



(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)



1-0038362

(51)^{2019.01} C08L 23/12; C08L 23/14; B29C 55/12 (13) B

(21) 1-2020-01118

(22) 18/10/2018

(86) PCT/EP2018/078551 18/10/2018

(87) WO2019/077043 25/04/2019

(30) 17197338.1 19/10/2017 EP

(45) 25/01/2024 430

(43) 27/07/2020 388

(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 (AT)

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

(72) VAN HOUCKE, Daniel (BE); QUDAIH, Rana (PS).

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

(54) HỖN HỢP POLYPROPYLEN VÀ VẬT PHẨM LÀM BẰNG NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến hỗn hợp polypropylen (C) có polyme nền là polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2). Sáng chế cũng đề cập đến màng mỏng và sợi chứa hỗn hợp polypropylen (C).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hỗn hợp polypropylen (C) có polyme nền là polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2). Sáng chế cũng đề cập đến màng mỏng và sợi chứa hỗn hợp polypropylen (C).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nguyên liệu polypropylen được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực màng bao gói. Cụ thể, các màng polypropylen định hướng hai chiều được sử dụng trong nhiều ứng dụng kỹ thuật khác nhau như bao gói, băng hoặc màng dùng cho tụ điện. Các đặc tính mong muốn đối với các màng như vậy thường là độ cứng cao đi kèm với khả năng chịu nhiệt tốt. Đồng thời, màng này phải có các tính chất dễ gia công. Cụ thể, màng định hướng hai chiều có thể tạo ra được với hệ số kéo cao và nhiệt độ kéo thấp mà không xảy ra sự đứt màng. Trong lĩnh vực sợi, như các sợi kéo dính kết, polypropylen cũng thường là một nguyên liệu được chọn. Ví dụ, trong quy trình tạo sợi kéo dính kết, các tính chất dễ gia công tốt của nguyên liệu này cũng là rất quan trọng.

Một giải pháp nhằm cải thiện khả năng dễ gia công là việc dùng các nguyên liệu polypropylen có sự không đều trong mạch polyme như các comonome hoặc các vùng có tính đều lập thể kém. Việc tăng hàm lượng tan trong xylen cũng khiến cho nguyên liệu polypropylen có các tính chất dễ gia công tốt hơn. Tuy nhiên, việc cải biến như vậy thường có tác động bất lợi đến độ cứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, trong lĩnh vực kỹ thuật này cần đến nguyên liệu polypropylen được đặc trưng bởi khả năng dễ gia công được cải thiện để dùng cho các ứng dụng kéo giãn và/hoặc kéo sợi đi kèm với các đặc tính cơ học rất tốt.

Sáng chế đề cập đến hỗn hợp polypropylen (C) bao gồm:

- i) 80,0 tới 99,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C) là polypropylen thứ nhất (PP1), và

ii) 0,5 tới 20,0% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C) là polypropylen thứ hai (PP2) mà không phải là polypropylen thứ nhất (PP1) và có nhiệt độ nóng chảy T_m là 130°C hoặc thấp hơn, trong đó polypropylen thứ nhất (PP1) thỏa mãn bất đẳng thức (I):

$$C7(PP1) - C6(PP1) \leq 1,5 \quad (I)$$

trong đó:

$C7(PP1)$ là hàm lượng tan trong heptan [tính theo % trọng lượng], tốt hơn là khi được đo từ polypropylen thứ nhất (PP1) như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”, và

$C6(PP1)$ là hàm lượng tan trong hexan [tính theo % trọng lượng], tốt hơn là khi được đo từ polypropylen thứ nhất (PP1) như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”.

Phương pháp đo như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo” dùng để xác định hàm lượng tan trong heptan ($C7$) và, một cách tương ứng, hàm lượng tan trong hexan ($C6$) là phương pháp đo được ưu tiên.

Trị số khá thấp bằng hoặc nhỏ hơn 1,5 của bất đẳng thức (I) thể hiện đặc tính dễ kéo giãn/dễ kéo sợi kém.

Điều ngạc nhiên là, mối liên quan theo sáng chế giữa hàm lượng tan trong heptan và hàm lượng tan trong hexan của polypropylen thứ nhất (PP1), kết hợp với polypropylen thứ hai theo sáng chế (PP2) có nhiệt độ nóng chảy thấp, dẫn đến việc hỗn hợp polypropylen (C) có các tính chất kéo giãn và kéo sợi rất tốt. Hơn thế nữa, tốt hơn nếu hỗn hợp polypropylen (C) có các đặc tính gia công cao. Ví dụ, tốt hơn nếu hỗn hợp polypropylen (C) có thể được gia công với tốc độ trượt cao.

Nói cách khác, polypropylen thứ nhất theo sáng chế (PP1) mà là không thích hợp hoặc ít thích hợp để kéo giãn. Tuy nhiên, bằng cách kết hợp polypropylen thứ nhất theo sáng chế (PP1) với polypropylen thứ hai theo sáng chế (PP2), hỗn hợp polypropylen (C) có các tính chất kéo giãn và kéo sợi rất tốt và cả đặc tính dễ gia công được tạo ra mà cho phép sản xuất, ví dụ, màng mỏng, tốt hơn

là màng định hướng hai chiều (BOPP: Biaxial Oriented Polypropylene), hoặc sợi làm bằng hỗn hợp polypropylen (C) này với tốc độ kéo thẳng (line speed) cao, tức là với năng suất cao.

Do đó, tốt hơn nếu việc kết hợp của polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) cải thiện khả năng dễ gia công mà không cần phải tăng hàm lượng tan trong xylen (XCS) và/hoặc hàm lượng comonome, như hàm lượng etylen, của polypropylen thứ nhất (PP1). Giải pháp này thường được áp dụng trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, đối với các ứng dụng màng mỏng và sợi, khi ưu tiên sử dụng các polyme propylen kết tinh có hàm lượng tan trong xylen (XCS) thấp như sử dụng duy nhất polypropylen thứ nhất (PP1), để cho phép có được các tính chất dễ kéo giãn/kéo sợi cùng với tốc độ sản xuất khả thi.

Tốt hơn, nếu hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế có thể được sử dụng trong các ứng dụng mà hỗn hợp polyme này sẽ phải chịu tốc độ trượt cao ở trạng thái nóng chảy và/hoặc rắn. Hơn thế nữa, hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế rất thích hợp cho các ứng dụng mà đòi hỏi khả năng dễ kéo giãn ở trạng thái nóng chảy và/hoặc rắn.

Ngoài ra, với hỗn hợp polypropylen (C) này, tốt hơn nếu sự dính bám và/hoặc sự sinh khói có thể được làm giảm hoặc không xảy ra.

Do đó, hỗn hợp (C) theo sáng chế có các tính chất dễ kéo giãn và dễ kéo sợi rất tốt, khiến cho nó rất thích hợp cho các ứng dụng màng mỏng và sợi, như các ứng dụng màng định hướng hai chiều (BOPP) và sợi, tốt hơn là các ứng dụng sợi kéo nóng chảy, như các ứng dụng sợi kéo dính kết.

Theo một phương án của sáng chế, hỗn hợp polypropylen (C) thỏa mãn bất đẳng thức (II):

$$1,5 < [C7(C) - C6(C)] \leq 5,0 \quad (II)$$

trong đó:

C7(C) là hàm lượng tan trong heptan [tính theo % trọng lượng], tốt hơn là khi được đo từ hỗn hợp polypropylen (C) như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”, và

C6(C) là hàm lượng tan trong hexan [tính theo % trọng lượng], tốt hơn là khi được đo từ hỗn hợp polypropylen (C) như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”.

Phương pháp đo như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo” dùng để xác định hàm lượng tan trong heptan (C7) và, một cách tương ứng, hàm lượng tan trong hexan (C6) là phương pháp đo được ưu tiên.

Tốt hơn, nếu mối liên hệ được ưu tiên giữa hàm lượng tan trong heptan và hàm lượng tan trong hexan của hỗn hợp polypropylen (C) cũng góp phần tạo các tính chất kéo giãn/kéo sợi rất tốt với tốc độ kéo thẳng cao.

Theo một phương án khác nữa của sáng chế, hỗn hợp polypropylen (C) này có hàm lượng tan trong xylen (XCS) thấp hơn 10,0% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến nhỏ hơn 10,0, tốt hơn là nằm trong khoảng 1,5 đến nhỏ hơn 10,0, tốt hơn là nằm trong khoảng 2,0 đến nhỏ hơn 10,0% trọng lượng. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể chọn được XCS của các thành phần polypropylen thứ nhất và thứ hai (PP1) và (PP2) một cách phù hợp.

Sáng chế cũng đề cập đến vật phẩm làm bằng hỗn hợp polypropylen (C) như nêu trên.

Theo một phương án của sáng chế, vật phẩm này là màng mỏng, tốt hơn là màng định hướng hai chiều (BOPP).

Theo một phương án khác của sáng chế, vật phẩm này là sợi, tốt hơn là sợi kéo nóng chảy, tốt hơn nữa là sợi kéo dính kết.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả một cách chi tiết.

Hỗn hợp polypropylen (C)

Hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) bao gồm polypropylen polyme nền (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2). Tốt hơn, nếu polypropylen thứ hai (PP2) có chức năng làm chất bổ trợ gia công.

Do đó, tốt hơn nếu hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) có:
 80,0 tới 99,5% trọng lượng, tốt hơn là 80,0 tới 98,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là 85,0 tới 97,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 88,0 tới 97,0% trọng lượng là polypropylen thứ nhất (PP1) và 0,5 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn là 2,0 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là 3,0 tới 15,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 3,0 tới 12,0% trọng lượng là polypropylen thứ hai (PP2),
 tính theo tổng trọng lượng của polypropylen (C).

Tốt hơn là, hỗn hợp polypropylen (C) thỏa mãn bất đẳng thức (II), tốt hơn nữa là bất đẳng thức (IIa), còn tốt hơn nữa là bất đẳng thức (IIb):

$$1,5 < [C7(C) - C6(C)] \leq 5,0 \quad (II)$$

$$1,6 \leq [C7(C) - C6(C)] \leq 4,5 \quad (IIa)$$

$$1,7 \leq [C7(C) - C6(C)] \leq 4,2 \quad (IIb)$$

trong đó:

$C7(C)$ là hàm lượng tan trong heptan [tính theo % trọng lượng] trong hỗn hợp polypropylen (C), tốt hơn là khi được đo như được mô tả ở dưới trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”, và

$C6(C)$ là hàm lượng tan trong hexan [tính theo % trọng lượng] trong hỗn hợp polypropylen (C), tốt hơn là khi được đo như được mô tả ở dưới trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”.

Hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế có thể còn chứa các chất phụ gia (AD). Do đó, được ưu tiên là hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) ưu tiên có 80,0 tới 99,5% trọng lượng, tốt hơn là 80,0 tới 97,95% trọng lượng, tốt hơn nữa là 85,0 tới 96,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 88,0 tới 96,0% trọng lượng là polypropylen thứ nhất (PP1) và 0,5 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn là 2,0 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là 3,0 tới 15,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 3,0 tới 12,0% trọng lượng là polypropylen thứ hai (PP2), và 0,0 tới 5,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là 0,05 tới 4,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 0,1 tới 3,0% trọng lượng là các chất phụ gia (AD), tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp

polypropylen (C). Các chất phụ gia (AD) này được mô tả một cách chi tiết ở dưới. Hàm lượng tổng cộng của các thành phần tương ứng với 100% trọng lượng của hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C).

Tốt hơn là hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế không bao gồm (a) nguyên liệu polyme khác với polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) có hàm lượng cao hơn 5,0% trọng lượng, tốt hơn là có hàm lượng cao hơn 3,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là có hàm lượng cao hơn 2,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C).

Do đó, được ưu tiên là nguyên liệu polyme cấu thành hỗn hợp polypropylen (C) bao gồm polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2).

Theo một phương án, hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế chứa polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng từ 80:20 đến 99,5:0,5, tốt hơn nữa là theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng từ 85:15 đến 97:3, còn tốt hơn nữa là theo tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng từ 88:12 đến 97:3.

MFR₂ của hỗn hợp polypropylen (C) phụ thuộc vào ứng dụng cuối cùng được mong muốn và có thể được điều chỉnh bằng các trị số MFR của các thành phần (PP1) và (PP2), như đã biết rõ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn là hỗn hợp polypropylen (C) này có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C, 2,16kg) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 80g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 50g/10 phút.

Ngoài ra, tốt hơn nếu hỗn hợp polypropylen (C) có nhiệt độ nóng chảy ít nhất là 140°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 140 đến 170°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 145 đến 168°C, như nằm trong khoảng từ 150 đến 165°C.

Cũng tốt hơn, nếu tổng hàm lượng comonome, nếu các comonome có mặt, của hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) khá thấp. Cụ thể, được ưu tiên là hỗn

hợp polypropylen (C) có hàm lượng comonome nằm trong khoảng từ 0,0 đến 5,0%mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3,0%mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,0%mol, như nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,0%mol.

Theo một phương án được ưu tiên, comonome này là etylen (C2) và tổng hàm lượng hàm lượng comonome (C2) của hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5,0% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 4,0% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,35% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,3% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,25% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng (100% trọng lượng) của hỗn hợp polypropylen (C).

Đối với các ứng dụng cuối được ưu tiên của hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế, khả năng dễ gia công của hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế là rất khả thi đối với các ứng dụng cuối tạo màng khác nhau, tốt hơn là đối với các ứng dụng màng định hướng hai chiều (BOPP). Ví dụ, hỗn hợp polyme này (C) góp phần tạo sự định hướng hai chiều của màng BOPP. Hơn thế nữa, tốt hơn nữa hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế rất khả thi đối với các ứng dụng cuối tạo sợi khác nhau dựa vào việc sản xuất sợi từ hỗn hợp polyme (C) bằng cách áp dụng các kỹ thuật thông thường, như kéo sợi nóng chảy (ví dụ, sợi nhiều tơ đơn) và do đó góp phần tạo các tính chất cuối liên quan tới việc kéo sợi, làm nguội, v.v..

Tốt hơn, nếu khả năng dễ gia công này góp phần tạo các tính chất cuối, như mức độ kết tinh và/hoặc định hướng cuối của polyme, vì thế tốt hơn là đối với các tính chất cơ học cuối, như độ cứng. Hơn thế nữa, việc cải thiện khả năng dễ gia công đạt được với hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế không chỉ cải thiện các tính chất cơ học, mà cũng tốt cho việc có được sự đồng đều độ dày tốt của màng hoặc sợi làm bằng hỗn hợp polyme (C) theo sáng chế.

Tốt hơn là, hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế được tạo ra bằng cách trộn lẫn nóng chảy polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) cùng với các chất phụ gia tùy ý theo tỷ lệ nêu trên. Việc trộn lẫn này thường được

thực hiện dưới dạng trộn nóng chảy ở nhiệt độ cao lớn hơn nhiệt độ chảy mềm của (các) thành phần polyme nhờ sử dụng thiết bị trộn thông thường, ví dụ, thiết bị trộn có bán sẵn, như máy ép đùn. Việc trộn nóng chảy và thiết bị trộn đều đã biết và đã được mô tả trong các ấn phẩm chuyên ngành. Hơn thế nữa, hỗn hợp polypropylen (C) có thể được tạo ra, ví dụ, trước khi cấp nó vào bộ chuyển đổi sản phẩm hoặc trong quá trình sản xuất vật phẩm. Các điều kiện trộn và thiết bị có thể được chọn bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Dưới đây, polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) được mô tả một cách chi tiết hơn.

Polypropylen thứ nhất (PP1)

Polypropylen thứ nhất (PP1) là một thành phần chính của hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C).

Polypropylen thứ nhất (PP1) có thể là copolyme propylen hoặc polyme propylen đồng nhất. Tốt hơn là polypropylen thứ nhất (PP1) là polyme propylen đồng nhất.

Trong trường hợp polypropylen thứ nhất (PP1) là copolyme propylen, thì polypropylen thứ nhất (PP1) chứa propylen và comonome đã đồng trùng hợp với propylen, ví dụ, các comonome như etylen và/hoặc các α -olefin có 4 tới 10 nguyên tử cacbon, đặc biệt là etylen và/hoặc các α -olefin có 4 tới 8 nguyên tử cacbon, đặc biệt là etylen và/hoặc các α -olefin có 4 tới 6 nguyên tử cacbon, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Trong trường hợp polypropylen thứ nhất (PP1) là copolyme propylen, thì tốt hơn là polypropylen thứ nhất (PP1) theo sáng chế này bao gồm, đặc biệt là gồm propylen và comonome đã đồng trùng hợp với propylen được chọn từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen, tốt hơn là etylen.

Ngoài ra, trong trường hợp polypropylen thứ nhất (PP1) là copolyme propylen, tốt nhất nếu là polypropylen thứ nhất (PP1) là copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP1). Thuật ngữ “ngẫu nhiên” được dùng để chỉ việc comonome của copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP1) được phân bố một cách ngẫu nhiên trong

copolyme propylen. Thuật ngữ ngẫu nhiên được hiểu theo IUPAC (Glossary of basic terms in polymer science; IUPAC recommendations 1996). Theo đó, copolyme ngẫu nhiên của propylen có một phần, mà nó dễ hòa tan trong xylen lạnh, tức là phần dễ tan trong xylen (XCU), tốt hơn là khi được đo như được mô tả trong phần mô tả “1. Các phương pháp đo”, với lượng ít nhất 80% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 85% trọng lượng và tốt nhất là ít nhất 90% trọng lượng, tính theo tính theo tổng trọng lượng của copolyme ngẫu nhiên của propylen.

Như đã biết rõ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, copolyme ngẫu nhiên không phải là polypropylen dị pha. Nói chung, polypropylen dị pha là một copolyme propylen bao gồm thành phần nền propylen đồng nhất hoặc ngẫu nhiên (1) và thành phần copolyme thể đàn hồi (2) của propylen với một hoặc nhiều comonome etylen và olefin có 4 tới 8 nguyên tử, trong đó thành phần copolyme đàn hồi (vô định hình) (2) được phân tán trong thành phần nền copolyme propylen đồng nhất hoặc ngẫu nhiên (1). Sự có mặt của pha đàn hồi hoặc còn được gọi là thể vùi, ví dụ, có thể được quan sát bằng kính hiển vi có độ phân giải cao, như kính hiển vi điện tử hoặc kính hiển vi lực nguyên tử, hoặc bởi phép phân tích cơ nhiệt động (DMTA). Copolyme ngẫu nhiên này không chứa pha polyme thể đàn hồi được phân tán trong nó.

Do đó, thuật ngữ “copolyme ngẫu nhiên của propylen” theo sáng chế không bao gồm tất cả các hệ dị pha. Nói cách khác, polypropylen thứ nhất (PP1), như copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP1) hoặc polyme propylen đồng nhất (H-PP1), không bao gồm pha đàn hồi, tức là có một pha.

Theo một phương án của sáng chế, tốt hơn nếu polypropylen thứ nhất (PP1) có hàm lượng comonome bằng hoặc nhỏ hơn 10,0%mol. Tốt hơn, nếu hàm lượng comonome của polypropylen thứ nhất (PP1) nằm trong khoảng từ 0,0 đến 5,0%mol, cũng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 3,0%mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 1,0%mol.

Trong trường hợp copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP1), tốt hơn nếu hàm lượng comonome, như hàm lượng etylen, nằm trong khoảng từ 0,6 đến

5,0%mol, cũng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 3,0%mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,5%mol.

Đặc biệt được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1) là polyme propylen đồng nhất (H-PP1).

Theo sáng chế, thuật ngữ “polyme propylen đồng nhất” liên quan đến polypropylen gồm chủ yếu là, tức là ít nhất 99,4%mol, tốt hơn nữa là ít nhất 99,6%mol, còn tốt hơn nữa là ít nhất 99,7%mol, như ít nhất 99,9%mol, của các đơn vị propylen. Theo một phương án khác, duy nhất các đơn vị propylen được phát hiện, tức là duy nhất propylen đã được trùng hợp. Việc xác định “polyme propylen đồng nhất” đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C, 2,16kg) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 0,1 đến nhỏ hơn 50g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 45g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40g/10 phút.

Theo một phương án của sáng chế, polypropylen thứ nhất (PP1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C, 2,16kg) khá thấp được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6,0g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 4,0g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 3,8g/10 phút. Tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ nằm trong các khoảng này đặc biệt phù hợp với các màng mỏng, như các màng polypropylen định hướng hai chiều (BOPP).

Được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất được ưu tiên (H-PP1), được đặc trưng bởi hàm lượng tan trong xylen lạnh (XCS) khá thấp, tức là hàm lượng tan trong xylen lạnh (XCS) nhỏ hơn 3,1% trọng lượng. Do đó, tốt hơn nếu polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất thứ nhất (H-PP1), có hàm lượng tan trong xylen lạnh (XCS) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7 đến 2,0% trọng lượng.

Tốt hơn, nếu hàm lượng tan trong xylen lạnh (XCS) còn chứng tỏ rằng polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất (H-PP1), không chứa hợp phần polyme thể đàn hồi bất kỳ, như cao su etylen propylen. Nói cách khác, polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất (H-PP1), sẽ không phải là một polypropylen dị pha, tức là hệ gồm nền polypropylen mà trong đó pha đàn hồi được phân tán. Các hệ như vậy được đặc trưng bởi hàm lượng tan trong xylen lạnh khá cao. Nói cách khác, polypropylen thứ nhất (PP1) theo sáng chế là polypropylen một pha.

Ngoài ra, polypropylen thứ nhất (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), mà tốt hơn là polyme propylen đồng nhất kết tinh. Thuật ngữ “kết tinh” được dùng để chỉ rằng polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất (H-PP1), nhiệt độ nóng chảy khá cao. Do đó, khi được dùng trong bản mô tả sáng chế này, polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất (H-PP1), đều là ở dạng kết tinh như khi có quy định khác được chỉ ra. Polypropylen thứ nhất (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), tốt hơn là có nhiệt độ nóng chảy T_m được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) lớn hơn nhiệt độ nóng chảy của polypropylen thứ hai (PP2). Đặc biệt là polypropylen thứ nhất được ưu tiên (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), có nhiệt độ nóng chảy T_m lớn hơn 150°C , tốt hơn nữa là ít nhất 160°C , còn tốt hơn nữa là ít nhất 160°C , như nằm trong khoảng từ 160°C đến 167°C .

Cũng được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), có nhiệt độ kết tinh T_c được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) bằng hoặc lớn hơn 100°C , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 130°C .

Tốt hơn, nếu polypropylen thứ nhất (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), được đặc trưng bởi độ cứng cao. Do đó, tốt hơn nếu polypropylen thứ nhất (PP1), tốt hơn là polyme propylen đồng nhất (H-PP1), có mô đun kéo theo hướng máy (MD) khá cao. Do đó được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1), như polyme propylen đồng nhất thứ nhất (H-PP1), có mô đun kéo

theo hướng máy (MD) được đo ở 23°C theo tiêu chuẩn ISO 527-3 bằng cách sử dụng màng mỏng BOPP 20 μ m (tốc độ dầu chữ thập 1 mm/phút) ít nhất 1200MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1200 đến 2500MPa.

Polypropylen thứ nhất (PP1) theo sáng chế có thể còn chứa các chất phụ gia thích hợp như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Theo sáng chế này, các chất phụ gia của polypropylen thứ nhất (PP1) được coi là một phần của “các chất phụ gia (AD)” như được mô tả một cách chi tiết ở dưới trong phần mô tả “Các chất phụ gia”.

Polypropylen thứ nhất (PP1) có thể là một sản phẩm có bán sẵn trên thị trường hoặc có thể được tạo ra, ví dụ, bởi các quy trình trùng hợp và các điều kiện quy trình thông thường bằng cách sử dụng, ví dụ, hệ chất xúc tác thông thường, như chất xúc tác Ziegler-Natta hoặc chất xúc tác vị trí đơn, kể cả chất xúc tác metallocene, tốt hơn là chất xúc tác Ziegler-Natta, là một chất xúc tác đã rõ và đã được mô tả kỹ trong các ấn phẩm chuyên ngành.

Trong trường hợp polypropylen thứ nhất (PP1) theo sáng chế này được tạo ra, ví dụ, bởi quy trình trùng hợp thông thường, tốt hơn là được tạo ra với sự có mặt của

- (a) chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) chứa các hợp chất (TC) của kim loại chuyển tiếp thuộc các nhóm 4 tới 6 của Bảng Hệ thống tuần hoàn IUPAC, hợp chất kim loại nhóm 2 (MC) và chất cho điện tử nội (ID);
- (b) tùy ý là chất đồng xúc tác (Co), và
- (c) tùy ý là chất cho điện tử ngoại (ED).

Phần mô tả quá trình trùng hợp sau đây được đưa ra như một ví dụ phù hợp để tạo ra polypropylen thứ nhất (PP1) và áp dụng đối với polyme ngẫu nhiên hoặc đồng nhất được ưu tiên của polypropylen thứ nhất (PP1). Polypropylen thứ nhất (PP1) có thể được tạo ra trong một thiết bị phản ứng (R1) hoặc trong quy trình trùng hợp tuần tự như được mô tả tiếp ở dưới bao gồm ít nhất hai thiết bị phản ứng (R1) và (R2), trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) phần polyme propylen đồng nhất thứ nhất hoặc phần copolyme propylen ngẫu nhiên thứ nhất được tạo ra

và sau đó được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ hai (R2), trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) phần polyme propylen đồng nhất thứ hai hoặc phần copolyme propylen ngẫu nhiên thứ hai được tạo ra với sự có mặt của phần polyme propylen đồng nhất thứ nhất hoặc phần copolyme propylen ngẫu nhiên thứ nhất, một cách tương ứng.

Thuật ngữ “hệ thống trùng hợp tuần tự” được dùng để chỉ việc polypropylen thứ nhất (PP1) được tạo ra trong ít nhất hai thiết bị phản ứng nối tiếp nhau. Do đó, hệ thống trùng hợp theo sáng chế có thể bao gồm ít nhất thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) và thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2).

Trong trường hợp quy trình này gồm có một hoặc hai thiết bị phản ứng trùng hợp, thì định nghĩa này không loại trừ phương án mà hệ thống tổng thể này bao gồm, ví dụ, bước tiền trùng hợp trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp. Thuật ngữ “gồm có” chỉ là một cách mô tả sát thực đối với các thiết bị phản ứng trùng hợp chính.

Trong trường hợp quy trình gồm có thiết bị phản ứng trùng hợp, thì tốt hơn nếu ít nhất một trong hai thiết bị phản ứng trùng hợp (R1) và (R2) là thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR). Tốt hơn, nếu thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR) theo sáng chế này là thiết bị phản ứng kiểu tầng sôi, thiết bị phản ứng kiểu tầng sôi nhanh hoặc thiết bị phản ứng kiểu tầng nhồi hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

Do đó, tốt hơn nếu thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) là thiết bị phản ứng dạng huyền phù đặc (SR) và có thể là thiết bị phản ứng dạng thùng từng mẻ được khuấy đơn giản hoặc liên tục bất kỳ hoặc thiết bị phản ứng kiểu vòng vận hành ở dạng khối hoặc huyền phù đặc. Thuật ngữ “khối” chỉ việc trùng hợp trong môi trường phản ứng chứa ít nhất 60% (trọng lượng/trọng lượng) monome. Theo sáng chế này, tốt hơn nếu thiết bị phản ứng dạng huyền phù đặc (SR) là thiết bị phản ứng kiểu vòng (khối) (LR).

Tốt hơn là phần polyme trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), ví dụ, phần polyme propylen đồng nhất thứ nhất, tốt hơn nữa là huyền phù đặc polyme trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR) này chứa phần polyme thứ nhất,

được cấp thẳng vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), tức là vào thiết bị phản ứng trong pha khí (thứ nhất) (GPR1), mà không cần phải có bước ép nhanh giữa các công đoạn. Kiểu cấp thẳng này đã được mô tả trong EP 887379 A, EP 887380 A, EP 887381 A và EP 991684 A. Thuật ngữ "cấp thẳng" được dùng để chỉ quy trình mà trong đó các chất của thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), tức là trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR), huyền phù đặc polyme chứa phần polyme thứ nhất, như phần polyme propylen đồng nhất thứ nhất, được dẫn thẳng vào thiết bị phản ứng trong pha khí tiếp sau.

Theo cách khác, phần polyme trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), ví dụ, phần polyme propylen đồng nhất thứ nhất, tốt hơn nữa là huyền phù đặc polyme trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR) chứa phần polyme thứ nhất, cũng có thể được cấp vào bước ép nhanh hoặc thông qua một bước cô đặc tiếp theo trước khi được cấp vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), tức là vào thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR). Do đó, thuật ngữ "cấp gián tiếp" liên quan đến quy trình mà trong đó các chất của thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR), tức là huyền phù đặc polyme, được cấp vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), vào thiết bị phản ứng trong pha khí (thứ nhất) (GPR1), thông qua bộ phân tách môi trường phản ứng và môi trường phản ứng ở dạng khí từ bộ phận tách này.

Do đó, theo một phương án được ưu tiên thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) là thiết bị phản ứng dạng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR), trong khi thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2) và thiết bị phản ứng tiếp sau tùy ý bất kỳ, như thiết bị phản ứng trùng hợp thứ ba (R3), đều là các thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR). Tất cả các thiết bị phản ứng được nối tiếp nhau. Nếu cần, trước thiết bị phản ứng dạng huyền phù đặc (SR), một thiết bị phản ứng tiền trùng hợp được bố trí.

Chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) được cấp vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) và được chuyển cùng với polyme (huyền phù đặc) đã được tạo ra trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) vào các thiết bị phản ứng tiếp sau.

Nếu quy trình này cũng bao gồm bước tiền trùng hợp, thì được ưu tiên là toàn bộ chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) được cấp vào thiết bị phản ứng tiền trùng hợp. Sau đó, sản phẩm tiền trùng hợp chứa chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) được chuyển vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1).

Một quy trình nhiều giai đoạn được ưu tiên là quy trình “trong pha khí kiểu vòng”, như đã được phát triển bởi hãng Borealis A/S, Denmark (công nghệ BORSTAR®) đã được mô tả, ví dụ, trong các ấn phẩm chuyên ngành, như trong EP 0 887 379, WO 92/12182 WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 hoặc trong WO 00/68315.

Một quy trình trong pha khí-huyền phù đặc thích hợp khác là quy trình Spheripol® của hãng Basell.

Do đó được ưu tiên là nhiệt độ vận hành trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) nằm trong khoảng từ 62 đến 85°C và có thể chọn được bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Tốt hơn là nhiệt độ vận hành trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), nếu có mặt, bằng hoặc lớn hơn nhiệt độ vận hành trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1). Do đó được ưu tiên là nhiệt độ vận hành trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1) nằm trong khoảng từ 62 đến 85°C và có thể chọn được bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Thông thường, áp suất trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), tốt hơn là trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR), nằm trong khoảng từ 20 đến 80bar ($20 \cdot 10^5$ - $80 \cdot 10^5$ Pa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 70bar ($30 \cdot 10^5$ - $70 \cdot 10^5$ Pa), như nằm trong khoảng từ 35 đến 65bar ($35 \cdot 10^5$ - $65 \cdot 10^5$ Pa), trong khi áp suất trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), nếu có mặt, tức là trong thiết bị phản ứng trong pha khí (thứ nhất) (GPR1).

Tốt hơn là, hydro được bổ sung vào mọi thiết bị phản ứng trùng hợp để kiểm soát trọng lượng phân tử, tức là tốc độ dòng nóng chảy MFR₂.

Như nêu trên, việc tạo ra polypropylen thứ nhất (PP1) có thể bao gồm ngoài quá trình trùng hợp (chính) của polypropylen thứ nhất (PP1) trong một hoặc

hai thiết bị phản ứng trùng hợp (R1 và R2) thì trước đó là quá trình tiền trùng hợp trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp (PR) nằm trước thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1). Nếu việc tiền trùng hợp được áp dụng, thì tiếp sau quá trình tiền trùng hợp, hỗn hợp (MI) gồm chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) và polypropylen (Pre-PP) đã được tạo ra trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp (PR) được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ nhất (R1).

Hàm lượng tiền polyme rất thấp so với lượng hỗn hợp polypropylen (C) và được tính theo lượng các chất trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1).

Phản ứng tiền trùng hợp thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 60°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 45°C.

Tốt hơn, nếu áp suất trong thiết bị phản ứng tiền trùng hợp nằm trong khoảng từ 20 đến 100bar ($20 \cdot 10^5$ - $100 \cdot 10^5$ Pa), ví dụ, nằm trong khoảng từ 30 đến 70bar ($30 \cdot 10^5$ - $70 \cdot 10^5$ Pa).

Theo một phương án được ưu tiên, việc tiền trùng hợp được thực hiện dưới dạng quy trình trùng hợp kiểu huyền phù đặc khối trong propylen lỏng, tức là pha lỏng này chủ yếu gồm propylen, cùng với các thành phần tùy ý đã hòa tan trong nó. Ngoài ra, liệu cấp etylen có thể được dùng trong quá trình tiền trùng hợp như nêu trên.

Trong trường hợp việc tiền trùng hợp không được áp dụng, propylen và các hợp phần khác như chất xúc tác Ziegler-Natta (ZN) được đưa thẳng vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1).

Do đó, tốt hơn nếu polyme propylen đồng nhất hoặc copolyme propylen ngẫu nhiên được tạo ra trong quy trình bao gồm các bước sau đây trong các điều kiện nêu trên:

(a) trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ nhất (R1), tức là trong thiết bị phản ứng kiểu vòng (LR) hoặc thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR), propylen và tùy ý là (các) comonome được trùng hợp để tạo ra phân polyme propylen thứ nhất của polypropylen thứ nhất (PP1),

(b) tùy ý là chuyển phần polyme propylen thứ nhất này vào thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2), tốt hơn nếu thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2) này là thiết bị phản ứng trong pha khí (GPR),

(c) trong thiết bị phản ứng trùng hợp thứ hai (R2) tùy ý này, propylen và tùy ý là (các) comonome được trùng hợp trong sự có mặt của phần polyme propylen thứ nhất để tạo ra phần polyme propylen thứ hai của polypropylen (PP1), phần polyme propylen thứ nhất và tùy ý là phần polyme propylen thứ hai từ polypropylen (PP1).

Việc tiền trùng hợp như nêu trên có thể được thực hiện trước bước (a).

Chất xúc tác loại Ziegler-Natta thường được sử dụng theo sáng chế dùng để sản xuất propylen có thành phần chất xúc tác Ziegler-Natta hiệu suất cao rắn, có tính lập thể đặc biệt Mg, Ti và Cl. Ngoài chất xúc tác rắn này, (các) chất đồng xúc tác cũng như (các) chất cho điện tử ngoại cũng thường được sử dụng trong quy trình trùng hợp.

Các thành phần của chất xúc tác có thể được mang trên chất mang dạng hạt, như oxit vô cơ, như silic oxit hoặc nhôm oxit, hoặc thường là, magie halogenua có thể cấu thành chất mang rắn. Cũng có khả năng là các thành phần của chất xúc tác không được mang trên một chất mang ngoại, mà chất xúc tác rắn được tạo ra bởi phương pháp nhũ hóa-đông cứng hoặc bởi phương pháp kết tủa.

Chất xúc tác rắn thường cũng chứa chất cho điện tử (chất cho điện tử nội) và tùy ý là nhôm. Các chất cho điện tử nội như vậy gồm, không kể những chất khác, este của axit carboxylic hoặc axit dicarboxylic, như phtalat, maleat, maleat đã được thế, benzoat, và suxinat, 1,3-dietyl hoặc hợp chất silic chứa oxy và nito, hoặc các hỗn hợp của chúng.

Chất đồng xúc tác thường chứa hợp chất nhôm alkyl. Tốt hơn, nếu hợp chất nhôm alkyl này là trialkyl nhôm như trimetyl nhôm, trietyl nhôm, tri-isobutyl nhôm hoặc tri-n-octyl nhôm. Tuy nhiên, nó cũng có thể là alkyl nhôm halogenua, như dietyl nhôm clorua, đimetyl nhôm clorua hoặc etyl nhôm sesquiclorua.

Các chất cho điện tử ngoại thích hợp thường được sử dụng trong quá trình trùng hợp are well đã biết trong là đã biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này và bao gồm ete, keton, amin, rượu, phenol, phosphin và silan. Các chất cho điện tử ngoại kiểu silan thường là các hợp chất cơ silan chứa các liên kết Si-OCOR, Si-OR, hoặc Si-NR₂, có nguyên tử trung tâm là silic, và R là alkyl, alkenyl, aryl, arylalkyl hoặc xycloalkyl có 1-20 nguyên tử cacbon đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các ví dụ về các chất xúc tác thích hợp và các hợp chất trong các chất xúc tác, ngoài những ấn phẩm khác, đã được mô tả trong WO 87/07620, WO 92/21705, WO 93/11165, WO 93/11166, WO 93/19100, WO 97/36939, WO 98/12234, WO 99/33842, WO 03/000756, WO 03/000757, WO 03/000754, WO 03/000755, WO 2004/029112, EP 2610271, WO 2012/007430. WO 92/19659, WO 92/19653, WO 92/19658, US 4382019, US 4435550, US 4465782, US 4473660, US 4560671, US 5539067, US5618771, EP45975, EP45976, EP45977, WO 95/32994, US 4107414, US 4186107, US 4226963, US 4347160, US 4472524, US 4522930, US 4530912, US 4532313, US 4657882, US 4581342, US 4657882.

Các chất xúc tác rắn đặc biệt hữu ích gồm các chất xúc tác đã được mô tả trong WO-A-2003/000757, WO-A-2003/000754, WO-A-2004/029112 và WO2007/137853.

Phổ biến là, polypropylen thứ nhất (PP1) có thể là polypropylen đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các ví dụ không nhằm giới hạn được ưu tiên của polypropylen thứ nhất (PP1) gồm, ví dụ, các polyme propylen đồng nhất thương phẩm HC401BF của hãng Borouge, HC402BF của hãng Borouge hoặc HH450FB của hãng Borealis hoặc của hãng Borouge.

Đặc biệt được ưu tiên là polypropylen thứ nhất (PP1) là một polyme propylen đồng nhất thương phẩm trong số các polyme HC401BF hoặc HC402BF của hãng Borouge.

Polypropylen thứ hai (PP2)

Được ưu tiên là polypropylen thứ hai (PP2) có nhiệt độ nóng chảy thấp. Do đó, polypropylen thứ hai (PP2) có nhiệt độ nóng chảy T_m được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) là 130°C hoặc thấp hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 125°C , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 55 đến 120°C , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60 đến 115°C , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75 đến 110°C , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 100°C , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 90°C .

Tốt hơn là polypropylen thứ hai (PP2) có sự phân bố trọng lượng phân tử M_w/M_n nằm trong khoảng từ $1,0$ đến $5,0$, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $1,0$ đến $4,0$, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $1,8$ đến $3,0$, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $1,8$ đến $2,5$.

Ngoài ra, được ưu tiên là polypropylen thứ hai (PP2) được đặc trưng bởi trọng lượng phân tử khá cao. Do đó, được ưu tiên là polypropylen thứ hai (PP2) có trọng lượng phân tử khối M_w nằm trong khoảng từ 20 đến 300kg/mol , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 38 đến 200kg/mol , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 140kg/mol .

Tốt hơn, nếu polypropylen thứ hai (PP2) có môđun kéo được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527 trên các mẫu đúc áp lực nằm trong khoảng từ 50 đến 500MPa , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60 đến 400MPa , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 300MPa , cũng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 70 đến 200MPa , như nằm trong khoảng từ 80 đến 150MPa .

Tốt hơn là, polypropylen thứ hai (PP2) có tốc độ dòng nóng chảy MFR_2 (230°C , $2,16\text{kg}$) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 30 đến 3000g/10 phút , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 35 đến 2500g/10 phút , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 2200g/10 phút , như nằm trong khoảng từ 45 đến 2100g/10 phút , trong đó các trị số MFR_2 bằng 1000g/10 phút hoặc lớn hơn được quy đổi theo độ nhớt B (190°C) được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D 3236. Theo một phương án, MFR_2 nằm trong khoảng từ 45 đến 2000g/10 phút , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 45 đến 1000g/10 phút , tốt hơn là

nằm trong khoảng từ 45 đến 900g/10 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 45 đến 700g/10 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 45 đến 500g/10 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 45 đến 400g/10 phút là được mong muốn.

Tốt hơn là, polypropylen thứ hai (PP2) có độ nhớt B (190°C, ASTM D 3236) nằm trong khoảng từ 5000 đến 500000mPa.s, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7000 đến 450000mPa.s, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8000 đến 450000mPa.s. Theo một phương án, tốt hơn nếu độ nhớt B nằm trong khoảng từ 10000 đến 450000mPa.s, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20000 đến 450000mPa.s, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30000 đến 450000mPa.s. Một khoảng được đặc biệt ưu tiên là 40000 tới 400000mPa.s.

Ngoài ra, được ưu tiên là polypropylen thứ hai (PP2) có tỷ trọng thấp hơn 895kg/m³, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 850 đến 890kg/m³, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 860 đến 880kg/m³, như nằm trong khoảng từ 865 đến 875kg/m³.

Tốt hơn, nếu polypropylen thứ hai (PP2) không thuộc loại dị pha, mà chỉ gồm một pha như được xác định ở trên.

Do đó, polypropylen thứ hai (PP2) có thể là copolyme propylen hoặc polyme propylen đồng nhất.

Trong trường hợp polypropylen thứ hai (PP2) là copolyme propylen, thì tốt hơn nếu các comonome dễ trùng hợp với propylen được chọn từ etylen và/hoặc các α -olefin có 4 tới 8 nguyên tử cacbon, đặc biệt là etylen và/hoặc các α -olefin có 4 tới 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen.

Trong trường hợp polypropylen thứ hai (PP2) là copolyme propylen, thì tốt hơn nếu nó là copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP2). Liên quan đến các thuật ngữ “ngẫu nhiên” và “copolyme ngẫu nhiên”, có thể tham chiếu đến định nghĩa đã được đưa ra đối với polypropylen thứ nhất (PP1).

Tốt hơn, nếu polypropylen thứ hai (PP2) là polyme đồng nhất của polypropylen, tức là polyme propylen đồng nhất (H-PP2). Liên quan đến thuật ngữ “polyme propylen đồng nhất”, có thể tham chiếu đến định nghĩa đã nêu trên.

Polypropylen thứ hai (PP2) theo sáng chế có thể còn chứa các chất phụ gia thích hợp như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Theo sáng chế này, các chất phụ gia của polypropylen thứ hai (PP2) được coi là một phần của “các chất phụ gia (AD)” như được mô tả một cách chi tiết ở dưới trong phần mô tả “Các chất phụ gia”.

Tốt hơn, nếu polypropylen thứ hai (PP2) được tạo ra bằng cách trùng hợp propylen với sự có mặt của chất xúc tác metallocene. Cụ thể, tốt hơn nếu polypropylen thứ hai (PP2) được tạo ra bằng cách sử dụng chất xúc tác chất xúc tác metallocene IDEMITSU dùng sản xuất polyme polypropylen thương phẩm L-MODUTM. Các chất xúc tác metallocene phù hợp đã được mô tả bởi Y. Minami và các đồng tác giả trong ấn phẩm: Polymer Journal 2015, 45, các trang 227-234.

Theo cách khác, và tốt hơn là, polypropylen thứ hai (PP2) là polypropylen đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và có bán sẵn hoặc có thể được tạo ra theo cách đã được đưa ra trong các ấn phẩm chuyên ngành như đã biết rõ đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Một polypropylen thứ hai thích hợp (PP2) là có bán sẵn, ví dụ, một polyme propylen đồng nhất trong số các polyme thương phẩm L-MODU S400, L-MODU S600 hoặc L-MODU S901 được cung cấp bởi hãng Idemitsu.

Các chất phụ gia (AD)

Hỗn hợp polypropylen (C) theo sáng chế có thể còn bao gồm các chất phụ gia (AD). Các chất phụ gia này (AD) có thể được bổ sung riêng biệt vào hỗn hợp polypropylen và/hoặc được đưa vào dưới dạng một phần của polypropylen thứ nhất và/hoặc thứ hai (PP1) và (PP2).

Các chất phụ gia phổ biến bao gồm các chất tẩy axit, chất chống oxy hóa, chất màu, chất ổn định quang, chất dẻo hóa, phụ gia trượt, chất chống trầy xước,

chất làm phân tán, chất hỗ trợ gia công, chất bôi trơn, bột màu, chất độn, và các chất phụ gia tương tự.

Các chất phụ gia như vậy có bán trên thị trường và, ví dụ, đã được mô tả trong ấn phẩm: “Plastic Additives Handbook”, 6th edition 2009 of Hans Zweifel (các trang 1141 tới 1190).

Ngoài ra, thuật ngữ “chất phụ gia (AD)” theo sáng chế cũng có thể bao gồm các chất mang, ví dụ, các chất mang polyme, như (các) chất mang polyme có mặt trong mẻ trộn tùy ý (MB) của chất mang (AD). Do đó, chất mang, như chất mang polyme, là một phần của chất phụ gia (AD) và không được xem là “nguyên liệu polyme” như được xác định ở trên.

Do đó, polyme bất kỳ làm chất mang dùng cho các chất phụ gia (AD) không được tính theo hàm lượng polypropylen thứ nhất và thứ hai (PP1) và (PP2) cũng như hàm lượng của “nguyên liệu polyme” như được chỉ ra trong phần mô tả, mà chỉ được tính theo lượng chất phụ gia tương ứng (AD).

Vật phẩm

Sáng chế cũng đề cập đến vật phẩm làm bằng hỗn hợp polypropylen (C) bao gồm polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) như nêu trên.

Sáng chế này rất phù hợp đối với, ví dụ, các ứng dụng mà việc sản xuất liên quan đến tốc độ trượt trên mức 100 giây⁻¹, ở trạng thái rắn hoặc nóng chảy. Trong số các ví dụ không nhằm giới hạn, các màng, tốt hơn là các màng định hướng, như màng polypropylen định hướng hai chiều (BOPP), và các sợi được kể đến.

Theo một phương án của sáng chế, vật phẩm này là màng mỏng, tốt hơn là màng polypropylen định hướng hai chiều (BOPP) gồm một hoặc nhiều lớp, trong đó ít nhất một lớp làm bằng hỗn hợp polypropylen (C).

Ít nhất một lớp màng này theo sáng chế có ít nhất 60% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 80% trọng lượng, cũng tốt hơn là ít nhất 95% trọng lượng. Tốt hơn

là ít nhất một lớp của màng gồm hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) như nêu trên.

Do đó, màng này có thể là màng đơn lớp hoặc màng nhiều lớp, tốt hơn là màng đơn lớp hoặc màng nhiều lớp định hướng hai chiều (màng BOPP). Tốt nhất là màng này là màng BOPP đơn lớp định hướng hai chiều, trong đó màng đơn lớp này bao gồm, tốt hơn là gồm hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C).

Màng polypropylen định hướng hai chiều có thể được tạo ra bởi các quy trình kéo giãn (kéo) thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này bằng cách sử dụng thiết bị thông thường dùng để sản xuất màng polypropylen định hướng hai chiều. Thông thường, màng đúc được tạo ra đầu tiên bằng cách ép đùn các hạt polypropylen. Độ dày màng đúc “ban đầu” tùy thuộc vào ứng dụng màng BOPP được mong muốn và có thể dễ dàng chọn được bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Chỉ là một ví dụ: màng polypropylen định hướng hai chiều được kéo giãn thông thường với hệ số kéo theo hướng máy (MD) nằm trong khoảng từ 3 đến 7, như nằm trong khoảng từ 4 đến 6, và theo hướng ngang (TD) nằm trong khoảng từ 5 đến 10, như nằm trong khoảng từ 6 đến 9. Ví dụ, để sản xuất màng BOPP có độ dày 20 μ m thì độ dày ban đầu phải là, ví dụ, 800 μ m và hệ số kéo là 5 theo hướng máy (MD) và 8 theo hướng ngang (TD) với tốc độ kéo giãn 10mm/giây.

Tốt hơn là độ dày cuối của màng BOPP, tốt hơn là của màng đơn lớp BOPP, nằm trong khoảng từ 10 đến 70 μ m, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 50 μ m, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 40 μ m, cũng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 35 μ m.

Màng BOPP theo sáng chế có thể được sử dụng cho nhiều ứng dụng cuối khác nhau, ví dụ, cho các bao gói khác nhau, như bao gói thực phẩm hoặc thức ăn, giấy bọc, hoặc các ứng dụng điện tử, như màng dùng cho tụ điện, nhưng không chỉ giới hạn trong các ứng dụng này. Màng BOPP có thể được sử dụng như vốn có hoặc làm một phần của kết cấu nhiều lớp hoặc lớp phủ, như kết cấu nhiều lớp tráng kim loại. Điều đã được phát ra bởi các tác giả sáng chế là hỗn hợp

polypropylen (C) có 80,0 tới 99,5% trọng lượng, tốt hơn là 80,0 tới 97,95% trọng lượng, tốt hơn nữa là 85,0 tới 96,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 88,0 tới 96,0% trọng lượng, là polypropylen thứ nhất (PP1) và 0,5 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn là 2,0 tới 20,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là 3,0 tới 15,0% trọng lượng, còn tốt hơn nữa là 3,0 tới 12,0% trọng lượng là polypropylen thứ hai (PP2) đặc biệt thích hợp cho việc tạo ra các màng định hướng hai chiều với tốc độ sản xuất cao.

Theo một phương án của sáng chế, vật phẩm này là sợi, tốt hơn là các sợi được tạo ra bằng cách kéo sợi nóng chảy, tốt hơn nữa là sợi kéo dính kết, làm bằng hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C). Các kỹ thuật kéo sợi, thiết bị, các quy trình và các điều kiện quy trình là đã biết rõ và đã được mô tả trong các ấn phẩm chuyên ngành và có thể chọn được bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này tùy thuộc vào ứng dụng cuối được mong muốn của sợi này. Hơn thế nữa, kích thước của sợi tùy thuộc vào ứng dụng cuối và có thể chọn được bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, các sợi theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách ép đùn hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C) qua bộ ép phun tơ.

Các sợi này có ít nhất 60% trọng lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 80% trọng lượng, cũng tốt hơn là ít nhất 95% trọng lượng, tốt hơn là gồm hỗn hợp polypropylen theo sáng chế (C).

Điều đã nhận thấy là hỗn hợp polypropylen (C) có 80,0 tới 99,5% trọng lượng là polypropylen thứ nhất (PP1), và 0,5 tới 20,0% trọng lượng là polypropylen thứ hai (PP2) đặc biệt thích hợp cho việc tạo ra các sợi kéo dính kết với tốc độ sản xuất cao. Tốt hơn, nếu vật phẩm sợi này được chọn được chọn từ nhóm bao gồm môi trường lọc (bộ lọc), tã, băng vệ sinh, băng vệ sinh phụ nữ, sản phẩm cho người kém tự chủ, quần áo bảo hộ, quần áo phẫu thuật và áo choàng phẫu thuật.

Sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn bằng các ví dụ dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Các phương pháp đo

Các thuật ngữ và các phương pháp xác định dưới đây áp dụng cho phần mô tả nêu trên cũng như các ví dụ dưới đây trừ khi có quy định khác.

MFR₂ (230°C) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 (230°C, tải trọng 2,16kg).

Định lượng vi cấu trúc bằng quang phổ NMR

Phép quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) định lượng được sử dụng để định lượng hàm lượng comonome và sự phân bố trình tự comonome của các polyme. Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR được ghi ở trạng thái dung dịch bằng cách sử dụng máy quang phổ Bruker Advance III 400 NMR vận hành ở 400,15 và 100,62 MHz lần lượt cho ^1H và ^{13}C . Tất cả các phổ được ghi bằng cách sử dụng đầu dò kéo dài 10mm đã được tối ưu hoá cho phổ ^{13}C ở 125°C bằng cách sử dụng khí nitơ cho tất cả các khí nén. Khoảng 200mg chất liệu được hoà tan trong 3ml 1,2-tetracloetan- d_2 (TCE- d_2) cùng với crom-(III)-axetylaxetonat ($\text{Cr}(\text{acac})_3$) tạo ra dung dịch 65mM của tác nhân hồi phục trong dung môi (Singh, G., Kothari, A., Gupta, V., Polymer Testing 28 5 (2009), 475). Để đảm bảo dung dịch đồng nhất, sau khi chuẩn bị mẫu đầu tiên trong block nhiệt, ống NMR được làm nóng tiếp trong lò quay trong ít nhất 1 giờ. Sau khi đặt vào từ trường, ống này được quay ở tần số 10Hz. Thiết lập này được chọn chủ yếu cho yêu cầu độ phân giải cao và định lượng cho việc định lượng hàm lượng etylen chính xác. Sự kích thích xung đơn tiêu chuẩn được áp dụng mà không có NOE, bằng cách áp dụng góc đầu tối ưu, độ trễ chu trình 1 giây và sơ đồ tách hai mức WALTZ16 (Zhou, Z., Kuemmerle, R., Qiu, X., Redwine, D., Cong, R., Taha, A., Baugh, D. Winniford, B., J. Mag. Reson. 187 (2007) 225; Busico, V., Carbonniere, P., Cipullo, R., Pellecchia, R., Severn, J., Talarico, G., Macromol. Rapid Commun. 2007, 28, 1128). Tổng cộng 6144 (6k) tín hiệu truyền được thu nhận trên mỗi quang phổ.

Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR định lượng được xử lý, được lấy tích phân và các tính chất định lượng có liên quan được xác định từ các tích phân nhờ sử dụng các

chương trình máy tính. Tất cả các dịch chuyển hóa học được gián tiếp tham chiếu đến nhóm metylen trung tâm của khối etylen (EEE) ở 30,00ppm bằng cách sử dụng độ dịch chuyển hóa học của dung môi. Cách tiếp cận này cho phép tham chiếu tương đương ngay cả khi đơn vị cấu trúc này không có mặt. Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với sự kết hợp của etylen đã được quan sát Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950).

Đối với các polyme polypropylen đồng nhất, tất cả các dịch chuyển hóa học được chuẩn nội tại theo ngũ giác đều của metyl (isotactic pentad (mmmm)) ở 21,85ppm.

Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với các khuyết tật vùng (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., *Chem. Rev.* 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157; Cheng, H. N., *Macromolecules* 17 (1984), 1950) hoặc comonome đã được quan sát.

Sự phân bố đều đặn được định lượng thông qua phép tích phân vùng metyl nằm trong khoảng 23,6-19,7 ppm hiệu chỉnh cho các vị trí bất kỳ không liên quan đến các trình tự stereo của đối tượng nghiên cứu (Busico, V., Cipullo, R., *Prog. Polym. Sci.* 26 (2001) 443; Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., *Macromolecules* 30 (1997) 6251).

Đặc biệt là, sự ảnh hưởng của các khuyết tật vùng và comonome đến việc định lượng sự phân bố đều đặn được hiệu chỉnh bằng cách trừ các tích phân khuyết tật vùng đại diện và comonome ra khỏi các vùng tích phân cụ thể của các trình tự stereo.

Tính đều đặn (isotacticity) được xác định ở mức năm (pentad) và được đưa ra theo tỷ lệ phần trăm các trình tự ngũ giác đều (mmmm) so với tất cả các trình tự ngũ giác:

$$[\text{mmmm}] \% = 100 * (\text{mmmm} / \text{tổng các ngũ giác})$$

Sự có mặt của các khuyết tật vùng 2,1 được chỉ ra bởi sự có mặt của hai vị trí metyl ở 17,7 và 17,2 ppm và được xác nhận bởi các vị trí đặc trưng khác.

Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với các dạng khác của các khuyết tật vùng không được quan sát (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., Chem. Rev. 2000, 100, 1253).

Hàm lượng của các khuyết tật vùng 2,1 được định lượng bằng cách sử dụng tích phân trung bình của hai vị trí metyl đặc trưng ở 17,7 và 17,2 ppm:

$$P_{21e} = (I_{e6} + I_{e8})/2$$

Hàm lượng của propen đã bị chèn bậc một ở vị trí 1,2 được định lượng trên cơ sở vùng metyl cùng với sự hiệu chỉnh đối với các vị trí trong vùng này không liên quan tới việc chèn bậc một và đối với các vị trí chèn bậc một được loại ra khỏi vùng này:

$$P_{12} = I_{CH3} + P_{21e}$$

Tổng hàm lượng của propen được định lượng theo tổng số propen được chèn bậc một và các khuyết tật vùng có mặt khác:

$$P_{tổng} = P_{12} + P_{21e}$$

Hàm lượng phần trăm mol của các khuyết tật vùng 2,1 được định lượng theo tất cả các propen:

$$[21e] \% \text{ mol} = 100 * (P_{21e}/P_{tổng})$$

Đối với các copolyme, các tín hiệu đặc trưng tương ứng với sự kết hợp của etylen đã được quan sát (Cheng, H. N., Macromolecules 17 (1984), 1950).

Với các khuyết tật vùng cũng được quan sát (Resconi, L., Cavallo, L., Fait, A., Piemontesi, F., Chem. Rev. 2000, 100, 1253; Wang, W-J., Zhu, S., Macromolecules 33 (2000), 1157; Cheng, H. N., Macromolecules 17 (1984), 1950) việc hiệu chỉnh ảnh hưởng của các khuyết như vậy theo hàm lượng comonome được đòi hỏi.

Phần comonome được định lượng bằng cách sử dụng phương pháp của Wang et. al. (Wang, W-J., Zhu, S., Macromolecules 33 (2000), 1157) thông qua việc tích phân nhiều tín hiệu trên toàn bộ vùng phổ trong phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$. Phương pháp này được chọn bởi vì khả năng mạnh mẽ của nó và khả năng có tính đến sự

có mặt của các khuyết vùng khi cần. Các vùng tích phân được điều chỉnh một chút để làm tăng khả năng bao trùm toàn bộ vùng hàm lượng đã gặp.

Đối với các hệ mà duy nhất etylen đã phân lập trong các trình tự PPEPP được quan sát, thì phương pháp của Wang et. al. được cải biến để làm giảm sự ảnh hưởng của các tích phân khác không của các vị trí đã được biết là không có mặt. Cách tiếp cận này làm giảm sự đánh giá quá mức hàm lượng etylen đối với các hệ như vậy và đã đạt được bằng cách giảm số lượng vị trí được sử dụng để xác định hàm lượng etylen tuyệt đối thành:

$$E = 0,5(S\beta\beta + S\beta\gamma + S\beta\delta + 0,5(S\alpha\beta + S\alpha\gamma))$$

Thông qua việc sử dụng tập hợp các vị trí này, công thức tích phân tương sẽ là:

$$E = 0,5(I_H + I_G + 0,5(I_C + I_D))$$

với các ký hiệu được sử dụng giống như đối với vật phẩm nêu trong ấn phẩm: Wang et. al. (Wang, W-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157). Các công thức được sử dụng cho hàm lượng propylen tuyệt đối không được cải biến.

Phần trăm mol comonome kết hợp được tính theo phần mol:

$$E [\text{mol}\%] = 100 * fE$$

Phần trăm trọng lượng comonome kết hợp được tính theo phần mol:

$$E [\text{wt}\%] = 100 * (fE * 28,06) / ((fE * 28,06) + ((1-fE) * 42,08))$$

Sự phân bố trình tự comonome với mức ba (triad) được xác định bằng cách áp dụng phương pháp phân tích của Kakugo et al. (Kakugo, M., Naito, Y., Mizunuma, K., Miyatake, T. *Macromolecules* 15 (1982) 1150). Phương pháp này được chọn bởi vì khả năng mạnh mẽ của nó và các vùng tích phân đã được điều chỉnh nhẹ để làm tăng khả năng áp dụng cho một khoảng rộng hơn của các hàm lượng comonome.

Trọng lượng phân tử trung bình số (M_n), trọng lượng phân tử trung bình khối (M_w) và sự phân bố trọng lượng phân tử (MWD)

Các trung bình số trọng lượng phân tử (M_w , M_n), và sự phân bố trọng lượng phân tử (MWD), tức là tỷ số M_w/M_n (trong đó M_n là trọng lượng phân tử trung bình số và M_w là trọng lượng phân tử trung bình khối), được xác định bằng phép sắc ký thẩm gel (GPC) theo các tiêu chuẩn ISO 16014-4:2003 và ASTM D 6474-99. Thiết bị PolymerChar GPC, được trang bị đầu dò hồng ngoại (IR) được sử dụng cùng với các cột 3x Olexis và 1x Olexis Guard của hãng Polymer Laboratories và 1,2,4-triclobenzen (TCB, đã được làm ổn định bằng 250mg/L 2,6-di tert butyl-4-metyl-phenol) làm dung môi ở 160°C và với tốc độ dòng không đổi là 1mL/phút. 200 μ L dung dịch mẫu được tiêm cho mỗi lần phân tích. Bộ cột này được chuẩn bằng cách áp dụng sự hiệu chuẩn chung (theo tiêu chuẩn ISO 16014-2:2003) với ít nhất 15 chuẩn polystyren MWD hẹp (PS) nằm trong khoảng từ 0,5kg/mol đến 11500 kg/mol. Các hằng số Mark Houwink đối với PS, PE và PP được sử dụng là đã được mô tả theo tiêu chuẩn ASTM D 6474-99. Tất cả các mẫu được chuẩn bị bằng cách hoà tan 5,0-9,0mg polyme trong 8mL (ở 160°C) TCB đã được làm ổn định (giống như pha động) trong 2,5 giờ đối với PP hoặc 3 giờ đối với PE ở nhiệt độ tối đa 160°C trong điều kiện lắc nhẹ liên tục trong bộ tự lấy mẫu của thiết bị GPC.

Phân tích DSC, nhiệt độ nóng chảy (T_m) và nhiệt nóng chảy (H_f), nhiệt độ kết tinh (T_c) và nhiệt kết tinh (H_c)

Được đo bằng thiết bị đo nhiệt lượng quét vi sai TA Instrument Q200 (DSC) trên các mẫu 5 tới 7mg. DSC được chạy theo tiêu chuẩn ISO 11357/phần 3/phương pháp C2 trong chu trình nóng/nguội/nóng với tốc độ quét 10°C/phút trong khoảng nhiệt độ -30 tới +225°C. Nhiệt độ kết tinh (T_c) và nhiệt kết tinh (H_c) được xác định từ bước làm nguội, trong khi nhiệt độ nóng chảy (T_m) và nhiệt nóng chảy (H_f) được xác định từ bước làm nóng thứ hai.

Tỷ trọng

Được đo theo tiêu chuẩn ISO 1183-187. Mẫu được tạo ra bằng cách đúc ép theo tiêu chuẩn ISO 1872-2:2007.

Hàm lượng tan trong xylen (XCS, % trọng lượng)

Hàm lượng tan trong xylen lạnh (XCS) được xác định ở 25°C theo tiêu chuẩn ISO 16152; ấn bản lần thứ nhất; 2005-07-01. Phần còn lại không hòa tan là phần không tan trong xylen lạnh (XCI).

Hàm lượng tan trong heptan (C7) [tính theo % trọng lượng] được xác định thông qua việc chiết Soxhlet

Khoảng 1g mẫu thử nghiệm dạng bột được sấy khô cẩn thận và được cân một cách chính xác. Mẫu thử nghiệm dạng bột này được chiết trong thiết bị Soxhlet bằng 150ml n-heptan (chất lượng p.a.) trong 24 giờ. Ống chiết 603 cenluloza tiêu chuẩn được sử dụng làm ống chiết. Nhằm tránh bột polyme dòi khỏi ống chiết nó được đóng lại ở đỉnh bằng một ống cắt nửa khác. Trọng lượng của bộ chiết thủy tinh này kể cả polyme sau khi chiết được cân sau khi có trọng lượng không đổi. Lượng cặn của phần thử nghiệm trong bộ chiết thủy tinh này được xác định theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng tan trong C7 (\%)} = ((m_2 - m_t) / m_1) \times 100$$

trong đó:

m_1 = trọng lượng mẫu ban đầu

m_2 = trọng lượng của bộ chiết thủy tinh cùng với polyme sau khi chiết

m_t = trọng lượng của bộ chiết thủy tinh.

Hàm lượng tan trong hexan (C6) [tính theo % trọng lượng] được xác định thông qua việc chiết Soxhlet

Khoảng 1g mẫu thử nghiệm dạng bột được làm khô cẩn thận và cân một cách chính xác. Mẫu thử nghiệm dạng bột này được chiết trong thiết bị Soxhlet bằng 150ml hexan (chất lượng p.a.) trong 24 giờ. Ống chiết 603 cenluloza tiêu

chuẩn được sử dụng làm ống chiết. Nhằm tránh bột polyme dôi khỏi ống chiết nó được đóng lại ở đỉnh bằng một ống cắt nửa khác. Trọng lượng của bộ chiết thủy tinh này kể cả polyme sau khi chiết được cân sau khi có trọng lượng không đổi. Lượng cặn của phần thử nghiệm trong bộ chiết thủy tinh này được xác định theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng tan trong C6 (\%)} = ((m_2 - m_t) / m_1) \times 100$$

trong đó:

m_1 = trọng lượng mẫu ban đầu

m_2 = trọng lượng của bộ chiết thủy tinh cùng với polyme sau khi chiết

m_t = trọng lượng của bộ chiết thủy tinh.

Môđun kéo của polypropylen thứ nhất (PP1) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527-3 (tốc độ đầu chữ thập = 1mm/phút; tốc độ thử nghiệm 50mm/phút ở 23°C) bằng cách sử dụng màng BOPP (hệ số kéo MD 5 và TD 7) có độ dày 20µm. Việc đo được thực hiện sau 96 giờ làm ổn định mẫu.

Môđun kéo của polypropylen thứ hai (PP2) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 527 trên các mẫu đúc áp lực.

Độ nhớt B được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D 3236 ở 190°C

B. Các ví dụ

1. Polypropylen thứ nhất (PP1):

Nguyên liệu polypropylen thương phẩm sau đây được sử dụng làm polypropylen thứ nhất (PP1):

PP1a là polypropylenn thương phẩm HC401BF của hãng Borouge có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ là 3,2g/10 phút, nhiệt độ nóng chảy T_m là 162°C và tỷ trọng là 905kg/m³, và môđun kéo (MD) là 2100mPa khi sử dụng các mẫu màng mỏng 20µm.

2. Polypropylen thứ hai (PP2)

Các nguyên liệu polypropylen thương phẩm sau đây được sử dụng làm polypropylen thứ hai (PP2):

PP2a là polypropylen thương phẩm L-MODU S400 của hãng Idemitsu.

PP2b là polypropylen thương phẩm L-MODU S600 của hãng Idemitsu.

PP2c là polypropylen thương phẩm L-MODU S901 của hãng Idemitsu.

Các tính chất của các nguyên liệu polypropylen thứ hai (PP2) được tóm tắt trong Bảng 1.

Bảng 1

Các tính chất của mẫu polypropylen thứ hai (PP2)

		PP2a	PP2b	PP2c
MFR	[g/10 phút]	2000	350	50
T _m	[°C]	79	82	83
Độ nhớt B	[mPa·s]	8,500	50,000	360,000
Tỷ trọng	[kg/m ³]	870	870	870
Mô đun kéo	[MPa]	90	90	90
M _w	[kg/mol]	45	75	130
MWD	[M _w /M _n]	2	2	2

Thương phẩm tham chiếu là polypropylen thương phẩm HC402BF của hãng Borouge thích hợp để kéo giãn và có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ là 3,2g/10 phút, nhiệt độ nóng chảy T_m là 161°C, tỷ trọng là 904kg/m³, mô đun kéo (MD) là 1900mPa khi sử dụng các mẫu màng mỏng 20μm.

2. Tạo ra hỗn hợp polypropylen (C)

Các hỗn hợp polypropylen (C) được trộn hợp trong máy ép ép đùn trục kép ZSK18 vận hành với tốc độ trục 250 vòng/phút, SEI là 0,254kwh/kg và profin nhiệt độ khoảng 200°C.

Các tính chất của các hỗn hợp so sánh và theo sáng chế được tóm tắt trong Bảng 2.

Bảng 2

Thành phần và các tính chất của các mẫu theo các ví dụ thương phẩm tham chiếu, ví dụ so sánh và ví dụ theo sáng chế

		Ref	CE1	IE1	IE2	IE3	
Thương phẩm tham chiếu	[% trọng lượng]	100					
PP1a	[% trọng lượng]		100	95	95	95	
PP2a	[% trọng lượng]			5			
PP2b	[% trọng lượng]				5		
PP2c	[% trọng lượng]					5	
Hàm lượng tan trong C7	[% trọng lượng]	3,69	1,77	4,05	3,52	3,26	
Hàm lượng tan trong C6	[% trọng lượng]	1,92	0,55	1,47	1,32	0,93	
Hàm lượng tan trong C7-C6	[% trọng lượng]	1,77	1,22	2,58	2,20	2,33	
XCS	[% trọng lượng]	4,0	1,1	3,7	3,0	3,0	

Như nêu trên, trị số hàm lượng tan trong C7-C6 theo sáng chế chứng tỏ đặc tính kéo giãn và kéo sợi của hỗn hợp polyme.

Do đó, để đánh giá khả năng dễ kéo giãn của các màng được tạo ra từ các hỗn hợp theo sáng chế và so sánh, các màng định hướng hai chiều (màng BOPP) được tạo ra từ các hỗn hợp CE1 (duy nhất PP1a) và IE1 to IE3 dưới đây bằng cách sử dụng dây chuyền sản xuất màng BOPP quy mô công nghiệp thông thường:

Các màng ban đầu dày 800 μ m của các mẫu tham chiếu, CE1 và IE1 tới IE3 được kéo giãn với hệ số kéo (kéo) bằng khoảng 5 theo hướng máy (MD) và hệ số kéo (kéo) bằng 8 theo hướng ngang (TD) với tốc độ 10mm/giây.

Màng 800 μ m dựa trên cơ sở mẫu CE1 (duy nhất PP1) không thể kéo giãn được để có độ dày màng cuối là 20 μ m.

Các màng mỏng 800 μ m dựa trên cơ sở các mẫu IE1, IE2 và IE3 đáp ứng mối liên quan giữa các hàm lượng tan trong heptan và hexan theo sáng chế có thể dễ dàng được kéo giãn trong các điều kiện nêu trên để đạt được độ dày màng cuối là 20 μ m.

Yêu cầu bảo hộ

1. Hỗn hợp polypropylen (C) có:

- i) 80,0 tới 99,5% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C) là polypropylen thứ nhất (PP1), và
- ii) 0,5 tới 20,0% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C) là polypropylen thứ hai (PP2) mà là polyme propylen đồng nhất khác với polypropylen thứ nhất (PP1) và có nhiệt độ nóng chảy (T_m) là 130°C hoặc thấp hơn,

trong đó polypropylen thứ nhất (PP1) thỏa mãn bất đẳng thức (I):

$$C7(PP1) - C6(PP1) \leq 1,5 \quad (I)$$

trong đó:

$C7(PP1)$ là hàm lượng tan trong heptan [tính theo % trọng lượng] của polypropylen thứ nhất (PP1) và

$C6(PP1)$ là hàm lượng tan trong hexan [tính theo % trọng lượng] của polypropylen thứ nhất (PP1) và

trong đó hỗn hợp polypropylen (C) thỏa mãn bất đẳng thức (II):

$$1,5 < [C7(C) - C6(C)] \leq 5,0 \quad (II)$$

trong đó:

$C7(C)$ là hàm lượng tan trong heptan [tính theo % trọng lượng] của hỗn hợp polypropylen (C) và

$C6(C)$ là hàm lượng tan trong hexan [tính theo % trọng lượng] của hỗn hợp polypropylen (C).

2. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó hỗn hợp này có hàm lượng comonome nằm trong khoảng từ 0,0 đến 5,0%mol.

3. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó polypropylen thứ nhất (PP1) là polyme propylen đồng nhất (H-PP1) hoặc copolyme propylen ngẫu nhiên (R-PP1).
4. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó hỗn hợp này có hàm lượng tan trong xylene (XCS) thấp hơn 10,0% trọng lượng.
5. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó polypropylen thứ hai (PP2) có sự phân bố trọng lượng phân tử (M_w/M_n) nằm trong khoảng từ 1,0 đến 4,0.
6. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó polypropylen thứ hai (PP2) có trọng lượng phân tử trung bình khối (M_w) nằm trong khoảng từ 20 đến 300kg/mol.
7. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó polypropylen thứ hai (PP2) có tỷ trọng thấp hơn 895kg/m³.
8. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó polypropylen thứ hai (PP2) có nhiệt độ nóng chảy (T_m) nằm trong khoảng từ 50 đến 125°C.
9. Hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1, trong đó hỗn hợp này không chứa (a) nguyên liệu polyme khác với polypropylen thứ nhất (PP1) và polypropylen thứ hai (PP2) có hàm lượng cao hơn 5,0% trọng lượng, tính theo tổng trọng lượng của hỗn hợp polypropylen (C).
10. Vật phẩm làm bằng hỗn hợp polypropylen (C) theo điểm 1.
11. Vật phẩm theo điểm 10, trong đó vật phẩm này là màng mỏng.

12. Vật phẩm theo điểm 11, trong đó màng mỏng là màng định hướng hai chiều (BOPP).

13. Vật phẩm theo điểm 10, trong đó vật phẩm này là sợi.

14. Vật phẩm theo điểm 13, trong đó sợi là sợi kéo nóng chảy hoặc sợi kéo dính kết.