bị phản ứng đơn hoặc trong quy trình trùng hợp liên tục. Thuật ngữ “quy trình trùng hợp liên tục” chỉ việc polyme, ví dụ polypropylen (PP) theo sáng chế, được tạo ra trong ít nhất hai thiết bị phản ứng nối tiếp nhau.

Quy trình trùng hợp liên tục này gồm ít nhất một thiết bị phản ứng thứ nhất (R-1) và một thiết bị phản ứng thứ hai (R-2). Theo một phương án cụ thể, quy trình trùng hợp liên tục này gồm hai thiết bị phản ứng trùng hợp (R-1) và (R-2). Thuật ngữ “thiết bị phản ứng trùng hợp” dùng để chỉ rằng quá trình trùng hợp chính xảy ra trong nó. Do vậy, trong trường hợp quy trình gồm hai thiết bị phản ứng trùng hợp, định nghĩa này cũng không loại trừ khả năng quy trình này bao gồm, ví dụ, bước tiền trùng hợp trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp. Thuật ngữ “gồm” chỉ nhằm nói đến duy nhất các thiết bị phản ứng trùng hợp chính.

Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc thiết bị phản ứng đơn là thiết bị phản ứng kiểu huyền phù (SR) và có thể là thiết bị phản ứng thùng kiểu từng mẻ có khuấy đơn hoặc liên tục hoặc thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp vận hành ở dạng khối hoặc huyền phù đặc. Thuật ngữ "khối" được dùng để chỉ quá trình trùng hợp trong môi trường phản ứng có ít nhất 60% (khối lượng/khối lượng), tốt hơn là 100% monome. Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng kiểu huyền phù đặc (SR) theo sáng chế là thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp (khối) (LR).

Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng thứ hai (R-2) và thiết bị phản ứng nằm sau bất kỳ là các thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR). Các thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR) này có thể là thiết bị phản ứng được trộn cơ học hoặc kiểu tầng sôi bất kỳ. Tốt hơn là, thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR) này là thiết bị phản ứng kiểu tầng sôi được khuấy cơ học có vận tốc khí ít nhất 0,2 m/giây. Do vậy, điều tin chắc là thiết bị

phản ứng trong pha khí là thiết bị phản ứng kiểu tầng sôi, tốt hơn là có máy khuấy cơ học.

Một quy trình nhiều giai đoạn được ưu tiên là quy trình kiểu “vòng pha khí”, như được phát triển bởi Borealis A/S, Denmark (đã biết là công nghệ BORSTAR®) được mô tả, ví dụ, trong các tài liệu sáng chế, như trong EP 0 887 379 hoặc trong WO 92/12182.

Tốt hơn là, trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc trong thiết bị phản ứng đơn, tốt hơn là thiết bị phản ứng kiểu huyền phù (SR), như thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp (LR), nhiệt độ lớn hơn 65°C, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 68°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 65°C đến 95°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 65°C đến 90°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 65-80°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 70-75°C.

Áp suất trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc trong thiết bị phản ứng đơn, tốt hơn là thiết bị phản ứng kiểu huyền phù (SR), như thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp (LR), nằm trong khoảng từ 25 bar ( $25 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 80 bar ( $80 \times 10^5 \text{Pa}$ ), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 bar ( $30 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 70 bar ( $70 \times 10^5 \text{Pa}$ ), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 bar ( $40 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 60 bar ( $60 \times 10^5 \text{Pa}$ ). Hydro có thể được bổ sung vào để kiểm soát khối lượng mol theo cách đã biết trong lĩnh vực này.

Trong trường hợp quy trình trùng hợp liên tục, hỗn hợp phản ứng từ thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ hai (R-2), tức là thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR-1), trong đó tốt hơn, nếu nhiệt độ trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) nằm trong khoảng từ 75°C đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80°C đến 95°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 80-90°C.

Cũng sẽ tốt hơn, nếu trong thiết bị phản ứng thứ hai (R-2), khi có mặt, tốt hơn là trong thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR-1), áp suất nằm trong khoảng từ 4 bar ( $5 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 50 bar ( $50 \times 10^5 \text{Pa}$ ), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 bar ( $15 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 40 bar ( $40 \times 10^5 \text{Pa}$ ), tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 bar ( $20 \times 10^5 \text{Pa}$ ) đến 30 bar ( $30 \times 10^5 \text{Pa}$ ). Hydro có thể được bổ sung vào để kiểm soát khối lượng mol theo cách đã biết trong lĩnh vực này.

Thời gian lưu trú có thể khác nhau trong hai vùng phản ứng.

Các điều kiện trong các thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR) khác, khi có mặt, là tương tự như với thiết bị phản ứng thứ hai (R-2).

Các kết quả đặc biệt tốt có thể đạt được trong trường hợp quy trình bao gồm quá trình tiền trùng hợp (P) trước khi trùng hợp trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc trong thiết bị phản ứng đơn. Quá trình tiền trùng hợp (P) có thể được tiến hành trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1), tuy nhiên, sẽ tốt hơn nếu quá trình tiền trùng hợp (P) xảy ra trong một thiết bị phản ứng tách biệt, còn được gọi là thiết bị phản ứng tiền trùng hợp (P-R). Thiết bị phản ứng tiền trùng hợp có kích thước nhỏ hơn so với kích thước của thiết bị phản ứng thứ nhất (R-1) hoặc thiết bị phản ứng đơn và thiết bị phản ứng thứ hai (R-2), khi có mặt, một cách tương ứng. Tốt hơn là, thể tích phản ứng của thiết bị phản ứng trùng hợp (P-R) so với thể tích phản ứng của thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc thiết bị phản ứng đơn, như thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp là nằm trong khoảng từ 5% đến 30%. Trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp (P-R), quá trình tiền trùng hợp (P) được thực hiện ở dạng khối hoặc huyền phù đặc như được xác định đối với thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R-1) hoặc thiết bị phản ứng đơn nêu trên.

Cũng được tin chắc là nhiệt độ quá trình tiền trùng hợp là tương đối thấp, tức là bằng hoặc nhỏ hơn 50°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10°C đến 50°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12 đến 45°C, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 40°C, như nằm trong khoảng từ 18 đến 35°C.

Áp suất trong quá trình tiền trùng hợp có thể nằm trong khoảng từ 20 bar ( $20 \times 10^5$ Pa) đến 80 bar ( $80 \times 10^5$ Pa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25 bar ( $25 \times 10^5$ Pa) đến 75 bar ( $75 \times 10^5$ Pa), như nằm trong khoảng từ 30 bar ( $30 \times 10^5$ Pa) đến 70 bar ( $70 \times 10^5$ Pa), hoặc nằm trong khoảng từ 30 bar ( $30 \times 10^5$ Pa) đến 50 bar ( $50 \times 10^5$ Pa). Thời gian lưu trú có thể nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5 giờ, như nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,8 giờ.

Tốt hơn là, quy trình trùng hợp nêu trên được tiến hành bằng cách sử dụng SCS như được xác định ở trên.

### Các chất phụ gia

Hỗn hợp theo sáng chế có thể chứa các chất phụ gia đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, như các chất chống oxy hóa, các chất tẩy axit, tác nhân tạo mầm, chất chống chập dính, và chất khử tĩnh điện. Thông thường hỗn hợp này có thể chứa các chất phụ gia đã nêu trong bản mô tả với lượng không quá 5,0% khối lượng, cũng tốt hơn nữa là không lớn hơn 3,0% khối lượng, như không lớn hơn 2,0% khối lượng.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp này chứa từ 0,1 tới 5,0% khối lượng của một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ nhóm bao gồm chất chống chập dính (AB), chất chống oxy hóa, chất tẩy axit, tác nhân tạo mầm, và/hoặc chất khử tĩnh điện. Các chất phụ gia được ưu tiên bao gồm các chất chống chập dính, chất chống oxy hóa, và/hoặc chất tẩy axit.

Tốt hơn là, hỗn hợp theo sáng chế không có tác nhân trượt.

Một phương án khác đề cập đến chất chống chập dính, các chất chống oxy hóa và/hoặc các chất tẩy axit, nhưng không có tác nhân trượt.

Khả năng lưu giữ điện hoa là một số đo về khả năng bám dính của một bề mặt với bề mặt liền kề. Khả năng lưu giữ điện hoa được đánh giá bằng kết quả thử nghiệm đánh dấu mực. Khả năng bám dính càng cao, giá trị thử nghiệm đánh dấu mực càng cao.

Cần phải hiểu rằng việc bổ sung chất phụ gia là phổ biến trong lĩnh vực kỹ thuật này. Do đó, điều được xem là đã được mô tả và đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này là chất bất kỳ trong số các chất phụ gia đã được mô tả trong bản mô tả, với lượng đã được mô tả trong bản mô tả, có thể là được bổ sung một mình hoặc kết hợp với các chất khác được bổ sung vào bất kỳ trong số các hỗn hợp đã mô tả trong bản mô tả.

Các chất chống oxy hóa thường được sử dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, gồm các phenol bị an ngữ không gian (như CAS No. 6683-19-8, cũng được bán dưới dạng thương phẩm Irganox 1010 FF™ của hãng BASF), các chất chống oxy hóa trên cơ sở phospho (như CAS No. 31570-04-4, cũng được bán dưới dạng các thương phẩm Hostanox PAR 24 (FF)™ của hãng Clariant, hoặc Irgafos 168 (FF)™ của hãng

BASF), các chất chống oxy hóa lưu huỳnh (như CAS No. 693-36-7, được bán dưới dạng thương phẩm Irganox PS-802 FL™ của hãng BASF), các chất chống oxy hóa trên cơ sở nito (như 4,4'-bis(1,1'-đimetylbenzyl)điphenylamin), hoặc hỗn hợp các chất chống oxy hóa.

Các chất tẩy axit cũng thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ bao gồm các canxi stearat, natri stearat, kẽm stearat, các oxit magie và kẽm, hydrotalxit tổng hợp (ví dụ, SHT, CAS-no. 11097-59-9), lactat và lactylat, cũng như các canxi và kẽm stearat.

Các chất chống chập dính phổ biến gồm các silic oxit tự nhiên như đất tảo silic (như CAS-no. 60676-86-0 (SuperfFloss™), CAS-no. 60676-86-0 (SuperFloss E™), hoặc CAS-no. 60676-86-0 (Celite 499™)), các silic oxit tổng hợp (như CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 7631-86-9, CAS-no. 112926-00-8, CAS-no. 7631-86-9, hoặc CAS-no. 7631-86-9), các silicat (như nhôm silicat (kaolanh) CAS-no. 1318-74-7, natri nhôm silicat CAS-no. 1344-00-9, kaolanh đã nung CAS-no. 92704-41-1, nhôm silicat CAS-no. 1327-36-2, hoặc canxi silicat CAS-no. 1344-95-2), các zeolit tổng hợp (như natri canxi nhôm-silicat hydrat CAS-no. 1344-01-0, CAS-no. 1344-01-0, hoặc natri canxi nhôm-silicat, hydrat CAS-no. 1344-01-0).

Được đặc biệt ưu tiên là chất chống chập dính (AB) là silic đioxit và/hoặc silicat. Tốt hơn là, chất chống chập dính (AB) là silic đioxit (SiO<sub>2</sub>), như silic đioxit tổng hợp. Thông thường, silic đioxit có thể tích lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,2ml/g và/hoặc cỡ hạt nằm trong khoảng từ 3,5 đến 6,0μm.

Tác nhân tạo mầm cũng đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chúng có thể là được chọn từ nhóm bao gồm các benzoat, như natri hoặc lithi benzoat, các hợp chất sorbitol, như 2,4-đi(metylbenzyliden) sorbitol, các hợp chất trên cơ sở phospho như natri di(4-tert. butylphenol) phosphat, nhưng cũng có thể là các chất tạo mầm beta như N,N'-đixyclohexyl-2,6-naphtalen dicarboxyamid, các nhựa thông như canxi resinat, và các chất khác như talc.

Chất khử tĩnh điện cũng đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chúng có thể

được chọn từ nhóm bao gồm các glyxeryl este như CAS-no. 97593-29-8, CAS-no. 97593-29-8, hoặc CAS-no. 97593-29-8, các amin đã etoxyl hóa như Hostastat FA 18™ của hãng Clariant, các amit đã etoxyl hóa như N,N-bis(2-hydroxyetyl) dodecanamit, vật chống từ vĩnh cửu như loại Irgastat™ của hãng BASF, hoặc các sản phẩm trên cơ sở sorbitan như sorbitan monooleat.

Sáng chế cũng đề cập đến màng làm từ hỗn hợp theo sáng chế.

Tốt hơn là, màng này có độ dày nằm trong khoảng từ 5 đến 2000µm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 1000µm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 700µm, như nằm trong khoảng từ 30 đến 500µm.

Tốt hơn, nếu màng theo sáng chế có độ đục nhỏ hơn 5,0%, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 4,0% và tốt nhất là nhỏ hơn 3,3% khi được đo trên màng đúc dày 50µm theo tiêu chuẩn ASTM D1003-00.

Tốt hơn, nếu chỉ số hàm lượng phần gel của màng theo sáng chế nhỏ hơn 30, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 15 và tốt nhất là nhỏ hơn 12.

Có sự phân biệt giữa màng không định hướng và màng định hướng (xem ấn phẩm, ví dụ, polypropylene handbook, Nello Pasquini, 2nd edition, Hanser). Màng định hướng thường là màng được định hướng theo hai trục, trong khi màng không định hướng là màng đúc hoặc màng thổi. Do đó, màng không định hướng không được kéo căng theo hướng gia công và hướng vuông góc như đối với màng định hướng.

Tốt hơn, nếu màng theo sáng chế là màng không định hướng, tốt hơn nữa là màng đúc hoặc màng thổi trong đó, tùy ý, màng này được phủ kim loại.

Điều quan trọng đối với một màng để phủ kim loại là lớp mặt ngoài. Tốt nhất là, màng này ược phủ kim loại và lớp mặt ngoài làm bằng hỗn hợp theo sáng chế.

Các dấu hiệu được ưu tiên của hỗn hợp theo sáng chế cũng là các dấu hiệu được ưu tiên của màng theo sáng chế và ngược lại.

Sáng chế cũng đề cập đến quy trình sản xuất màng bằng cách sử dụng hỗn hợp theo sáng chế, tốt hơn là, hỗn hợp theo sáng chế được cấp vào dây chuyền sản xuất màng đúc hoặc dây chuyền sản xuất màng thổi, tốt hơn là dây chuyền sản xuất màng đúc, để sau đó tạo ra màng.

Các dấu hiệu được ưu tiên của hỗn hợp và màng theo sáng chế cũng là các dấu hiệu được ưu tiên của quy trình theo sáng chế và ngược lại.

Sáng chế tiếp theo mô tả việc sử dụng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt trung bình  $d_{50}$  nằm trong khoảng từ 370 đến 430  $\mu\text{m}$  trong hỗn hợp còn có polypropylen để với hỗn hợp này tạo ra màng có chỉ số hàm lượng phần gel thấp, tốt hơn là, chỉ số hàm lượng phần gel của màng được tạo ra bằng cách sử dụng hỗn hợp bao gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và cả polypropylen là nhỏ hơn so với chỉ số hàm lượng phần gel của màng (màng 2) được tạo ra trong cùng một điều kiện sử dụng cùng một thành phần chỉ khác là polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được thay thế bằng polypropylen với lượng tương đương.

Các phương án được ưu tiên khác về polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) đã được đưa ra ở trên khi mô tả hỗn hợp theo sáng chế.

Do đó, thuật ngữ “chỉ số hàm lượng phần gel thấp” thường dùng để chỉ rằng chỉ số hàm lượng phần gel của màng được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và cả polypropylen là nhỏ hơn so với chỉ số hàm lượng phần gel của màng (màng 2) được tạo ra trong cùng một điều kiện sử dụng cùng một thành phần chỉ khác là polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) được thay thế bằng polypropylen với lượng tương đương.

Thông thường, polypropylen là polypropylen (PP) như được xác định theo sáng chế.

Các dấu hiệu được ưu tiên của hỗn hợp, màng và quy trình theo sáng chế cũng là các dấu hiệu được ưu tiên của khi áp dụng theo sáng chế và ngược lại.

Sáng chế được mô tả tiếp bằng các ví dụ không nhằm giới hạn sau đây.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Các định nghĩa về các thuật ngữ và các phương pháp xác định dưới đây được áp dụng đối với phần mô tả nêu trên của sáng chế cũng như các ví dụ ở dưới trừ khi có quy định cụ thể khác.

## Cỡ hạt

Trong bản mô tả, thuật ngữ “cỡ hạt” của chất độn hoặc chất liệu dạng hạt khác được mô tả bởi sự phân bố theo cỡ hạt của nó. Trị số  $d_x$  thể hiện đường kính mà ứng với  $x$  % thể tích của các hạt có đường kính nhỏ hơn  $d_x$ . Do đó, trị số  $d_{50}$  là cỡ hạt trung bình được xác định theo thể tích, tức là 50% tổng thể tích của toàn bộ số hạt được cấu thành từ các hạt nhỏ hơn cỡ hạt hạt. Trong phân mô tả của sáng chế, cỡ hạt được đặc tả theo cỡ hạt được xác định theo thể tích  $d_{50}$  trừ khi có quy định khác. Cách hiểu tương tự được quy định đối với các trị số  $d_{90}$ ,  $d_{10}$  và SPAN  $((D_{90} - D_{10})/D_{50})$ . Để xác định cỡ hạt trung bình được xác định theo thể tích  $d_{50}$ , cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  và cỡ hạt  $d_{10}$ , thiết bị đo Mastersizer 2000 hoặc Mastersizer 3000 của hãng Malvern Instruments Ltd., Great Britain, nhờ sử dụng mô hình tán xạ ánh sáng Fraunhofer được sử dụng. Sự phân bố cỡ hạt được xác định theo trọng lượng có thể là tương ứng với cỡ hạt được xác định theo thể tích nếu như tỷ trọng của toàn bộ các hạt là như nhau.

## Độ trong suốt, độ đục và độ rõ

Chúng được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D1003-00 trên các tấm mẫu  $60 \times 60 \times 1 \text{ mm}^3$  được đúc áp lực theo tiêu chuẩn EN ISO 1873-2 sử dụng nhiệt độ nóng chảy  $200^\circ\text{C}$  và trên các màng đúc dày  $50 \mu\text{m}$  được sản xuất trên dây chuyền sản xuất màng đúc một lớp có nhiệt độ nóng chảy  $220^\circ\text{C}$  và nhiệt độ trục cán nguội  $20^\circ\text{C}$ .

## Chỉ số hàm lượng phần gel OCS

### 1. Thiết bị

Thiết bị bao gồm máy ép đùn thí nghiệm ME 25/5800 V3 có 5 vùng gia nhiệt, đầu nối và khuôn rộng 150mm. Bộ phận nằm sau bao gồm trục cán nguội CR- 9, đường kính 140mm, bao gồm phương tiện gia nhiệt Haake C40P và phương tiện làm nguội (15 tới  $90^\circ\text{C}$ ), camera quét trục tuyến FS -5/4096 Pixel (chuyển đổi động học kỹ thuật số các ảnh đậm nhạt) và bộ phận quán với kiểm soát sức tự căng tới 10N.

### 2. Các thông số thiết lập riêng cho quá trình sản xuất màng



Thông số thiết lập nhiệt độ cho các vùng gia nhiệt ở máy cán và khuôn được phân nhóm đối với polypropylen tùy theo khoảng MFR thành sáu nhóm:

- Nhóm 1: Khoảng MFR: 0,2-0,5 g/10 phút (230°C/2,16 kg), các nhiệt độ 240(cấp)/260/270/280/290/290/290°C
- Nhóm 2: Khoảng MFR: 0,5 tới 1,0 g/10 phút (230°C/2,16 kg), các nhiệt độ 220(cấp)/240/255/270/270/270°C
- Nhóm 3: Khoảng MFR: lớn hơn 1,0 tới 2,0 g/10 phút (230°C/2,16 kg), các nhiệt độ 190(cấp)/210/225/240/240/240°C
- Nhóm 4: Khoảng MFR: lớn hơn 2,0 tới 4,5 g/10 phút (230°C/2,16 kg), các nhiệt độ 190(cấp)/205/220/230/230/230°C
- Nhóm 5: Khoảng MFR: lớn hơn 4,5 tới 8,0 g/10 phút (230°C/2,16 kg), nhiệt độ 190(cấp)/205/215/220/220/220°C
- Nhóm 6: MFR lớn hơn 8,0 g/10 phút (230°C/2,16 kg), các nhiệt độ 180(cấp)/195/210/220/220/220°C

Các thông số thiết lập trước:

Tốc độ quay (trục vít): 20 vòng/phút

Tốc độ kéo đứt: 2 m/phút;

Độ dày màng 50+/-5µm

### 3. Quá trình đo

Sau khi thiết lập các thông số sau: Trong trường hợp các vật liệu tương đương; thời gian chạy khoảng 60 phút, trong trường hợp các vật liệu có độ phân kỳ cao, khoảng 120 phút.

### Kết quả

Điều chỉnh màng đồng nhất ở nhiệt độ và áp suất nóng chảy không đổi. Diện tích đo được chuẩn hoá với 5m<sup>2</sup>. Quá trình đo được tự động kết thúc khi đạt được diện tích này. Kết quả sẽ đồng thời được in.

#### 4. Phân tích

Số lượng các khuyết tật tìm thấy, ứng với đơn vị  $1/m^2$ , được phân nhóm theo cỡ hạt và được nhân với hệ số khối lượng, thể hiện cho chỉ số hàm lượng phần gel

|               |                  |                        |
|---------------|------------------|------------------------|
| Nhóm cỡ hạt 1 | 100-300 $\mu m$  | hệ số khối lượng x 0,1 |
| Nhóm cỡ hạt 2 | 301-600 $\mu m$  | hệ số khối lượng x 1,0 |
| Nhóm cỡ hạt 3 | 601-1000 $\mu m$ | hệ số khối lượng x 5,0 |
| Nhóm cỡ hạt 4 | > 1000 $\mu m$   | hệ số khối lượng x 10  |

Ví dụ:

|                                  |               |              |
|----------------------------------|---------------|--------------|
| 17 khuyết tật                    | nhóm cỡ hạt 1 | x 0,1 = 1,7  |
| 5 khuyết tật                     | nhóm cỡ hạt 2 | x 1,0 = 5,0  |
| 2 khuyết tật                     | nhóm cỡ hạt 3 | x 5,0 = 10,0 |
| 0 khuyết tật                     | nhóm cỡ hạt 4 | x 10,0 = 0   |
| chỉ số hàm lượng phần gel = 16,7 |               |              |

Thử nghiệm đánh dấu mực được thực hiện theo tiêu chuẩn ISO 8296

Tốc độ dòng nóng chảy (MFR) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133.

Phần tan trong xylen lạnh (XCS, % khối lượng): Lượng tan trong xylen lạnh (XCS) được xác định ở 25°C theo tiêu chuẩn ISO 16152; xuất bản lần thứ nhất; 2005-07-01.

Nhiệt độ nóng chảy  $T_m$ , nhiệt độ kết tinh  $T_c$ : được đo bằng máy đo nhiệt lượng quét vi sai Mettler TA820 (DSC) trên các mẫu 5 tới 10mg. DSC chạy theo tiêu chuẩn ISO 11357/phần 3 /phương pháp C2 theo chu kỳ gia nhiệt/làm nguội/gia nhiệt với tốc độ quét 10°C/phút trong khoảng nhiệt độ +23 tới +210°C. Entalpy và nhiệt độ kết tinh được xác định ở bước làm nguội, trong khi nhiệt độ nóng chảy và entalpy nóng chảy được xác định ở bước gia nhiệt lần hai.

### Nguyên liệu

UNEX HDPE T1 được cung cấp bởi hãng Dakota nv, Belgium, nó polyetylen tỷ trọng cao ở dạng bột có nhiệt độ nóng chảy  $T_m$  bằng  $130^{\circ}\text{C}$ , tốc độ dòng nóng chảy  $\text{MFR}_2$  bằng 20g/10 phút ( $190^{\circ}\text{C}/2,16\text{kg}$ ), tỷ trọng khoảng  $940\text{kg/m}^3$ ,  $d_{50}$  bằng 401,6,  $d_{90}$  bằng 712,3,  $d_{10}$  bằng 187,9 và SPAN bằng 1,31.

MG9601, được cung cấp bởi hãng Borealis, ở dạng viên tròn, nó là polyetylen tỷ trọng cao có tỷ trọng bằng  $960\text{kg/m}^3$ , tốc độ dòng nóng chảy  $\text{MFR}_2$  bằng 31g/10 phút ( $190^{\circ}\text{C}/2,16\text{kg}$ ), và cỡ hạt  $d_{50}$  lớn hơn 1mm.

### Polypropylen (PP)

Chất xúc tác được sử dụng trong các quy trình trùng hợp trong các ví dụ là chất xúc tác được điều chế như ở Ví dụ 8 của WO 2004/029112A1 (xem các trang 22-23), chỉ khác là dietyl nhôm clorua được sử dụng làm hợp chất nhôm thay cho trietyl nhôm.

Chất cho điện tử ngoại là đixyclopentylđimetoxy silan đã được sử dụng. Tỷ lệ giữa nhôm và chất cho điện tử là 7,5. Polypropylen đã được đồng trùng hợp cùng với etylen trong hệ thống thiết bị phản ứng nhiều giai đoạn hai hình thái quy mô pilot theo cách thức trùng hợp bao gồm quá trình tiền trùng hợp, thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp và thiết bị phản ứng trong pha khí, cùng với chất xúc tác của hệ thống nêu trên và trong các điều kiện trùng hợp sau đây (Bảng 1). Các dấu hiệu kỹ thuật của copolyme đã tạo ra được đưa ra trong bảng 2.

Bảng 1: Các điều kiện trùng hợp copolyme ngẫu nhiên của propylen (PP)

|                | Ví dụ                           | PP                               |
|----------------|---------------------------------|----------------------------------|
|                | Tổng sản phẩm (kg/giờ)          | 60                               |
| Tiền trùng hợp | Nhiệt độ ( $^{\circ}\text{C}$ ) | 30                               |
|                | Áp suất (ba)                    | 55 ( $55 \cdot 10^5 \text{Pa}$ ) |
|                | Chất cho điện tử (g/t)          | 35                               |
|                | Liệu cấp H <sub>2</sub> (g/giờ) | 2,5                              |
|                | Liệu cấp C <sub>2</sub> (g/giờ) | 300                              |

|                                 |                                    |                            |
|---------------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| Thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp | Nhiệt độ (°C)                      | 70                         |
|                                 | Tổng sản phẩm (kg/h)               | 25                         |
|                                 | Áp suất (ba)                       | 55 (55.10 <sup>5</sup> Pa) |
|                                 | Lượng C2 (% khối lượng)            | 2                          |
|                                 | C2/năng suất (kg/t)                | 22                         |
|                                 | Liệu cấp C2 (g/h)                  | 350                        |
|                                 | H2/C3 trong vòng lặp<br>(mol/kmol) | 4                          |
|                                 | MFR (230°C)                        | 8                          |
| Thiết bị phản ứng trong pha khí | C2/C3 (mol/kmol)                   | 14                         |
|                                 | Lượng C2 (% khối lượng)            | 2                          |
|                                 | H2/C3 (mol/kmol)                   | 40                         |
|                                 | MFR (230°C)                        | 8                          |
|                                 | Nhiệt độ (°C)                      | 85                         |
|                                 | Áp suất (ba)                       | 21 (21.10 <sup>5</sup> Pa) |
|                                 | Mức độ chia tách (%)               | 55                         |

Trong bảng 1, thuật ngữ “H2/C3 (mol/kmol)” được dùng để chỉ tỷ lệ liệu cấp H2/C3, và thuật ngữ “C2/C3 mol/kmol” được dùng để chỉ tỷ lệ liệu cấp C2/C3. Thể tích của thiết bị phản ứng tiền trùng hợp là rất nhỏ, và năng suất là nhỏ hơn nhiều so với ở thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp và thiết bị phản ứng trong pha khí. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "R-PP1" được dùng để chỉ cho toàn bộ copolyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp và thiết bị phản ứng kiểu vòng lặp, và thuật ngữ "R-PP2" được dùng để chỉ cho phần được tạo ra trong thiết bị phản ứng trong pha khí.

Các đặc điểm kỹ thuật của sản phẩm copolyme thành phẩm được đưa ra trong bảng 2.

Bảng 2: Các đặc điểm kỹ thuật của copolyme ngẫu nhiên của propylen (PP)

|                  |                | PP  |
|------------------|----------------|-----|
| C <sub>2</sub>   | [% khối lượng] | 2   |
| MFR <sub>2</sub> | [g/10 phút]    | 8,0 |
| XS               | [% khối lượng] | 3,5 |

Sau khi trùng hợp, copolyme được viên tròn trong máy ép đùn. Sản phẩm có chứa các chất phụ gia thông thường như chất tẩy axit thông thường (ví dụ, Ca stearat), chất chống oxy hoá (ví dụ, Irganox 1010, Irgafos 168), và chất chống chập dính (ví dụ, silic oxit tổng hợp) với tổng khối lượng 0,45% khối lượng.

## CE1

100% khối lượng PP đã tạo ra như vậy được ép đùn cùng với nhau trong máy đúc để tạo ra màng đúc một lớp với độ dày 50µm.

## CE2

96% khối lượng PP đã tạo ra như vậy được đồng ép đùn cùng với 4% khối lượng MG9601 (ở dạng viên tròn) trong máy đúc để tạo ra màng đúc một lớp với độ dày 50µm.

## IE1

96% khối lượng PP đã tạo ra như nêu trên được đồng ép đùn cùng với 4% khối lượng UNEX HDPE T1 đã được nghiền lạnh sâu trong máy đúc để tạo ra màng đúc một lớp với độ dày 50µm.

Bảng 3: Các kết quả thử nghiệm

|     | Chỉ số hàm lượng phần gel | Thử nghiệm đánh dấu mực |         |         | Độ đục |
|-----|---------------------------|-------------------------|---------|---------|--------|
|     |                           | Ngày 7                  | Ngày 14 | Ngày 21 |        |
| CE1 | 16                        | 38                      | 36      | 36      | 1,4    |

|     |    |    |    |    |     |
|-----|----|----|----|----|-----|
| CE2 | 61 | 38 | 36 | 36 | 3,5 |
| IE1 | 8  | 38 | 36 | 36 | 3,1 |

Việc dùng polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt đặc thù theo sáng chế chỉ ảnh hưởng đôi chút tới các đặc tính quang học trong khi cho phép cải thiện một cách đáng kể chỉ số hàm lượng phân gel. Việc dùng bột polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) dẫn đến làm giảm độ đục khác hẳn với việc dùng viên tròn polyetylen tỷ trọng cao (HDPE), tức là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt, ví dụ, trị số  $d_{50}$ , lớn hơn cỡ hạt theo sáng chế. Hơn nữa, khả năng lưu giữ điện hoa vẫn được duy trì ở mức tương đương.

## **YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Hỗn hợp polypropylen gồm:

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng (ppw) của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng của hỗn hợp,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ .

2. Hỗn hợp polypropylen theo điểm 1, trong đó hỗn hợp này được tạo ra bằng cách trộn, tốt hơn là trộn khô hoặc trộn nóng chảy, polypropylen (PP) với polyetylen tỷ trọng cao (HDPE).

3. Hỗn hợp polypropylen được tạo ra bằng cách trộn:

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng (ppw) của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng của hỗn hợp,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn  $1000\mu\text{m}$ .

4. Hỗn hợp polypropylen theo điểm 3, trong đó việc trộn là trộn khô hoặc trộn nóng chảy.

5. Hỗn hợp polypropylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt trung bình  $d_{50}$  nhỏ hơn  $800\mu\text{m}$ .

6. Hỗn hợp polypropylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có:

(a) nhiệt độ nóng chảy ( $T_m$ ) nằm trong khoảng từ  $120$  đến  $150^\circ\text{C}$ ;

và/hoặc

(b) tốc độ dòng nóng chảy MFR<sub>2</sub> (190°C, 2,16kg) nằm trong khoảng từ 10 đến 30 g/10 phút;

và/hoặc

(c) tỷ trọng ít nhất là 930 kg/m<sup>3</sup>.

7. Hỗn hợp polypropylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polypropylen (PP) là copolyme propylen ngẫu nhiên có hàm lượng comonome nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6,0%mol, tốt hơn là comonome này là etylen và/hoặc  $\alpha$ -olefin có 4 tới 10 nguyên tử cacbon.

8. Hỗn hợp polypropylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polypropylen (PP) có:

(a) tốc độ dòng nóng chảy MFR<sub>2</sub> (230°C) đo được theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 5 đến 15 g/10 phút;

và/hoặc

(b) phân tan trong xylen lạnh (XCS) nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0% khối lượng.

9. Hỗn hợp polypropylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hỗn hợp này không chứa tác nhân trượt.

10. Màng làm từ hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

11. Màng theo điểm 10, trong đó màng này có:

(a) độ đục nhỏ hơn 5,0% đo được trên màng đúc dày 50 $\mu$ m theo tiêu chuẩn ASTM D1003-00;

và/hoặc

(b) chỉ số hàm lượng phần gel nhỏ hơn 30.



12. Màng theo điểm 10 hoặc 11, trong đó màng này là màng đúc hoặc màng thổi trong đó, tùy ý, màng này được phủ kim loại.

13. Quy trình sản xuất hỗn hợp polypropylen, trong đó:

(a) polypropylen (PP) với lượng ít nhất 85 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng (ppw) của hỗn hợp, và

(b) polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) với lượng không lớn hơn 15 phần khối lượng (ppw) tính theo 100 phần khối lượng (ppw) của hỗn hợp,

được trộn, tốt hơn là được trộn khô hoặc được trộn nóng chảy,

trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có cỡ hạt tối đa  $d_{90}$  nhỏ hơn 1000 $\mu\text{m}$ .

14. Quy trình theo điểm 13, trong đó polyetylen tỷ trọng cao (HDPE), polypropylen (PP), cũng như hỗn hợp đã nêu là như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 tới 9.

15. Quy trình sản xuất màng bằng cách sử dụng hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 tới 9.

16. Quy trình theo điểm 15, trong đó hỗn hợp được cấp vào dây chuyền sản xuất màng đúc hoặc dây chuyền sản xuất màng thổi để nhờ đó tạo ra màng.