



(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)



1-0030976

(51)⁷ C08F 4/654; C08F 10/00; C08F 4/02

(13) B

(21) 1-2014-01062

(22) 05/09/2012

(86) PCT/TH2012/000042 05/09/2012

(87) WO 2013/036211 14/03/2013

(30) 1101001885 05/09/2011 TH

(45) 25/02/2022 407

(43) 25/06/2014 315A

(73) PTT GLOBAL CHEMICAL PUBLIC COMPANY LIMITED (TH)

555/1, Energy Complex, Building A, 14th - 18th Floor Vibhavadi Rangsit Road,
Chatuchak Bangkok 10900, Thailand

(72) SAMINGPRAI, Sutheerawat (TH); YENJITRATTANAWALEE, Onteera (TH);
CHANDAVASU, Chaya (TH).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) CHẤT XÚC TÁC POLYME HÓA OLEFIN CÓ HOẠT TÍNH Ở MỨC CAO CHỨA
CHẤT MANG SILIC OXIT CHỨA BO VÀ QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến chất xúc tác polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo và quy trình điều chế chất xúc tác này. Sáng chế được đặc trưng ở chỗ, chất mang này được xử lý nhiệt kết hợp với xử lý hóa học bằng cách sử dụng hợp chất bo. Hợp chất bo được sử dụng trong xử lý hóa học theo sáng chế là bo halogenua, tốt hơn là bo trichlorua. Chất xúc tác theo sáng chế có khối lượng của bo so với chất mang là từ 0,5% đến 0,7% và có khối lượng của bo so với chất xúc tác là từ 0,1% đến 0,5%. Chất xúc tác của sáng chế có các thành phần hóa học bao gồm: - bo từ 0,1% đến 0,5% khối lượng; - titan từ 4% đến 6% khối lượng; - magie từ 2% đến 6% khối lượng; - clorua từ 15% đến 25% khối lượng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo và quy trình hóa học điều chế chất xúc tác này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết rằng cấu hình và sự phân bố kích cỡ của polyme và chất xúc tác là có tương quan với nhau. Như được bộc lộ trong ấn phẩm: Ludwig L. Bohm, Angew. Chem. Int. Ed. 2003, 42, 5010 - 5030, tức là khi chất xúc tác có cấu hình hình cầu và khoảng phân bố kích cỡ hẹp, nó cũng sẽ tạo ra polyme mà có cấu hình hình cầu và khoảng phân bố kích cỡ hẹp. Do đó, có nỗ lực để cải thiện kích cỡ và cấu hình của polyme bằng cách sử dụng chất xúc tác có hoạt tính ở mức cao.

Patent Mỹ số 6,228,792 B1 (2001) của Michael John Carney bộc lộ quy trình điều chế chất xúc tác mang silic oxit mà được xử lý bằng cách sử dụng butyl etyl magie (BEMag). Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng chất xúc tác được tạo ra bằng phương pháp này tạo ra sự phân bố kích cỡ rộng và tạo ra lượng bụi lớn mà khó để loại bỏ, hoặc cần thiết phải sử dụng thiết bị bổ sung để loại bỏ bụi dẫn đến chi phí sản xuất cao hơn.

Patent Mỹ số 7,259,125 A1 (2008) của Maria A. Apeccetche, Phuong A. Cao và đồng tác giả bộc lộ quy trình điều chế chất xúc tác, trong đó chất mang silic oxit được tạo ra bằng cách sử dụng trietyl nhôm làm bazơ Lewis. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng chất xúc tác được tạo ra từ phương pháp này hầu như không tạo ra hoạt tính ở mức cao.

Do đó, mục đích của sáng chế là làm tăng hoạt tính của chất xúc tác bằng cách sử dụng axit Lewis. Trong khi đó, chất xúc tác thu được sẽ có sự phân bố kích cỡ hẹp mà cũng sẽ ngăn ngừa vấn đề sự cố về bụi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến chất xúc tác polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo và quy trình điều chế chất xúc tác này. Sáng chế được đặc trưng ở chỗ, chất mang này được xử lý nhiệt kết hợp với xử lý hóa học bằng cách sử dụng hợp chất bo.

Hợp chất bo được sử dụng trong xử lý hóa học theo sáng chế là bo halogenua, tốt hơn là bo trichlorua.

Chất xúc tác theo sáng chế có khối lượng của bo so với chất mang là từ 0,5% đến 0,7% và có khối lượng của bo so với chất xúc tác là từ 0,1% đến 0,5%.

Chất xúc tác theo sáng chế có thành phần hóa học bao gồm:

- Bo từ 0,1% đến 0,5% khối lượng
- Titan từ 4% đến 6% khối lượng
- Magie từ 2% đến 6% khối lượng
- Clorua từ 15% đến 25% khối lượng.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo. Quy trình này bao gồm các bước sau đây:

- (a) xử lý silic oxit bằng nhiệt trong khí trơ;
- (b) xử lý hóa học silic oxit thu được từ (a) bằng cách sử dụng hợp chất bo để thu được chất mang silic oxit chứa bo; và
- (c) điều chế chất xúc tác từ chất mang silic oxit thu được từ (b).

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện các kết quả của việc xử lý silic oxit bằng cách gia nhiệt cho hoạt tính xúc tác của chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin.

Fig.2 thể hiện các kết quả của việc xử lý hóa học của silic oxit.

Fig.3 thể hiện sự phân bố cỡ hạt của chất mang mà không cần xử lý nhiệt và chất xúc tác được tạo ra từ chất mang.

Fig.4 thể hiện sự phân bố cỡ hạt của silic oxit, chất mang BOS và TOS.

Fig.5 thể hiện sự phân bố cỡ hạt của silic oxit, chất mang Cat A1 và Cat A2.

Fig.6 thể hiện sự phân bố cỡ hạt của chất mang BOS, Cat B1 và Cat B2.

Fig.7 thể hiện sự phân bố cỡ hạt của chất mang TOS, Cat B1 và Cat B2.

Fig.8 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) silic oxit mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (b) silic oxit mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (c) BOS mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; và (d) BOS mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần.

Fig.9 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) Cat NA1 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (b) Cat NA1 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (c) Cat NB1 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (d) Cat NB1 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (e) Cat NB2 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; và (f) Cat NB2 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần.

Fig.10 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) silic oxit với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (b) silic oxit với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (c) Cat A1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (d) Cat A1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (e) Cat A2 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; và (f) Cat A2 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần.

Fig.11 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) BOS với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (b) BOS với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (c) Cat B1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (d) Cat B1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (e) Cat B2 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; và (f) Cat B2 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần.

Fig.12 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) TOS với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (b) TOS với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (c) Cat C1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; (d) Cat C1 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần; (e) Cat C2 mà không cần xử lý nhiệt ở sự phóng đại 100 lần; và (f) Cat C2 với sự xử lý nhiệt ở sự phóng đại 500 lần.

Fig.13 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) polyetylen thu được từ chất xúc tác NA1 ở sự phóng đại 50 lần; (b) polyetylen thu được từ chất xúc tác NB1 ở sự phóng đại 50 lần; và (c) polyetylen thu được từ chất xúc tác NB2 ở sự phóng đại 50 lần.

Fig.14 thể hiện vi biểu đồ từ SEM của (a) polyetylen thu được từ chất xúc tác A1 ở sự phóng đại 30 lần; (b) polyetylen thu được từ chất xúc tác B1 ở sự phóng đại 30 lần; (c) polyetylen thu được từ chất xúc tác B2 ở sự phóng đại 30 lần; và (e) polyetylen thu được từ chất xúc tác C1 ở sự phóng đại 30 lần.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo và quy trình điều chế chất xúc tác mà sẽ được mô tả theo các khía cạnh sau đây của sáng chế.

Khía cạnh bất kỳ được thể hiện trong bản mô tả sáng chế này sẽ có nghĩa bao gồm việc áp dụng với các khía cạnh khác của sáng chế, trừ phi được quy định cụ thể theo cách khác.

Các định nghĩa

Tất cả các thuật ngữ kỹ thuật và khoa học được sử dụng trong bản mô tả sáng chế này có nghĩa được hiểu bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, trừ phi được xác định cụ thể theo cách khác.

Việc sử dụng danh từ hoặc đại từ số ít khi được sử dụng với "bao gồm" trong các điểm yêu cầu bảo hộ và/hoặc bản mô tả có nghĩa là "một" và cũng sẽ bao gồm "một hoặc nhiều", "ít nhất một", và "một hoặc nhiều hơn một".

Trong toàn bộ bản mô tả sáng chế này, thuật ngữ "khoảng" được sử dụng để chỉ giá trị bất kỳ mà được xuất hiện hoặc được biểu diễn trong bản mô tả sáng chế này có thể được thay đổi hoặc độ lệch có thể xảy ra từ sai số của thiết bị và phương pháp được sử dụng để xác định các giá trị khác nhau.

Thuật ngữ "chứa", "có" và "gồm có" là các động từ không giới hạn, trong đó một hoặc nhiều trong số các dạng động từ này, ví dụ "chứa", "có chứa", "có", "việc có", "gồm có", "việc gồm có" cũng là các động từ không giới hạn. Ví dụ, phương pháp

bất kỳ mà "bao gồm", "có" hoặc "gồm có" một bước hoặc nhiều hơn không giới hạn đến một bước hoặc nhiều bước nhưng cũng bao gồm các bước mà không được kể đến.

Dụng cụ, thiết bị, phương pháp hoặc thuốc thử bất kỳ được kể đến trong bản mô tả sáng chế này, trừ phi được chỉ định theo cách khác, sẽ có nghĩa là dụng cụ, thiết bị, phương pháp hoặc thuốc thử mà thường được sử dụng hoặc được thực hành bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Phương pháp, quy trình hoặc bước bất kỳ theo quy trình bất kỳ được thực hiện trong sáng chế, trừ phi được chỉ định khác một cách cụ thể, sẽ có nghĩa là thực hiện trong khí trơ.

Tất cả các chế phẩm và/hoặc phương pháp được bộc lộ và được yêu cầu bảo hộ trong sáng chế này nhằm bao gồm các khía cạnh của sáng chế thu được từ sự biểu diễn, vận hành, biến đổi, làm thay đổi các yếu tố bất kỳ mà không cần các thử nghiệm khác nhau một cách đáng kể với sáng chế và đạt được cùng các đặc tính, tính hữu ích, thuận lợi và các kết quả tương tự với các khía cạnh của sáng chế theo người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này thậm chí không được kể đến một cách cụ thể trong các điểm yêu cầu bảo hộ. Do đó, các khía cạnh thay thế cho hoặc tương tự với các khía cạnh của sáng chế bao gồm sự biến đổi nhỏ hoặc thay đổi mà có thể rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ được xét đến theo mục đích, khái niệm và phạm vi của sáng chế như được xuất hiện trong các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Sáng chế đề cập đến chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo và quy trình điều chế nó. Sáng chế được đặc trưng ở chỗ, chất mang này được xử lý nhiệt kết hợp với xử lý hóa học bằng cách sử dụng hợp chất bo.

Chất mang silic oxit theo sáng chế có nghĩa là bao gồm chất mang silic oxit, ví dụ, nhưng không bị giới hạn đến, silic oxit, silic oxit/nhôm oxit và silicat của nhóm IIA. Silicat, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, canxi metasilicat, silic oxit tỏa nhiệt, silic oxit tinh khiết ở mức cao và hỗn hợp của nó.

Theo một phương án, hợp chất bo được sử dụng trong xử lý hóa học theo sáng chế là bo halogenua, tốt hơn là bo trichlorua.

Chất xúc tác theo sáng chế có khối lượng của bo so với chất mang là từ 0,5 đến 0,7% và có khối lượng của bo so với chất xúc tác là từ 0,1 đến 0,5%.

Chất xúc tác của sáng chế có thành phần hóa học bao gồm:

- Bo từ 0,1% đến 0,5% khối lượng
- Titan từ 4% đến 6% khối lượng
- Magie từ 2% đến 6% khối lượng
- Clorua từ 15% đến 25% khối lượng.

Theo phương án khác, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo. Quy trình bao gồm các bước sau đây:

- (a) xử lý silic oxit bằng nhiệt trong khí trơ;
- (b) xử lý về mặt hóa học silic oxit thu được từ (a) bằng cách sử dụng hợp chất bo để thu được chất mang silic oxit chứa bo; và
- (c) điều chế chất xúc tác từ chất mang silic oxit thu được từ (b).

Trong mỗi bước điều chế chất xúc tác của sáng chế, trừ phi được kể đến một cách cụ thể, dung môi có thể được chọn từ, nhưng không chỉ giới hạn ở, hydrocacbon thơm, hydrocacbon béo mạch thẳng và vòng, olefin và ete vòng, tốt hơn là toluen, benzen, etylbenzen, cumen, xylen, mesitylen, hexan, octan, xyclohexan, metylxyclohexan, hexen, hepten, octen, tetrahydrofuran, v.v., tốt nhất là toluen. Hỗn hợp bất kỳ gồm các dung môi này cũng có thể được sử dụng.

Việc làm khô hỗn hợp thu được từ mỗi bước điều chế, trừ phi được chỉ định một cách cụ thể, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, phương pháp làm khô thông thường trong lò, làm bay hơi bằng cách khuấy, làm bay hơi trong thiết bị bay hơi kiểu quay, làm bay hơi trong chân không, sấy khô lạnh hoặc sấy phun, v.v..

Điều chế chất mang silic oxit

Sáng chế đã điều chế chất xúc tác dùng cho quá trình polyme hóa olefin có hoạt

tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo, trong đó chất mang thu được từ việc phối hợp xử lý nhiệt và xử lý hóa học.

Xử lý nhiệt của silic oxit

Việc đốt chất rắn khô có thể được thực hiện trong môi trường khí trơ, ví dụ nitơ, heli, argon hoặc hỗn hợp khí, không khí hoặc hỗn hợp.

Việc đốt có thể được thực hiện với dòng chảy hoặc sự cố định của khí trơ. Nhiệt độ đốt cháy có thể nằm trong khoảng từ 250°C đến 1000°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 400°C đến 800°C, tốt nhất là 600°C.

Yếu tố thời gian đốt không được xác định một cách cụ thể. Tuy nhiên, thời gian đốt cháy có thể nằm trong khoảng từ 0,5 giờ đến 20 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 giờ đến 6 giờ và tốt nhất là 4 giờ.

Yếu tố tốc độ gia nhiệt đốt không được xác định. Tuy nhiên, có thể gia nhiệt ở tốc độ nằm trong khoảng từ 0,1°C/phút đến 10°C/phút, mà là giá trị thông thường.

Xử lý hóa học silic oxit bằng cách sử dụng hợp chất bo

Bước xử lý hóa học theo sáng chế sử dụng hợp chất bo như axit Lewis bằng cách sử dụng tỷ lệ mol của silic oxit/hợp chất bo từ 100 đến 300: từ 5 đến 9, tốt hơn là 200:7.

Việc xử lý hóa học chất mang silic oxit theo sáng chế có thể được thực hiện như sau:

Việc xử lý bề mặt của silic oxit được xử lý nhiệt được thực hiện bằng cách bổ sung hexan 150ml vào SiO₂ 14,25g, sau đó bổ sung BC13 7ml. Khuấy hỗn hợp khoảng 30 phút trong bể dầu ở 40°C cho đến khi nhiệt độ được tăng đến 70°C, sau đó làm khô trong chân không. Sau đó, hỗn hợp thu được sẽ được gọi là BOS (BCl₃ trên silic oxit).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây thể hiện sáng chế mà không làm giới hạn phạm vi của sáng chế.

(A) Điều chế ví dụ so sánh Cat NA1 (SiO₂/BEMag/TiCl₄)

Tạo huyền phù silic oxit 2g (0,033mol) trong heptan 400ml ở nhiệt độ trong phòng, sau đó thêm BEMag 12,2ml (0,011mol) vào trong 5 phút. Sau đó, gia nhiệt hỗn hợp bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát và sau đó tạo bọt khí HCl và thêm vào hỗn hợp qua ống nhúng trong 1 giờ. Sau đó, thêm etanol 2ml (0,033mol) vào ở nhiệt độ trong phòng và gia nhiệt huyền phù bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó thêm TiCl_4 8,5ml (0,078mol) vào. Sau khi việc thêm hoàn thiện, sau đó gia nhiệt lại bằng hồi lưu trong 1 giờ, rửa chất rắn thu được 5 lần bằng heptan 100ml và sau đó làm khô trong chân không để thu được sản phẩm cuối là chất xúc tác dạng rắn chảy được.

(B) Điều chế ví dụ so sánh Cat Al ($\text{SiO}_2/\text{BEMag}/\text{TiCl}_4$)

Tạo huyền phù silic oxit được xử lý nhiệt 2g (0,033mol) trong heptan 400ml ở nhiệt độ trong phòng, sau đó thêm BEMag 12,2ml (0,011mol) vào trong 5 phút. Sau đó, gia nhiệt hỗn hợp bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát và sau đó sục khí HCl vào hỗn hợp qua ống nhúng trong 1 giờ. Sau đó, thêm etanol 2ml (0,033mol) vào ở nhiệt độ trong phòng và gia nhiệt huyền phù bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó bổ sung TiCl_4 8,5ml (0,078mol) vào. Sau khi bổ sung xong, gia nhiệt lại bằng hồi lưu trong 1 giờ, rửa chất rắn thu được 5 lần bằng heptan 100ml và sau đó làm khô trong chân không để thu được sản phẩm cuối là chất xúc tác dạng rắn chảy được.

(C) Điều chế ví dụ so sánh Cat NA2 ($\text{SiO}_2/\text{MgCl}_2/\text{TiCl}_4$)

Tạo huyền phù silic oxit 2g (0,033mol) trong heptan 400ml ở nhiệt độ trong phòng, sau đó thêm dung dịch chứa MgCl_2 1g (10,5mmol) trong etanol tuyệt đối 6,5ml (0,1mol) vào trong 5 phút. Sau đó, gia nhiệt hỗn hợp bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát đến nhiệt độ trong phòng, và sau đó bổ sung TiCl_4 8,5ml (0,078mol) vào. Sau khi bổ sung xong, gia nhiệt lại lần nữa bằng hồi lưu trong 1 giờ, rửa chất rắn thu được 5 lần bằng heptan 100ml và sau đó làm khô trong chân không để thu được sản phẩm cuối là chất xúc tác dạng rắn chảy được.

(D) Điều chế ví dụ so sánh Cat A2 ($\text{SiO}_2/\text{MgCl}_2/\text{TiCl}_4$)

Tạo huyền phù silic oxit được xử lý nhiệt 2g (0,033mol) trong heptan 400ml ở

nhệt độ trong phòng, sau đó thêm dung dịch chứa MgCl_2 1g (10,5mmol) trong etanol tuyệt đối 6,5ml (0,1mol) vào trong 5 phút. Sau đó, gia nhiệt hỗn hợp bằng hồi lưu trong 30 phút, làm mát ở nhiệt độ trong phòng, và sau đó bổ sung TiCl_4 8,5ml (0,078mol) vào.

Sau khi bổ sung xong, gia nhiệt hỗn hợp bằng hồi lưu trong 1 giờ, rửa chất rắn thu được 5 lần bằng heptan 100ml và sau đó làm khô trong chân không để thu được sản phẩm cuối là chất xúc tác dạng rắn chảy được.

(E) Điều chế ví dụ so sánh Cat NB1 ($\text{SiO}_2\text{-BCl}_3\text{/BEMag/TiCl}_4$)

BOS 2g (0,033mol) được cho phản ứng với BEMag bằng cách sử dụng cùng phương pháp được thể hiện trong (A).

(F) Điều chế ví dụ Cat B1 ($\text{SiO}_2\text{-BCl}_3\text{/BEMag/TiCl}_4$)

BOS silic oxit được xử lý nhiệt 2g (0,033mol) được cho phản ứng bằng BEMag bằng cách sử dụng cùng phương pháp được thể hiện trong (A).

(G) Điều chế ví dụ so sánh Cat NB2 ($\text{SiO}_2\text{-BCl}_3\text{/MgCl}_2\text{/TiCl}_4$)

BOS 2g (0,033mol) được cho phản ứng với dung dịch Anh. MgCl_2 như được tạo ra trong (C).

(H) Điều chế ví dụ Cat B2 ($\text{SiO}_2\text{-BCl}_3\text{/MgCl}_2\text{/TiCl}_4$)

BOS silic oxit được xử lý nhiệt 2g (0,033mol) được cho phản ứng với dung dịch Anh. MgCl_2 như được tạo ra trong (B).

(I) Điều chế ví dụ so sánh Cat C1 ($\text{SiO}_2\text{-TEA/BEMag/TiCl}_4$)

Việc xử lý bề mặt của silic oxit được xử lý nhiệt bằng cách sử dụng TEA làm bazơ Lewis bằng cách bổ sung hexan 150ml và 23,1ml 300mmol/l TEA trong hexan vào silic oxit 14,25g tương ứng. Khuấy hỗn hợp trong 30 phút trong bể dầu ở 40°C cho đến khi nhiệt độ tăng đến 70°C và sau đó làm khô trong chân không. Sau đó, hỗn hợp thu được sẽ được gọi là TOS (TEA-trên silic oxit).

Sau đó, cho TOS 2g (0,033mol) phản ứng với BEMag bằng cách sử dụng cùng phương pháp được thể hiện trong (A).

(J) Điều chế ví dụ so sánh Cat C2 ($\text{SiO}_2\text{-TEA/MgCl}_2\text{/TiCl}_4$)

TOS 2g (0,033mol) được cho phản ứng với dung dịch Anh. $MgCl_2$ như được tạo ra trong (C).

Phản ứng polyme hóa của etylen

Phản ứng polyme hóa của etylen có thể được thực hiện bằng cách sử dụng các điều kiện sau đây. Việc này được thực hiện bằng cách bổ sung hexan, TEA và chất xúc tác vào bình phản ứng, sau đó gia nhiệt bình phản ứng đến nhiệt độ định trước trong khi etylen được nạp một cách liên tục vào bình phản ứng. Lọc và làm khô sản phẩm polyme thu được.

Kích cỡ bình phản ứng 2L

Nạp hexan 1L

Nạp chất xúc tác 0,01mmol/L

Nạp đồng chất xúc tác 1mmol/L

Nạp hydro 3,5kgs/cm²

Nạp etylen 4,5kgs/cm²

Nhiệt độ phản ứng 80°C

Thời gian phản ứng 120 phút

Các thuận lợi sau đây và các khía cạnh của sáng chế hiện tại được thể hiện trong các ví dụ tham chiếu đến các hình vẽ kèm theo.

Xác định thành phần hóa học của chất mang và chất xúc tác

Ti: khối lượng chế phẩm chứa titan được đánh giá bằng quang phổ kế trong khoảng tia cực tím-nhìn thấy.

Mg: khối lượng chế phẩm chứa magie được đánh giá bằng sự chuẩn độ với cực quang DP5.

Cl: khối lượng chế phẩm chứa clorua được đánh giá bằng cách chuẩn độ với điện cực chọn lọc ion Ag/AgCl.

B: khối lượng chế phẩm chứa bo được đánh giá bằng ICP-OES, SPECTRO ARCOS, Phía để quan sát huyết thanh (Thăng đứng).

Bảng 1 thể hiện thành phần hóa học của chất xúc tác

Ví dụ	Thành phần hóa học của chất xúc tác (% khối lượng)				
	B	Al	Ti	Mg	Cl
Silic oxit mà không cần xử lý nhiệt					
BOS BCl ₃ trên silic oxit	0,64	-	-	-	-
Cat NA1 SiO ₂ /BEMag/TiCl ₄	-	-	5,5	6,8	28
Cat NB1 BOS/BEMag/TiCl ₄	0,16	-	3,9	4,6	19,8
Cat NB2 BOS/MgCl ₂ /TiCl ₄	0,30	-	3,1	2,5	16,9
Silic oxit với xử lý nhiệt					
BOS BCl ₃ trên silic oxit	0,48	-	-	-	-
TOS TEA trên silic oxit	-	1,36	-	-	-
Cat A1 SiO ₂ /BEMag	-	-	5,6	6,4	26,1
Cat A2 SiO ₂ /MgCl ₂	-	-	4,7	3,9	20,8
Cat B1 BOS/BEMag	0,13	-	5,8	5,6	24,8
Cat B2 BOS/MgCl ₂	0,26	-	5,9	5,5	17,2
Cat C1 TOS/BEMag	-	0,88	6,1	6	24
Cat C1 TOS/MgCl ₂	-	0,95	6,8	5,1	19,3

Nghiên cứu hoạt tính xúc tác

Sự polyme hóa huyền phù đặc etylen được thực hiện với kích cỡ bình phản ứng 2L, hexan 1L, chất xúc tác 0,01mmol Ti, TEA 1mmol, H₂ 3,5kgs/cm², etylen 4,5kgs/cm², nhiệt độ 80°C và thời gian phản ứng 120 phút.

Phân tích diện tích bề mặt

Diện tích bề mặt của silic oxit, silic oxit được xử lý và chất xúc tác có thể được xác định bằng Brunauer-Emmett-Teller (BET) qua sự hấp thụ nitơ. Các kết quả được thể hiện trong các Fig. từ 3 đến 7.

Phân tích cỡ hạt

Cỡ hạt và sự phân bố kích cỡ của hạt silic oxit, silic oxit được xử lý, chất xúc tác và bột polyme có thể được xác định bằng Matersizer 2000, MALVERN. Các kết

quả được thể hiện trong các Fig. từ 3 đến 7.

Nghiên cứu hình thái học

Việc nghiên cứu hình thái học của silic oxit, silic oxit được xử lý, chất xúc tác và bột polyme có thể được thực hiện bằng kính hiển vi quang học (Opticle Microscope - MOM) và kính hiển vi điện tử quét (Scanning Electron Microscope - SEM) như được thể hiện trong các Fig. từ 8 đến 10.

Phương pháp tốt nhất để thực hiện sáng chế

Như được nêu trong phần mô tả chi tiết của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất xúc tác polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo, được đặc trưng ở chỗ, chất mang này được xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 800°C kết hợp với việc xử lý hóa học bằng cách sử dụng hợp chất bo là axit Lewis trong đó khối lượng của bo so với chất mang là từ 0,5% đến 0,7%, trong đó chất xúc tác này có các thành phần hóa học bao gồm:

- bo từ 0,1% đến 0,5% khối lượng
- titan từ 4% đến 6% khối lượng
- magie từ 2% đến 6% khối lượng
- clorua từ 15% đến 25% khối lượng.

2. Chất xúc tác theo điểm 1, trong đó chất mang được xử lý nhiệt ở nhiệt độ 600°C.

3. Chất xúc tác theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hợp chất bo là bo halogenua.

4. Chất xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp chất bo là bo triclơrua.

5. Quy trình điều chế chất xúc tác polyme hóa olefin có hoạt tính ở mức cao chứa chất mang silic oxit chứa bo, quy trình này bao gồm các bước sau đây:

(a) xử lý silic oxit bằng nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400°C đến 800°C trong khí trơ;

(b) xử lý hóa học silic oxit thu được từ (a) bằng cách sử dụng hợp chất bo là axit Lewis để thu được chất mang silic oxit chứa bo; và

(c) điều chế chất xúc tác từ chất mang silic oxit thu được từ (b) trong đó, chất xúc tác có khối lượng của bo so với chất mang là từ 0,5% đến 0,7%,

trong đó chất xúc tác này có các thành phần hóa học bao gồm:

- bo từ 0,1% đến 0,5% khối lượng
- titan từ 4% đến 6% khối lượng
- magie từ 2% đến 6% khối lượng
- clorua từ 15% đến 25% khối lượng.

6. Quy trình điều chế chất xúc tác theo điểm 5, trong đó việc xử lý nhiệt ở bước (a) được thực hiện ở nhiệt độ 600°C.
7. Quy trình điều chế chất xúc tác theo điểm 5 hoặc 6, trong đó hợp chất bo là bo halogenua.
8. Quy trình điều chế chất xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7, trong đó hợp chất bo là bo trichlorua.
9. Quy trình điều chế chất xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 8, trong đó bước (b) có tỷ lệ mol của silic oxit/hợp chất bo là từ 100 đến 300 : từ 5 đến 9.
10. Quy trình điều chế chất xúc tác theo điểm 9, trong đó bước (b) có tỷ lệ mol của silic oxit/ hợp chất bo là 200:7.

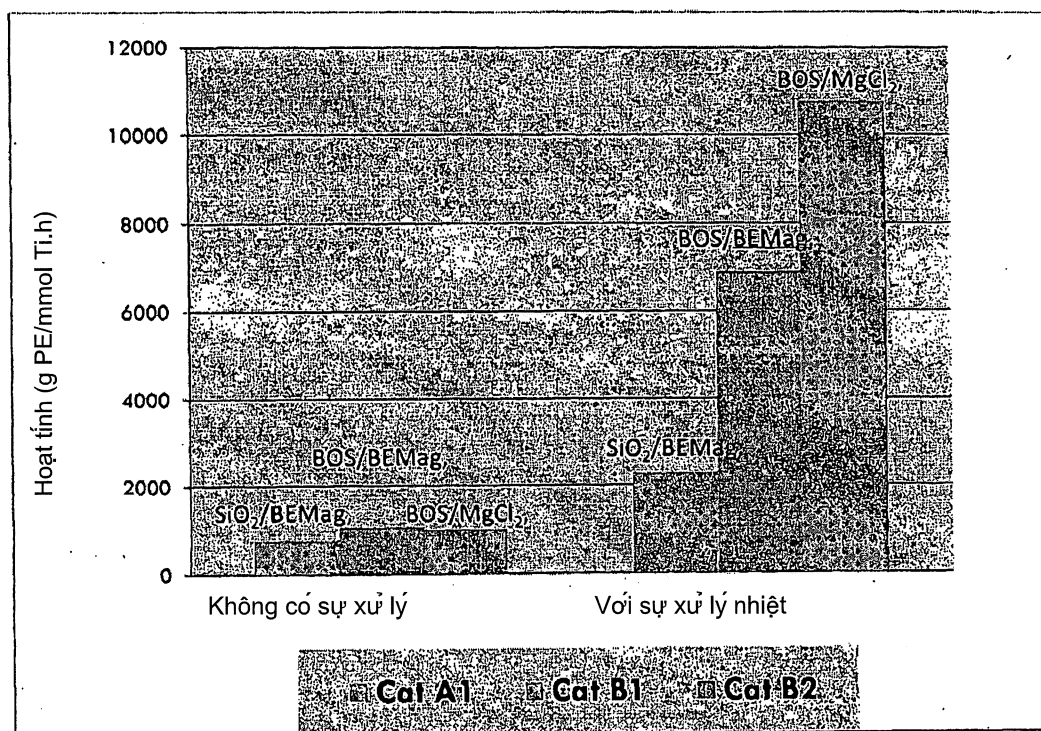


Fig.1

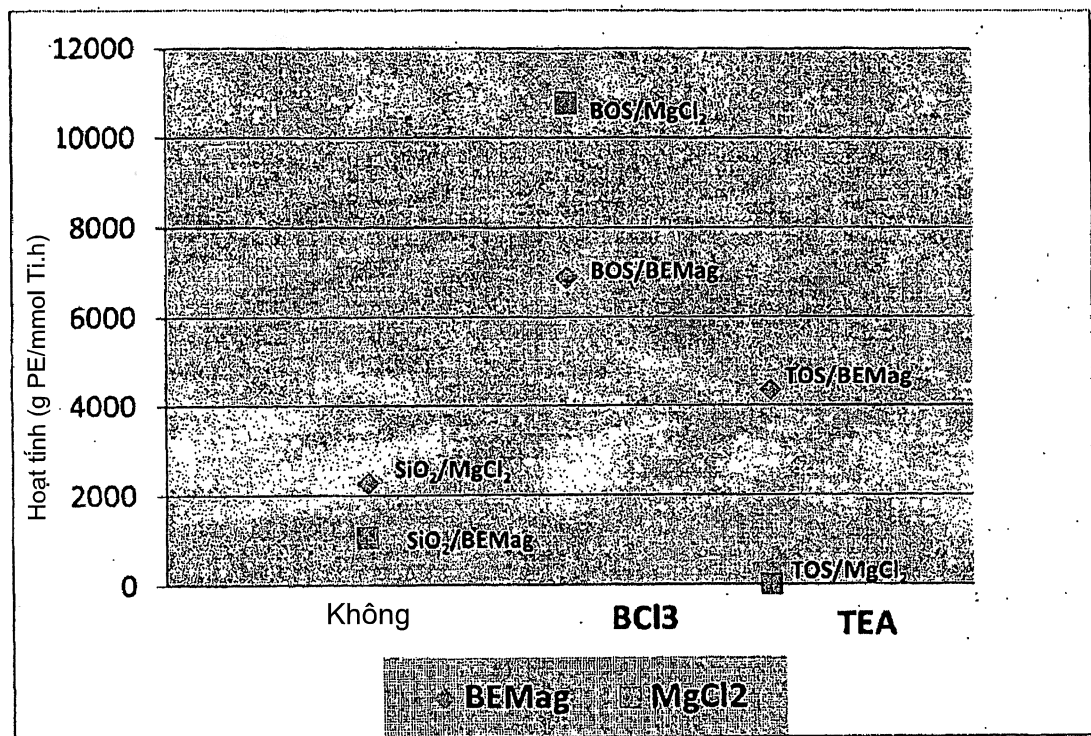


Fig.2

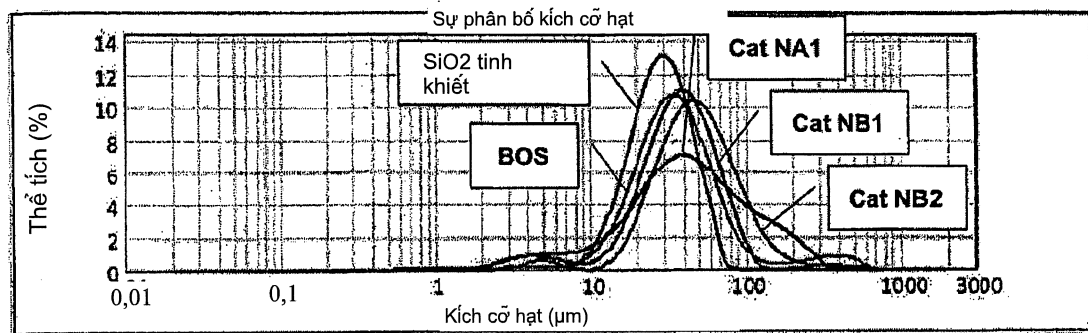


Fig.3

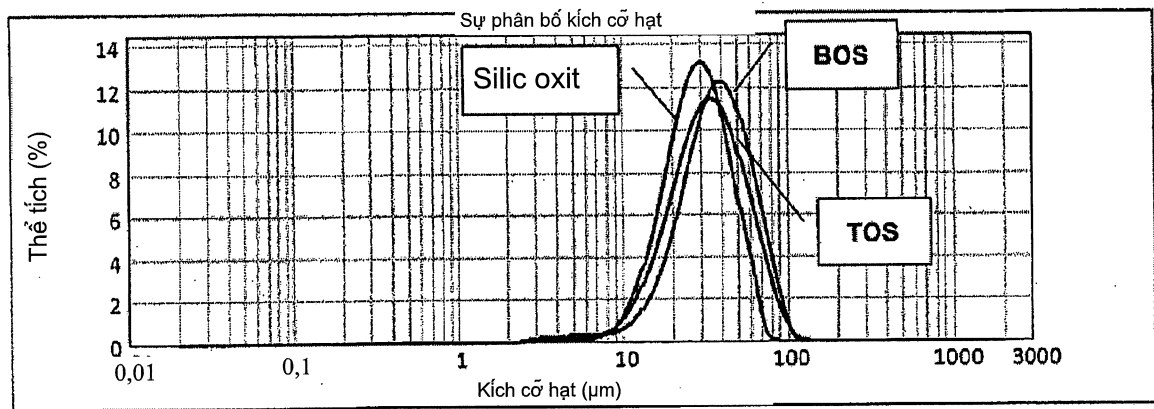


Fig.4

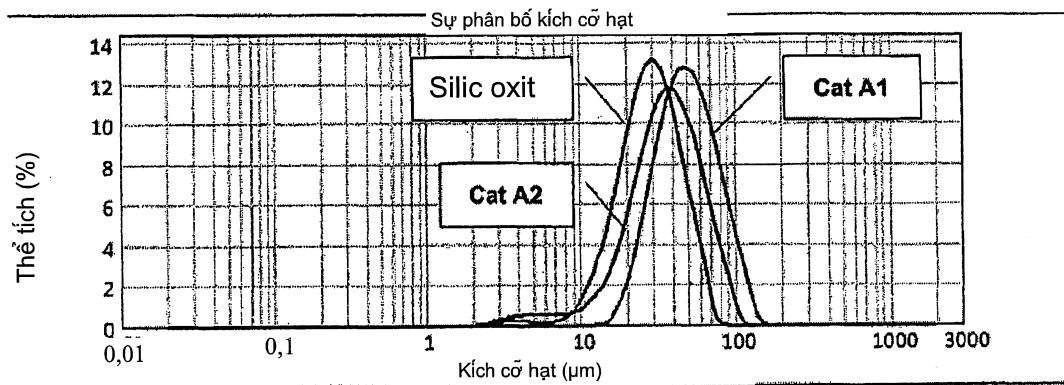


Fig.5

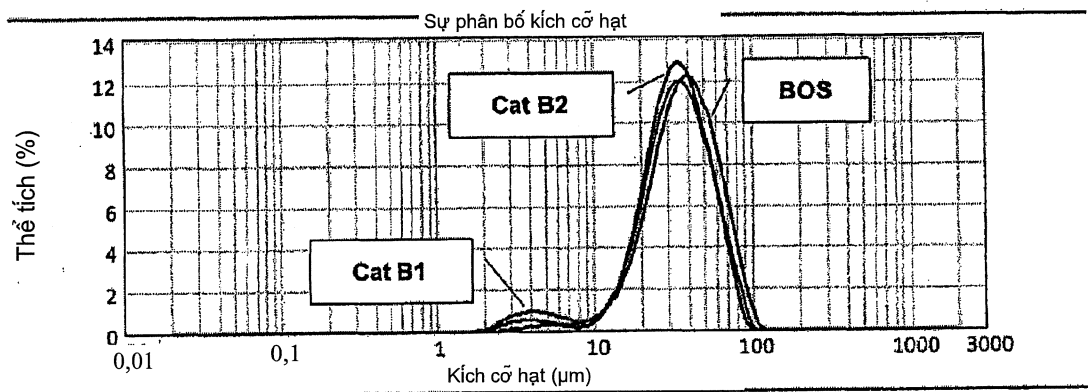


Fig.6

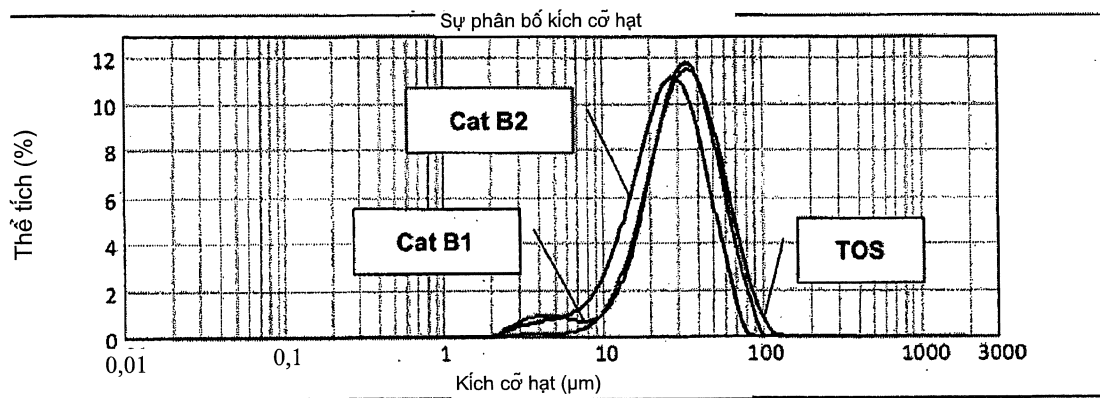


Fig.7

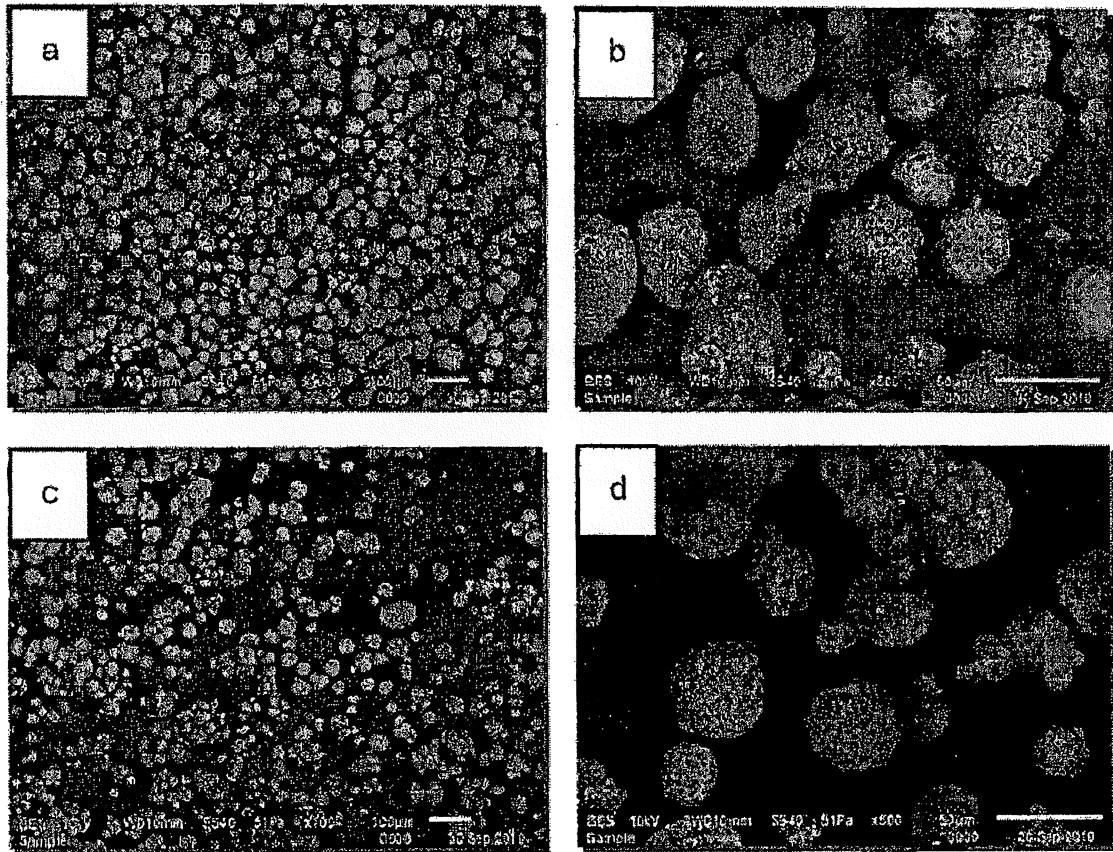


Fig.8

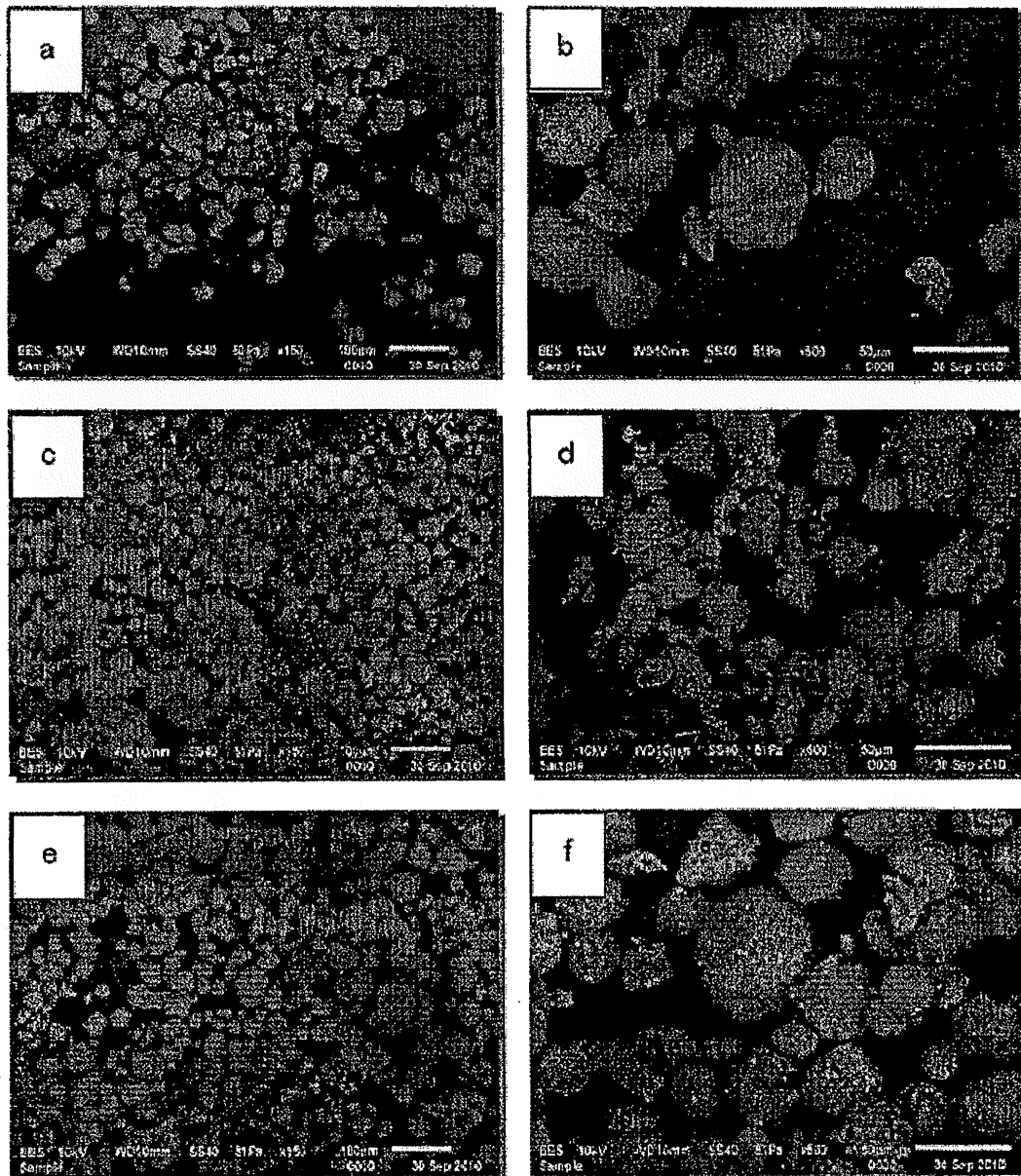


Fig.9

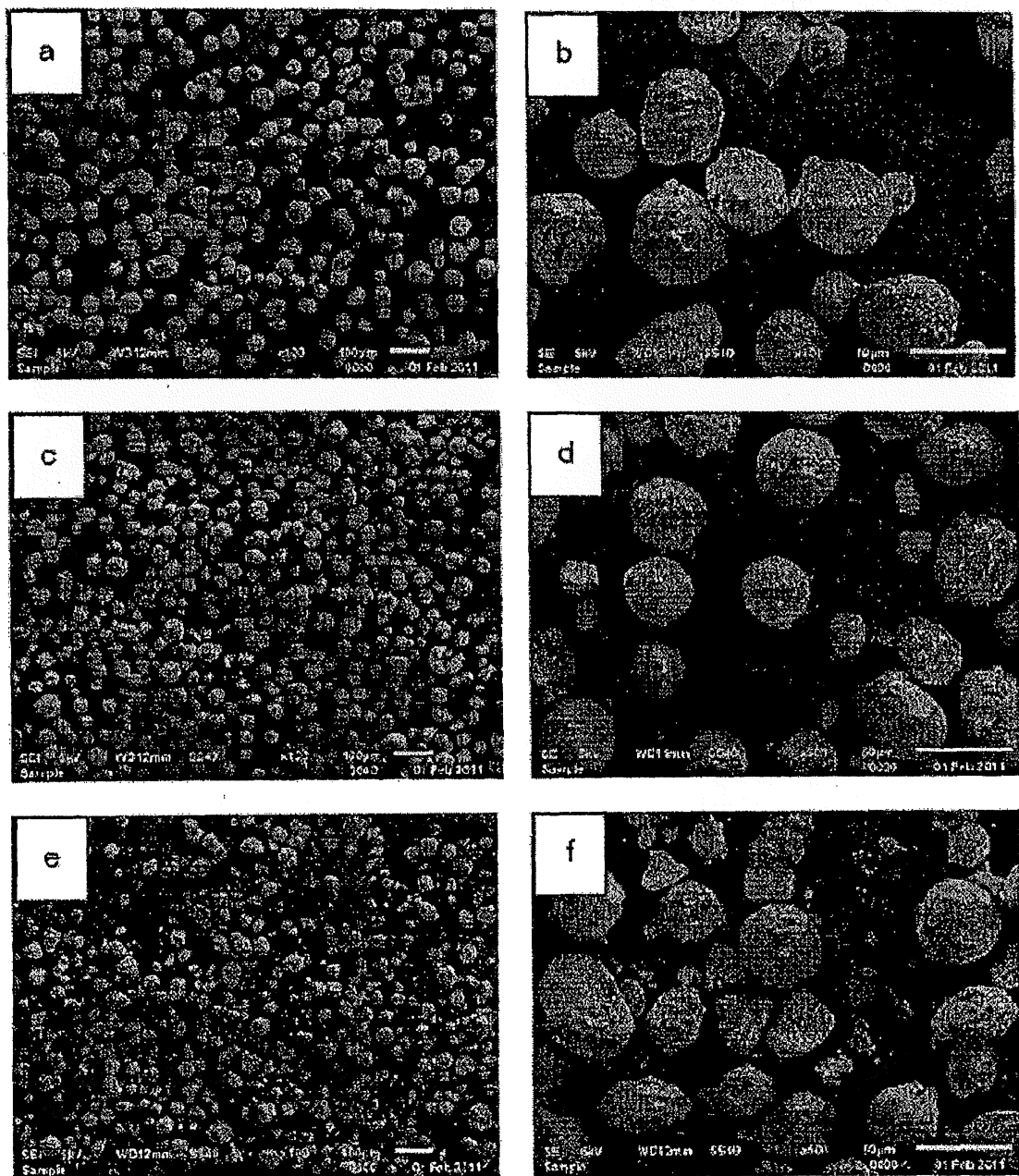


Fig.10

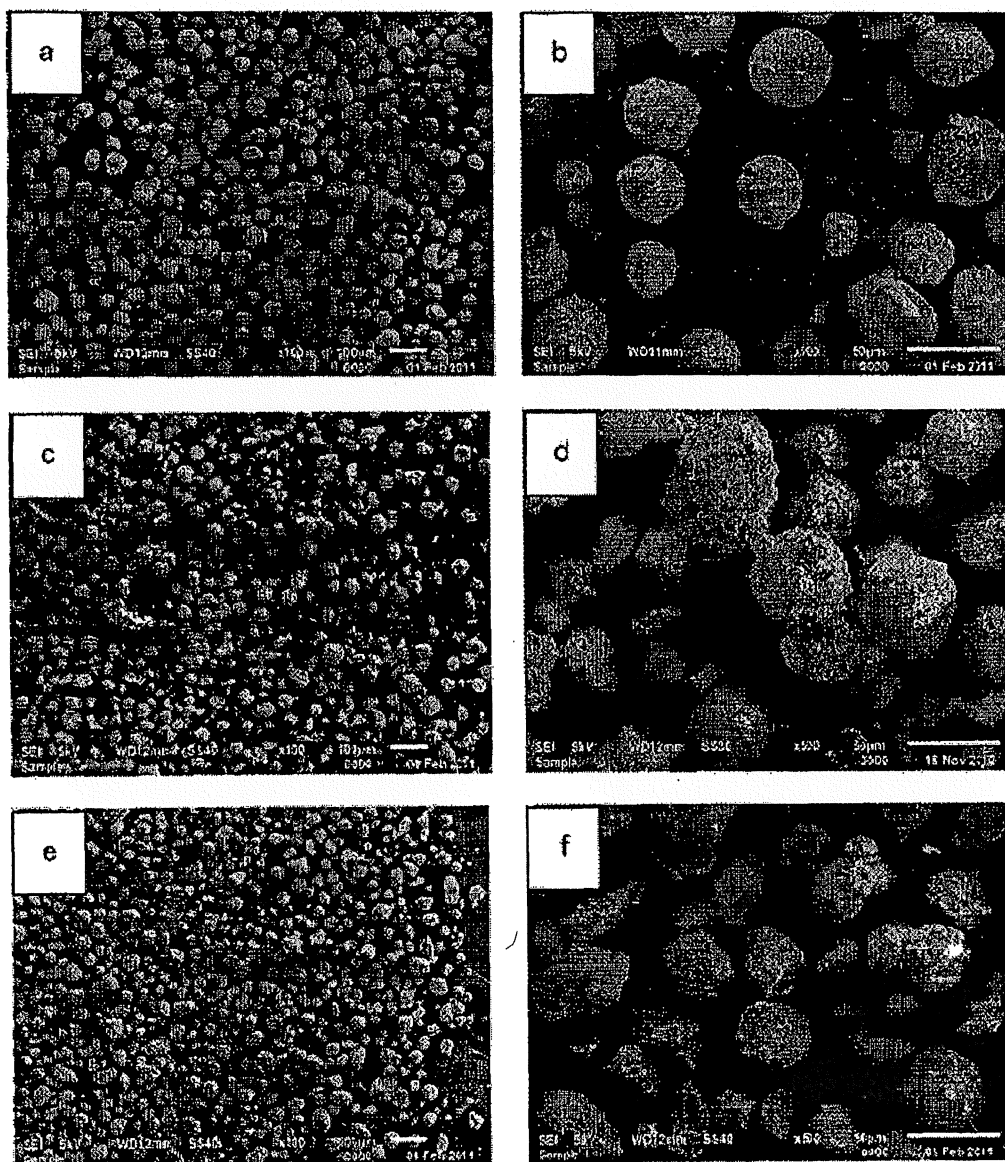


Fig.11

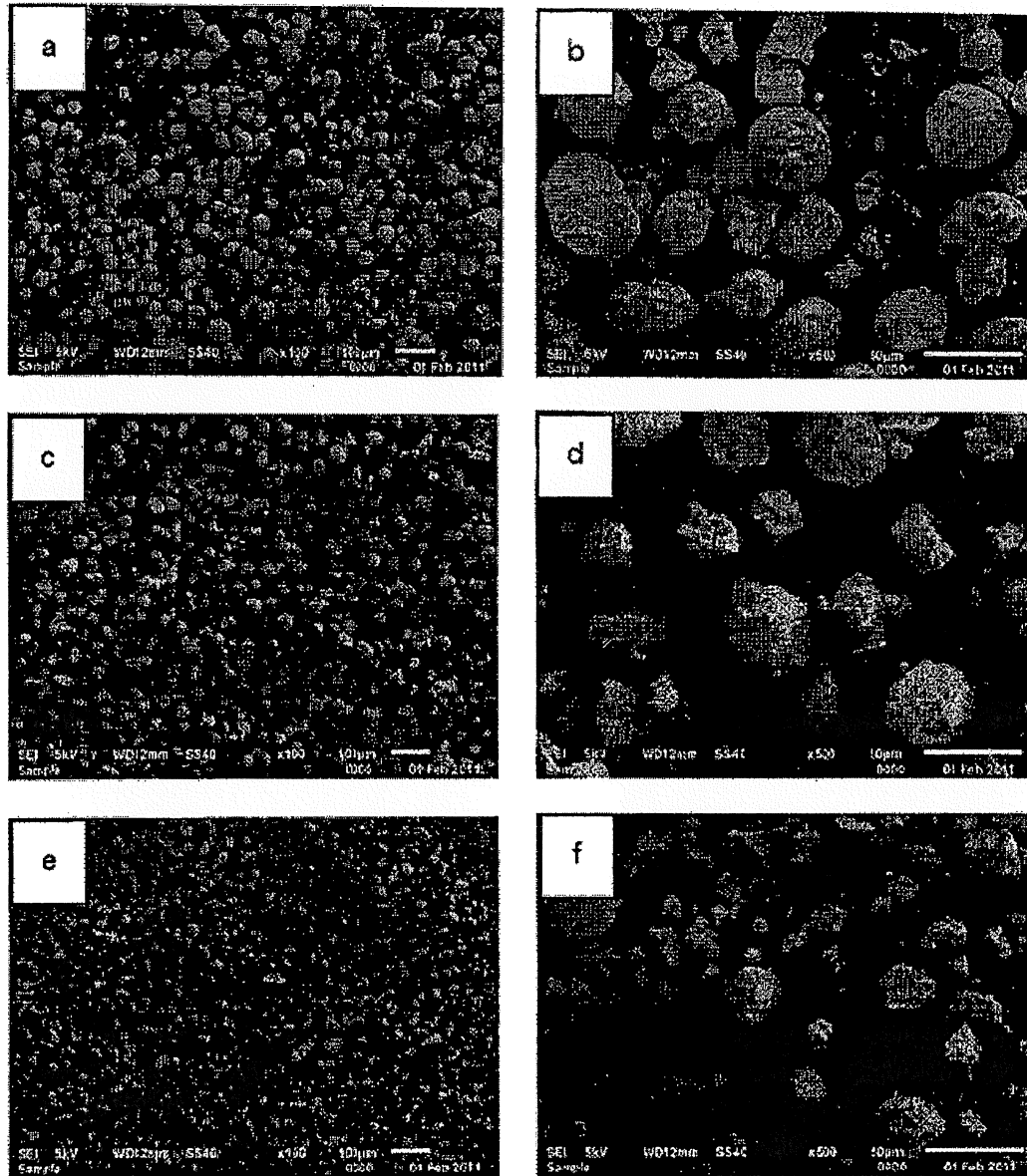


Fig.12

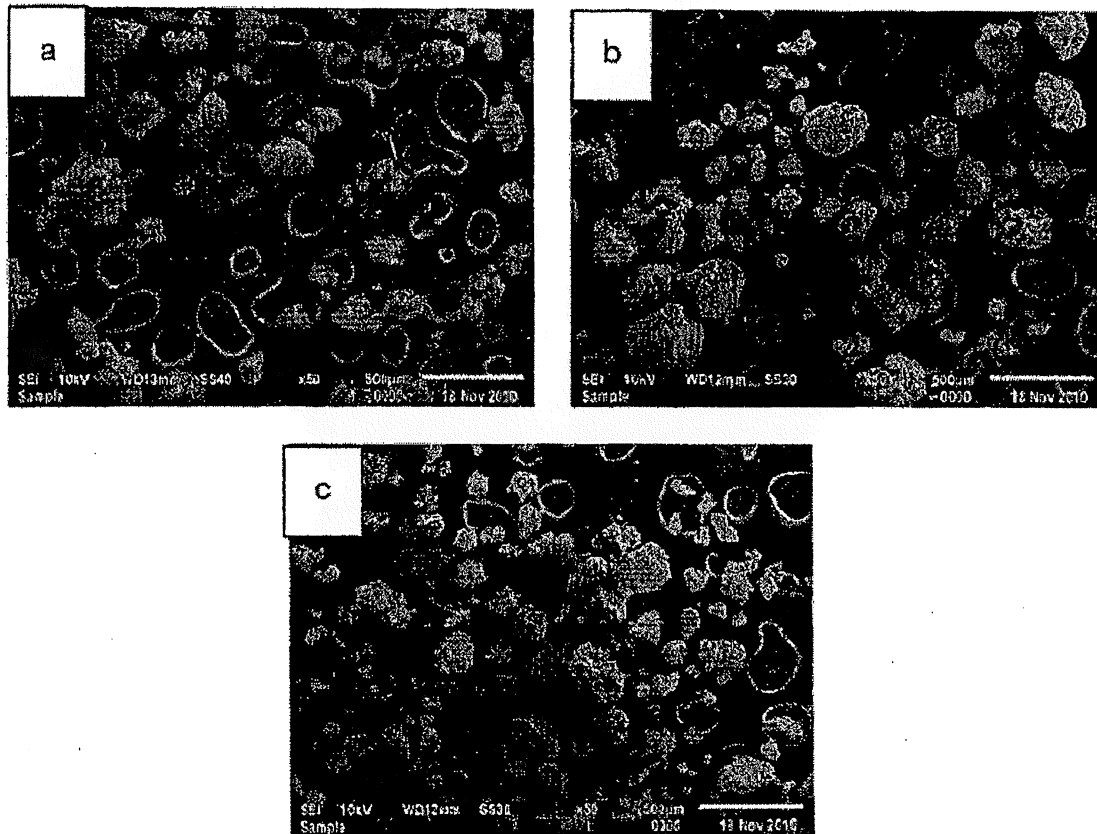


Fig.13

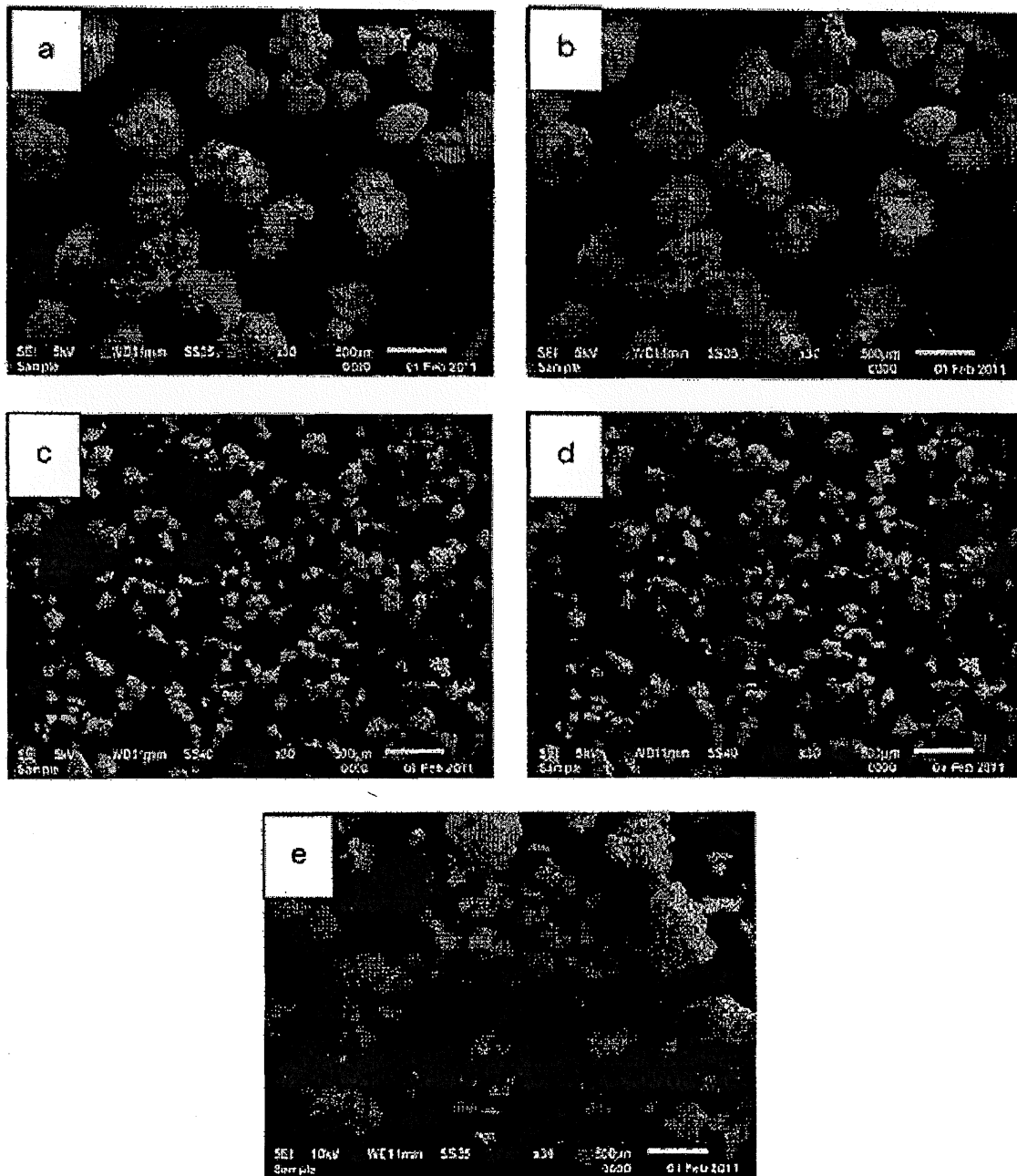


Fig.14