



(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)



1-0048567

(51)^{2020.01} C08L 23/12

(13) B

(21) 1-2021-07195

(22) 09/04/2020

(86) PCT/EP2020/060276 09/04/2020

(87) WO 2020/208200 15/10/2020

(30) 19169031.2 12/04/2019 EP

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/07/2022 412A

(73) THAI POLYETHYLENE CO., LTD (TH)

1 Siam Cement Rd. Bangsue, Bangkok, 10800, Thailand

(72) Vadee CHIVATANASOONTORN (TH); Watcharee CHEEVASRIRUNGRUANG (TH); Phairat PHIRIYAWIRUT (TH); Somsak LERTTHANONGSAK (TH).

(74) Công ty cổ phần tư vấn Trung Thực (TRUNG THUC.,JSC)

(54) CHẾ PHẨM COPOLYME POLYPROPYLEN CHỊU VA CHẠM, QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẾ PHẨM COPOLYME POLYPROPYLEN CHỊU VA CHẠM, PHƯƠNG PHÁP ĐÚC PHUN VÀ VẬT DỤNG ĐƯỢC ĐÚC

(21) 1-2021-07195

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen được phân tán trong nền, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen, lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, độ nhớt nội tại của pha cao su etylen propylen (PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, và MFR₂ của chế phẩm này nằm trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút. Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất chế phẩm này, sử dụng chế phẩm này trong việc đúc phun và vật dụng chứa chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm để sản xuất linh kiện ô tô bằng cách đúc phun, quy trình sản xuất chế phẩm này và sử dụng chế phẩm này trong việc đúc phun, ví dụ đúc phun thành mỏng. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp đúc phun, ví dụ đúc phun thành mỏng, trong đó chế phẩm này được phun, và đề cập đến vật dụng chứa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đúc phun thành mỏng là công nghệ then chốt để tạo ra các linh kiện ô tô, như đệm va, các tấm chắn bùn và đồ trang trí. Đúc phun thành mỏng yêu cầu polyme dòng nóng chảy cao để đạt được khả năng xử lý cần thiết. Nói chung, MFR₂ của polyme để dùng trong đúc phun thành mỏng ít nhất là 70 g/10 phút. Linh kiện ô tô còn đòi hỏi các polyme tạo ra độ cân bằng thích hợp giữa độ bền, độ cứng và độ chịu va chạm. Copolyme polypropylen chịu va chạm (ICP) là polyme đã biết có thể thỏa mãn các yêu cầu này và thường được dùng trong lĩnh vực ô tô.

Trong lĩnh vực ô tô, các bộ phận đúc phun có thành mỏng, và cụ thể là các bộ phận bên trong, như các tấm chắn bùn, các tấm dụng cụ và đồ trang trí cửa, đang trở nên nhẹ hơn (mỏng hơn, rộng hơn, dài hơn) và có hình dạng và thiết kế phức tạp hơn. Đồng thời, có mong muốn ngày càng tăng để tạo ra phần nội thất có mức hoàn thiện chất lượng bề mặt cao (tức là về bên ngoài mức bề mặt cao). Điều này bao gồm mong muốn đối với linh kiện ô tô được đúc có độ bóng bề mặt thấp và không có các khuyết điểm gợn vết hoặc “Vết nhăn”. Tuy nhiên, đã biết rằng bộ phận đúc phun có diện tích bề mặt lớn (ví dụ, do chiều dài của chúng và/hoặc chiều rộng) bị nghiêng nhiều hơn để thể hiện các khuyết điểm bề mặt trên bề mặt thành phẩm. Các khuyết điểm này được gọi là “vết gợn” hoặc “vết nhăn” hoặc “các dải nhăn”. Các khuyết điểm này được tin là do phần trước dòng không ổn định trong pha nạp của quy trình đúc phun. Điều quan trọng để cân bằng các yêu cầu phản tác dụng đối với dòng nóng chảy cao, nhu cầu thực hiện đúc phun thành mỏng, và xu hướng dòng polyme tạo ra “vết nhăn” trong các sản phẩm đúc cuối cùng.

Để thỏa mãn các yêu cầu tổng thể trong ngành công nghiệp ô tô, chế phẩm copolyme

polypropylen chịu va chạm cần phải tạo ra các sản phẩm đúc có trọng lượng nhẹ với độ bền, độ cứng và độ chịu va chạm thích hợp thỏa mãn thông số cơ học theo yêu cầu đối với linh kiện ô tô cũng như có khả năng chảy của polyme cao để đạt được khả năng xử lý cần thiết để đúc phun thành mỏng và tạo ra thành phẩm có chất lượng bề mặt cao, tức là độ bóng thấp và không có hoặc có vết nhăn ở mức độ thấp.

CN101343393B bộc lộ chế phẩm etyl-propyl khối copolyme polypropylen có excellent khả năng chảy, độ cứng và độ bền va chạm tuyệt vời. Chế phẩm này chứa 100 phần tính theo trọng lượng của polypropylen và 0,05 phần đến 0,3 phần tính theo trọng lượng của tác nhân tạo nhân và có chỉ số nóng chảy nằm trong khoảng từ 80 g/10 phút đến 120 g/10 phút. polypropylen bao gồm 80% đến 95% trọng lượng mức độ kết tinh cao homopolypropylen và 5% đến 10% trọng lượng etyl-propyl copolyme khối.

US9416262B2 bộc lộ propylen copolyme dị pha bao gồm (a) nền chứa ba phân đoạn polypropylen, mỗi phân đoạn có lưu tốc nóng chảy khác nhau (MFR₂) và (b) propylen copolyme elastome được phân tán trong nền. Propylen copolyme dị pha này là để thể hiện khả năng chảy và độ cứng cao và hiệu quả va chạm tốt.

US2012/0157599 bộc lộ chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa nền gốc propylen và propylen/etylen hoặc pha cao su propylen/alpha-olefin copolyme khác. Chế phẩm này có giá trị tang số tổn hao thấp và thể hiện vẻ bề ngoài được cải thiện với ít vết nhăn (theo dòng) cũng như độ cân bằng giữa khả năng chảy đúc và độ cứng-chịu va chạm tuyệt vời.

Các chế phẩm polyolefin dị pha cũng đã được bộc lộ trong EP 3212713A2, WO2014/161621A1, EP 3015503A1, EP 1081189A1, và US 2005/075439A1.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm, quy trình sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm, phương pháp đúc phun và vật dụng được đúc để khắc phục các nhược điểm của giải pháp kỹ thuật đã biết.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen được phân tán trong nền, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen, lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, độ nhớt nội tại của pha cao

su etylen propylen (PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, và MFR₂ của chế phẩm này nằm trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nêu dưới đây chứa:

- (i) polyme hóa propylen và tùy ý olefin comonome để thu được polyme homo-propylen hoặc nền copolyme; và
- (ii) polyme hóa propylen và etylen khi có polyme homo-propylen hoặc nền copolyme để thu được pha cao su etylen propylen được phân tán trong polyme homo-propylen hoặc nền copolyme.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm thu được theo các quy trình này đã bộc lộ trong bản mô tả này.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất sử dụng chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nêu trong bản mô tả này trong đúc phun, tốt hơn là đúc phun thành mỏng.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất phương pháp đúc phun, ví dụ đúc phun thành mỏng, bao gồm bước phun chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nóng chảy như nêu trong bản mô tả này vào trong khuôn; hóa rắn copolyme polypropylen chịu va chạm trong khuôn và tháo vật dụng làm bằng copolyme polypropylen chịu va chạm đã đúc ra khỏi khuôn.

Theo khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất vật dụng được đúc (ví dụ, phần nội thất của ô tô) chứa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm đã bộc lộ trong bản mô tả này.

Định nghĩa

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “hydrocarbyl” để chỉ gốc hóa trị một thu được từ hydrocacbon. Các ví dụ bao gồm các nhóm alkyl, như được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “béo” được dùng để chỉ các nhóm không vòng. Các nhóm béo có thể là mạch thẳng (đôi khi được gọi là tuyến tính) hoặc mạch nhánh.

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm (ICP)” để chỉ polyme chứa polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen (PER) được phân tán ở nền. Tùy ý chế phẩm này còn chứa các chất phụ gia, ví dụ, các chất chống oxy hóa và/hoặc các chất làm ổn định.

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “polyme homo-propylen” để chỉ polyme mà chủ yếu gồm đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ propylen. Polyme homo-propylen ví dụ có thể bao gồm ít nhất là 99 %, tốt hơn nữa nếu ít nhất là 99,5%, còn tốt hơn nữa nếu ít nhất là 99,95%, và còn tốt hơn nữa nếu ít nhất là 99,95%, Ví dụ 100%, tính theo trọng

lượng của đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ propylen.

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “propylen copolyme” để chỉ polyme chứa đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ propylen và ít nhất là một comonome khác. Nói chung, propylen copolyme chứa ít nhất là 0,05%, tốt hơn nữa nếu ít nhất là 0,1% và còn tốt hơn nữa nếu ít nhất là 0,4% trọng lượng đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ ít nhất là một comonome khác. Thông thường, propylen copolyme không bao gồm nhiều hơn 15% trọng lượng đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ ít nhất là một comonome khác.

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ PER-C2 để chỉ mol% đơn vị lặp lại có nguồn gốc từ etylen (C2) ở pha cao su etylen propylen, trên cơ sở tổng lượng đơn vị lặp lại có mặt trong đó.

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ PER-IV để chỉ độ nhớt nội tại của pha cao su etylen propylen (PER) như được xác định theo ISO1628 (trong decalin ở nhiệt độ 135°C).

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ chất xúc tác “Ziegler Natta (ZN)” để chỉ chất xúc tác chứa kim loại chuyển tiếp halogenua (ví dụ, titan halogenua, crom halogenua, hafnium halogenua, ziriconi halogenua hoặc vanadi halogenua) đỡ trên hợp chất kim loại hoặc á kim (ví dụ, hợp chất magie hoặc hợp chất silic đioxit).

Khi được dùng trong bản mô tả này thuật ngữ “hệ xúc tác” để chỉ chất xúc tác và các chất hoạt hóa tùy ý, các chất cho điện tử và các tác nhân cải biến.

Thuật ngữ được dùng trong bản mô tả này “quy trình nhiều bước” để chỉ quy trình mà được thực hiện theo hai hoặc nhiều giai đoạn.

Trừ trường hợp quy định khác, trong toàn bộ bản mô tả này và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo, thuật ngữ “chứa” và các biến thể của chúng, như “gồm” và “bao gồm” cần được hiểu theo nghĩa mở kể cả giới hạn, tức là “bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở”.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen (PER) được phân tán trong nền, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen, lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, độ nhớt nội tại của pha cao su etylen propylen (PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, và MFR₂ của chế phẩm này nằm

trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế có sự cân bằng lý tưởng giữa các đặc tính để dùng trong đúc phun, đặc biệt là đúc phun thành mỏng, và tạo ra các vật dụng, ví dụ các vật đúc phun có thành mỏng, có vẻ bên ngoài bề mặt cao cấp. Đặc biệt là, chế phẩm này có tương đối cao MFR₂ tương đối cao mà tạo điều kiện thuận lợi cho việc phun vào, và chảy trong, khuôn đúc, mô đun linh hoạt tương đối cao mà tạo ra vật dụng có các đặc tính cơ học cần thiết cũng như vẻ bên ngoài bề mặt tuyệt vời (ví dụ, vết nhăn thấp như đo được nhờ Tan(δ)) ở mức độ bóng thấp. Việc tạo ra vật dụng có ít vết nhăn, như đo được nhờ Tan(δ), là đáng kể, do MFR₂ của chế phẩm này ít nhất là 70 g/10 phút. Vật dụng chứa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế do đó có độ cân bằng mong muốn của độ cứng-các đặc tính va chạm và có vẻ bên ngoài bề mặt chất lượng cao (tức là không có vết nhăn ngay cả khi đúc phun trong các khuôn đúc lớn, phức tạp).

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm có thể bao gồm nền polyme homo-propylen. Theo cách khác, chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm có thể bao gồm nền copolyme propylen. Theo cách khác, chế phẩm polypropylen chịu va chạm có thể bao gồm nền là hỗn hợp gồm polyme homo-propylen và nền copolyme propylen.

Khi chế phẩm copolyme propylen chịu va chạm chứa nền copolyme propylen, comonome là có mặt tốt hơn, nếu một hoặc nhiều olefin (khác với propylen) và tốt hơn nữa một hoặc nhiều alpha-olefin. Tốt nhất, nếu comonome được chọn trong số etylen hoặc C₄-C₈ alpha-olefin và hỗn hợp của chúng. Các ví dụ đại diện về các comonome được ưu tiên bao gồm etylen, but-1-en, pent-1-en, hex-1-en, hept-1-en, oct-1-en và hỗn hợp của chúng. Các comonome được ưu tiên bao gồm etylen, but-1-en, hex-1-en và oct-1-en. Etylen được đặc biệt ưu tiên. Các copolyme propylen được ưu tiên chứa từ 0,1% đến 10,0% trọng lượng và tốt hơn nếu 0,3% đến 5,0% trọng lượng và còn tốt hơn nữa 0,3% đến 3,0% trọng lượng comonome.

Tốt hơn, nếu tuy nhiên, chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa nền polyme homo-propylen.

Polyme homo-propylen hoặc copolyme có mặt trong nền này tốt hơn, nếu có cấu trúc sắp xếp bằng ít nhất là 94%. Cấu trúc sắp xếp ảnh hưởng đến mô đun uốn và độ bền của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm và các đặc tính cuối cùng của các vật dụng đúc phun có thành mỏng, ví dụ các linh kiện ô tô. Tốt hơn là, polyme homo-propylen hoặc copolyme có mặt trong nền này có cấu trúc sắp xếp bằng ít nhất là 95% và tốt hơn nữa nếu ít nhất là 96%. Tốt hơn, nếu cấu trúc sắp xếp của polyme homo-propylen hoặc copolyme có

mặt trong nền này có giới hạn trên bằng 98%.

Polyme homo-propylen hoặc copolyme có mặt trong nền này tốt hơn, nếu có MFR₂ nằm trong khoảng từ 200 g/10 phút đến 400 g/10 phút, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 250g/10 phút đến 350 g/10 phút và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 250 g/10 phút đến 300 g/10 phút. Điều này góp phần vào khả năng xử lý tổng thể của chế phẩm này.

Các chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm được ưu tiên theo sáng chế có từ 85% đến 95% trọng lượng, tốt hơn nữa từ 85% đến 94% trọng lượng, còn tốt hơn nữa từ 88% đến 92% trọng lượng và còn tốt hơn nữa từ 90% đến 92% trọng lượng polyme homo-propylen hoặc nền copolyme, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen.

Tốt hơn, nếu pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt ở chế phẩm theo sáng chế với lượng 5% đến 15% trọng lượng, tốt hơn nữa từ 5% đến 14% trọng lượng, còn tốt hơn nữa từ 6% đến 12% trọng lượng và còn tốt hơn nữa từ 8% đến 10% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen.

Tốt hơn, nếu pha cao su etylen propylen có mặt ở chế phẩm theo sáng chế chủ yếu chứa, ví dụ bao gồm, đơn vị lặp lại thu được từ etylen và propylen. Nếu đơn vị lặp lại khác có mặt (tức là các đơn vị từ các monome khác với etylen hoặc propylen), tốt hơn, nếu chúng có mặt với lượng bé hơn 1mol% và còn tốt hơn nữa bé hơn 0,5mol%. Tốt hơn là, tỷ lệ giữa etylen và propylen trong pha cao su etylen propylen nằm trong khoảng từ 1:0,75 đến 1:1,22 và tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 1:0,82 đến 1:1.

Tốt hơn, nếu lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER) (tức là PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 43mol% đến 52mol%, và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 45%mol đến 50%mol. Theo đó, tốt hơn là lượng propylen trong pha cao su etylen propylen (PER) nằm trong khoảng từ 45%mol đến 57mol%, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 48%mol đến 57mol% và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 50%mol đến 55mol%.

Tốt hơn, nếu độ nhớt nội tại (IV) của pha cao su etylen propylen (PER) (tức là PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 3,5 dL/g đến 6,5 dL/g và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 5 dL/g đến 6 dL/g. Điều này ảnh hưởng đến khả năng dễ chảy của polyme nóng chảy trong quy trình đúc phun và vẽ bên ngoài bề mặt của các vật dụng đúc phun có thành mỏng.

Pha PER của chế phẩm copolyme propylen chịu va chạm được tin là ảnh hưởng ở mức độ đáng kể đến các đặc tính cơ học cũng như vẽ bên ngoài bề mặt của vật dụng chứa chế

phẩm này. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, nhận thấy rằng lượng PER cao hơn làm tăng cỡ miền bên trong pha PER và điều này làm tăng độ nhám bề mặt nhờ đó làm giảm độ bóng của vật dụng làm bằng chế phẩm này do phân tán, chứ không phải phản xạ, phần lớn ánh sáng. Mặt khác, tuy nhiên, lượng PER cao hơn cũng được tin là để tăng lượng phân tách giữa nền này và các pha phân tán nhờ đó làm giảm các đặc tính cơ học nhất định, ví dụ môđun uốn. Do đó, lượng PER tối ưu là một yếu tố then chốt cần phải được tính đến khi tìm kiếm để tối ưu hóa cả hiệu quả cơ học và vẻ bên ngoài bề mặt của vật dụng chứa các chế phẩm copolyme propylen chịu va chạm.

Khuyết điểm dòng gợn vết hoặc “vết nhăn” xuất hiện trên bề mặt thành phẩm của các vật dụng đúc phun có thành mỏng được tin là tạo ra do tính không ổn định của phần trước dòng trong thời gian nạp mà tăng lên do sự mất cân bằng trong tỷ lệ nhót giữa nền này và các pha phân tán. Để giảm đến mức tối thiểu các khuyết điểm gợn vết, độ nhót nội tại của pha cao su (PER-IV) phải được kiểm soát. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết, tin rằng PER-IV quá thấp sẽ không phù hợp để ngăn ngừa các khuyết điểm dòng song nếu PER-IV quá cao sẽ sinh ra gel và ảnh hưởng đến MFR₂ cuối cùng của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm. Thật ngạc nhiên khi lượng PER, PER-C2 và PER-IV của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế sản xuất các vật dụng đúc phun có thành mỏng, đặc biệt là bộ phận tương đối dài và lớn cần thiết trong các ứng dụng ô tô, với độ bền cơ học cần thiết (được phản ánh theo môđun uốn) cũng như chất lượng bề mặt cao, tức là độ bóng thấp với vết gợn hoặc vết nhăn ít hơn.

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế có lưu tốc chảy cao (MFR₂). Điều này đảm bảo nó là thích hợp đối với các ứng dụng đúc phun có thành mỏng, ví dụ để sản xuất các linh kiện ô tô. MFR₂ phụ thuộc chủ yếu vào phân tử lượng polyme. Các mạch dài hơn của các polyme thường có khuynh hướng có MFR₂ thấp hơn so với các mạch ngắn hơn.

MFR₂ của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nằm trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút, như được xác định theo ASTM D1238-13 ở nhiệt độ 230°C 2,16kg. Tốt hơn nữa, MFR₂ của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nằm trong khoảng từ 75 g/10 phút đến 175g/10 phút, và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 80 g/10 phút đến 150 g/10 phút.

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tốt hơn, nếu có môđun uốn bằng ít nhất là 1.500 MPa, và tốt hơn nữa nếu ít nhất là 1.600 MPa như được xác định theo ISO178. Trong phạm vi này, trị số này là thích hợp đối với các ứng dụng khác nhau và

đặc biệt là trong việc sản xuất của linh kiện ô tô ví dụ đệm va trước và sau, các tấm chắn bùn bên trong và đồ trang trí cửa, mà yêu cầu độ bền cơ học nhất định để đảm bảo hiệu quả và độ tin cậy của sản phẩm. Tốt hơn, nếu giới hạn trên bằng môđun uốn 2.000 MPa.

Tốt hơn, nếu chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế có Tan delta ($\tan\delta$) nhỏ hơn 25. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tốt hơn, nếu có Tan delta ($\tan\delta$) nằm trong khoảng từ 2 đến 25, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2 đến 20 và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2 đến 10, như được xác định theo Rheometer (kiểu ARES-G2). Còn tốt hơn nữa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tốt hơn, nếu có Tan delta ($\tan\delta$) lớn hơn 2,5. Do đó, tốt nhất, nếu chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tốt hơn, nếu có Tan delta ($\tan\delta$) nằm trong khoảng từ 2,5 đến 25, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2,5 đến 20 và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2,5 đến 10, như được xác định theo Rheometer (kiểu ARES-G2). Trong phạm vi này, trị số này là thích hợp đối với sản xuất các linh kiện ô tô, ví dụ nó có MFR₂ bằng ít nhất là 70 g/10 phút để tạo điều kiện thuận lợi cho việc đúc phun thành mỏng như nêu trên, mà là cần thiết để cuốn hút ánh nhìn, tức là không có vết nhăn hoặc các khuyết điểm dòng.

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tốt hơn, nếu có độ bóng ở góc 60° nhỏ hơn 90%, theo ISO 2813, ISO 7668. Tốt hơn là, độ bóng ở nhiệt độ 60° nằm trong khoảng từ 80% đến 90%, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 80% đến 89% và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 80% đến 88%.

Các chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm được ưu tiên theo sáng chế bao gồm ít nhất là hai, tốt hơn nữa ba, và còn tốt hơn nữa toàn bộ của các đặc tính dưới đây:

- (i) MFR₂ của 80-150 g/10 phút;
- (ii) môđun uốn bằng ít nhất là 1.500 MPa;
- (iii) Tỷ lệ vết nhăn nhỏ hơn 25; và
- (iv) độ bóng ở góc 60° nhỏ hơn 90%.

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm có thể được điều chế theo phương pháp bất kỳ thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Tốt hơn là, tuy nhiên, chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm được tạo ra theo quy trình nhiều bước. Mỗi giai đoạn có thể được thực hiện trong cùng bình phản ứng hoặc trong một hoặc nhiều bình phản ứng riêng biệt. Quy trình này có thể là quy trình liên tục, nửa liên tục hoặc theo mẻ song tốt hơn, nếu quy trình liên tục.

Quy trình được ưu tiên sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế chứa (ví dụ, chủ yếu gồm): (i) polyme hóa propylen và tùy ý olefin comonome để

thu được polyme homo-propylen hoặc nền copolyme; và (ii) polyme hóa propylen và etylen khi có polyme homo-propylen hoặc nền copolyme để thu được pha cao su etylen propylen được phân tán trong polyme homo-propylen hoặc nền copolyme.

Theo một quy trình được ưu tiên, polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen được tạo ra trong cùng bình phản ứng. Trong quy trình này, các điều kiện polyme hóa được thay đổi sau khi việc polyme hóa của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme được hoàn thành. Theo cách khác, và tốt hơn nếu polyme homo-propylen hoặc nền copolyme có thể được tạo ra trong một hoặc nhiều bình phản ứng và sau đó được chuyển sang bình phản ứng khác trong đó pha cao su etylen propylen được tạo ra. Các bình phản ứng và thiết bị polyme hóa quy ước có thể được sử dụng.

Một cách tùy ý, quy trình này còn có thể bao gồm bước tiền polyme hóa ở trước bước polyme hóa thứ nhất. Bước tiền polyme hóa bất kỳ được thực hiện theo cách thông thường.

Polyme homo-propylen hoặc nền copolyme tốt hơn, nếu được sản xuất ở cách polyme hóa lớn. Tùy ý, cách polyme hóa lớn được thực hiện trong một số bình phản ứng, Ví dụ 1, 2 hoặc 3 bình phản ứng. Các điều kiện có thể là giống nhau hoặc khác nhau ở mỗi nhóm bình phản ứng. Pha cao su etylen propylen tốt hơn, nếu được sản xuất theo quy trình polyme hóa trong pha khí khi có polyme homo-propylen hoặc copolyme. Thêm lần nữa, quy trình polyme hóa trong pha khí có thể được thực hiện ở một hoặc nhiều bình phản ứng, ví dụ 1 hoặc 2 bình phản ứng.

Tốt hơn, nếu quy trình polyme hóa của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 65°C đến 80°C và tốt hơn nữa khoảng 70°C. Tốt hơn, nếu việc polyme hóa được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,1 MPa đến 4,5 MPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2,9 MPa đến 4,2 MPa và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 3,3 MPa đến 4,2 MPa. Tốt hơn là, thời gian polyme hóa nằm trong khoảng từ 5 phút đến 240 phút, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 10 phút đến 90 phút và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 15 phút đến 40 phút.

Tốt hơn, nếu quy trình polyme hóa của pha cao su etylen propylen được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 65 °C đến 80 °C và tốt hơn nữa khoảng 70°C. Tốt hơn, nếu quy trình polyme hóa được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,1 MPa đến 202 MPa, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 1 MPa đến 1,6 MPa và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 1 MPa đến 1,3 MPa. Tốt hơn là, khí trộn sẵn chứa hydro, etylen và propylen được cấp liên tục vào bình phản ứng. Tốt hơn là, mol% etylen và etylen và propylen nằm trong khoảng từ 25 mol% đến 65mol% và tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 35 mol% đến 55mol%. Tốt hơn là, mol% hydro so với etylen và propylen nằm trong khoảng từ 0 mol% đến 5mol% và tốt hơn

nửa nằm trong khoảng từ 1,5 mol% đến 3,5mol%. Tốt hơn là, thời gian polyme hóa nằm trong khoảng từ 10 phút đến 240 phút, tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 20 phút đến 120 phút và còn tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 30 phút đến 50 phút. Tốt hơn là, tiến triển của phản ứng được theo dõi bằng cách áp dụng các biện pháp thông thường.

Thời gian phản ứng đối với mỗi giai đoạn trong quy trình polyme hóa là quan trọng do thời gian này xác định một phần lượng nền và pha cao su etylen propylen là có mặt. Tốt hơn là, thời gian polyme hóa dành cho giai đoạn thứ nhất là dài hơn thời gian polyme hóa dành cho giai đoạn thứ hai. Tốt hơn là, tiến triển của mỗi trong số các phản ứng polyme hóa được theo dõi bằng cách áp dụng các biện pháp thông thường.

Tốt hơn, nếu chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế được polyme hóa bằng hệ xúc tác chứa chất xúc tác Ziegler Natta. Do đó, tốt hơn, nếu chất xúc tác Ziegler-Natta được dùng trong cả hai giai đoạn của việc polyme hóa. Tốt hơn nữa cùng chất xúc tác Ziegler-Natta được dùng trong cả hai giai đoạn.

Tốt hơn, nếu chất xúc tác Ziegler-Natta chứa titan halogenua đỡ trên hợp chất kim loại hoặc á kim, tốt hơn là $MgCl_2$. Tốt hơn là, chất xúc tác rắn chứa lượng kim loại chuyển tiếp nằm trong khoảng từ 0,1 mmol/g đến 5mmol/g. Tốt hơn là, chất xúc tác rắn chứa lượng Mg nằm trong khoảng từ 1% đến 25% trọng lượng tính theo trọng lượng của chất xúc tác khô, rắn.

Theo tùy ý, hệ xúc tác rắn còn chứa một hoặc nhiều các chất cho điện tử bên trong. Các ví dụ đại diện về thích hợp các chất cho điện tử bên trong bao gồm các amin, các amit, các ete, các este, các este thơm, các keton, các nitril, các thioete, các thioeste, các aldehyt, các alcolat, và các muối của các axit hữu cơ. Các chất cho điện tử được ưu tiên chứa ít nhất là một nhóm chức este hữu cơ và tốt hơn nữa là hợp chất dieste.

Tốt hơn, nếu hệ xúc tác còn chứa chất hoạt hóa như chất đồng xúc tác. Các chất hoạt hóa có thể được chọn trong số alkyl nhôm và các hợp chất alkoxy nhôm. Các chất hoạt hóa được ưu tiên là các hợp chất alkyl nhôm ví dụ trimetyl nhôm và trietyl nhôm. Tốt hơn, nếu tác nhân hoạt hóa này được dùng thừa so với kim loại chuyển tiếp. Ví dụ, khi alkyl nhôm được dùng làm chất hoạt hóa, tỷ lệ phân tử gam của nhôm trong tác nhân hoạt hóa này so với kim loại chuyển tiếp trong hệ xúc tác tốt hơn, nếu nằm trong khoảng từ 1 mol/mol đến 500 mol/mol, và tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 2 mol/mol đến 100 mol/mol. Tốt hơn, nếu tỷ lệ phân tử gam của alkyl nhôm so với titan trên nền rắn (Al/Ti) nằm trong khoảng từ 10 đến 400, và tốt hơn nữa nằm trong khoảng từ 30 đến 120.

Hệ xúc tác chứa xúc tác Ziegler-Natta còn có thể bao gồm tác nhân đồng hoạt hóa

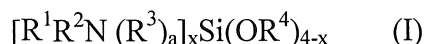
và/hoặc các tác nhân cải biến. Do đó, ví dụ, hai hoặc nhiều hợp chất alkyl nhôm có thể được sử dụng và/hoặc hệ xúc tác có thể được kết hợp với các loại chất cho điện tử khác nhau ví dụ các ete, este v.v. để cải biến hoạt tính và/hoặc tính chọn lọc của hệ xúc tác.

Trong các quy trình được ưu tiên theo sáng chế, các chất cho điện tử ngoài được bổ sung vào việc polyme hóa để cải biến hoạt tính và/hoặc tính chọn lọc của các quy trình polyme hóa. Tốt hơn là, chất cho điện tử ngoài được bổ sung vào mỗi giai đoạn của việc polyme hóa.

Các chất cho điện tử ngoài trong quy trình polyme hóa của mỗi polyme homopropylene hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylene có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Chất cho điện tử ngoài được ưu tiên trong quy trình polyme hóa của polyme homopropylene hoặc nền copolyme là hợp chất amino alkoxysilan. Chất cho điện tử ngoài được ưu tiên trong quy trình polyme hóa của pha cao su etylen propylene là hợp chất dialkoxysilan.

Quy trình được ưu tiên sản xuất chế phẩm copolyme polypropylene chịu va chạm theo sáng chế bao gồm các bước:

(i) homopolyme hóa propylene bằng cách sử dụng chất xúc tác Ziegler-Natta, alkyl nhôm như chất đồng xúc tác, và hợp chất amino alkoxysilan có công thức (I) as chất cho điện tử ngoài thứ nhất



trong đó x bằng 1 hoặc 2, bằng 0 hoặc 1, R^1 và R^2 một cách độc lập là C_1 - C_5 hydrocarbyl béo (ví dụ, C_{1-5} alkyl) hoặc C_3 - C_6 hydrocarbyl vòng (ví dụ, C_{3-6} cycloalkyl), R^3 là C_1 - C_3 alkylene và R^4 là C_1 - C_2 hydrocarbyl béo (ví dụ, C_{1-2} alkyl);

(ii) copolyme hóa propylene và etylen, khi có polyme hỗn hợp thu được thu được theo bước (i), bằng cách sử dụng chất xúc tác Ziegler-Natta, alkyl nhôm như chất đồng xúc tác, và hợp chất dialkoxysilan có công thức (II) dưới dạng chất cho điện tử ngoài thứ hai



trong đó R^5 và R^6 một cách độc lập là C_1 - C_6 hydrocarbyl béo hoặc C_3 - C_6 hydrocarbyl vòng (ví dụ, C_{3-8} cycloalkyl group), tùy ý chứa 1 hoặc 2 nguyên tử khác loại, và R^7 là C_1 - C_4 hydrocarbyl béo (ví dụ, C_{1-4} nhóm alkyl).

Trong các quy trình được ưu tiên, trong công thức (I) bằng 0.

Theo các quy trình được ưu tiên khác, x trong công thức (I) bằng 1.

Theo các quy trình được ưu tiên khác, R^4 trong công thức (I) là metyl hoặc etyl.

Theo các quy trình được ưu tiên khác, R^1 và R^2 trong công thức (I) một cách độc lập là C_{1-6} hydrocarbyl béo. Tốt hơn nữa R^1 và R^2 một cách độc lập là C_{1-3} alkyl, tốt hơn nữa C_{1-2}

alkyl, ví dụ metyl hoặc etyl. Tốt hơn là, R^1 và R^2 là tương tự.

Theo các quy trình được ưu tiên khác R^5 và R^6 trong công thức (II) là nhóm C_{3-8} xycloalkyl được chọn trong số xyclobutyl, xyclopentyl, và xyclohexyl. Tốt hơn nữa R^5 và R^6 là xyclopentyl hoặc xyclohexyl. Tốt hơn là, R^5 và R^6 là tương tự.

Theo các quy trình được ưu tiên khác R^7 trong công thức (II) là C_{1-3} alkyl, tốt hơn nữa C_{1-2} alkyl, ví dụ metyl hoặc etyl.

Trong quy trình được đặc biệt ưu tiên theo sáng chế, chất cho điện tử thứ nhất là diethylamino-trietoxysilan. Trong quy trình được ưu tiên khác theo sáng chế chất cho điện tử thứ hai là dioxyclopentylđimetroxysilan. Trong quy trình được ưu tiên khác theo sáng chế, chất cho điện tử thứ nhất là diethylamino-trietoxysilan và chất cho điện tử thứ hai là dioxyclopentylđimetroxysilan. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế tùy ý chứa các tác nhân cải biến và/hoặc các chất phụ gia. Các tác nhân cải biến và/hoặc các chất phụ gia này có thể được đưa vào trong khi quy trình polyme hóa và/hoặc sau khi việc polyme hóa bằng cách trộn nóng chảy. Các ví dụ về chất phụ gia thích hợp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các chất làm ổn định, các chất làm trơn, các tác nhân tạo nhân, các chất tạo màu và các tác nhân tạo bọt. Các chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế chứa từ 0% đến 1% trọng lượng các chất phụ gia. Các ví dụ về thích hợp các tác nhân cải biến bao gồm các chất độn (ví dụ, bột talc, canxi cacbonat) và các chất dẻo nhiệt. Các chế phẩm được ưu tiên theo sáng chế chứa 0% đến 10% trọng lượng các tác nhân cải biến.

Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế đặc biệt thích hợp để dùng trong hóa hợp và/hoặc đúc phun. Quy trình Đúc phun được ưu tiên là đúc phun thành mỏng. Quy trình đúc phun bao gồm bước phun chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nóng chảy vào trong khuôn đúc; hóa rắn copolyme polypropylen chịu va chạm trong khuôn và tháo vật dụng làm bằng copolyme polypropylen chịu va chạm đã đúc ra khỏi khuôn. Vật dụng mà chứa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm cũng tạo ra khía cạnh của sáng chế. Các vật dụng được ưu tiên bao gồm bao gói, bộ phận dùng trong công nghiệp (ví dụ, các linh kiện ô tô) và các bộ phận đúc phun gia dụng. Bộ phận được đặc biệt ưu tiên là linh kiện ô tô ví dụ đệm va trước và sau, các tấm chắn bùn bên trong và đồ trang trí cửa.

Có thể thấy rằng, mặc dù các phương án cụ thể của sáng chế được bộc lộ trong bản mô tả này nhằm mục đích minh họa, các cải biến khác nhau có thể được thực hiện mà không vượt quá phạm vi theo sáng chế. Do đó, sáng chế chỉ bị giới hạn ở các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Phương pháp đo

Thử nghiệm đặc tính của chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây. Các phương pháp và thiết bị thử nghiệm được sử dụng thông thường được sử dụng và không nhằm để giới hạn phạm vi theo sáng chế.

Lưu tốc nóng chảy (MFR₂) được xác định theo ASTM D1238-13 ở nhiệt độ 230°C 2,16kg.

Lượng PER (% trọng lượng), lượng PER-C2 (mol %), tổng C2 trong ICP (mol %) và PE homopolyme (mol %) trong ICP được đo theo phổ ¹³C-NMR bằng cách sử dụng quang phổ kế Bruker Ascend 500 NMR, với tần suất cộng hưởng ¹³C là 100,4 MHz. Mol tỷ lệ phần trăm của comonome được xác định theo tỷ lệ giữa tích phân tương ứng với số lượng của mol của comonome đối với các tích phân tương ứng với số lượng của mol của tất cả của các monome trong copolyme. Mẫu được sản xuất trong 1,2,4-triclobenzen có 1, 1, 2, 2-tetracloetan (*d*₂) và đo được ở nhiệt độ 120°C. Để xác định lượng PER và lượng PER-C2, tích phân của từng vị trí đỉnh được sử dụng cùng với trật tự thứ nhất của các thống kê Markovian và thuật toán Simplex như được mô tả bởi H. N. Cheng. (J. Anal. Chem. 54, 1828 -1833, 1982)

PER-IV (dL/g) được xác định theo ISO1628 (trong decalin ở nhiệt độ 135°C).

Môđun uốn được xác định theo ISO 178.

Vết nhăn, Tan-delta (Tan-δ), xác định bằng cách sử dụng Rheometer hình đĩa đĩa 25 mm (kiểu ARES-G2). Chế độ quét tần suất trong vùng nhót đàn hồi tuyến tính được chọn để đo ở nhiệt độ 190°C. Tần suất được đặt trong khoảng 0,1 rad/s đến 200 rad/s. Khí nitơ (N₂) được dùng trong khi các thử nghiệm để ngăn ngừa thoái biến nhiệt. Tan-δ được tính từ tỷ lệ giữa mô đun nhót (G') và môđun lưu (G'') ở tần suất riêng là 0,1 rad/s.

Độ bóng được xác định trên bản đúc phun có các kích thước 50×50×2mm³ bằng cách sử dụng thiết bị đo độ bóng ở góc bằng 60° theo ISO 2813, ISO 7668.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tất cả nguyên liệu ban đầu đều có bán trên thị trường.

Việc sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm

Ví dụ 1

Copolyme chịu va chạm của polypropylen và etylen được tạo ra bằng cách sử dụng chất xúc tác Ziegler-Natta có bán trên thị trường với chất đỡ gốc magie clorua.

Chất xúc tác được phân tán trong hydrocacbon nhót (ví dụ, hexan), tiếp xúc trước với trietyl nhôm nguyên chất, và pha loãng bằng chất cho điện tử ngoài. Tỷ lệ phân tử gam của Ti trên chất xúc tác/Al trong trietyl nhôm/Si trong chất cho điện tử ngoài là 1/80/30. Hỗn hợp

này được giữ bên trong bình phản ứng khuấy liên tục (CSTR Continuous Stirred-Tank Reactor) ở nhiệt độ 20°C trong thời gian 7 phút. Sau đó, hỗn hợp này được chuyển sang CSTR khác nạp đầy propylen lỏng và polyme hóa sơ bộ ở nhiệt độ 20°C để thu được mức độ polyme hóa sơ bộ bằng 300 lần tính theo trọng lượng của chất xúc tác. Sau đó, chất xúc tác đã polyme hóa sơ bộ được phun vào trong bình phản ứng vòng thứ nhất, cùng với propylen lỏng và hydro bổ sung ở nhiệt độ 70°C/4,2 MPa, và việc polyme hóa xuất hiện. Thời gian lưu trung bình trong bình phản ứng vòng thứ nhất là 42 phút. Hỗn hợp đã polyme hóa được chuyển sang bình phản ứng vòng thứ hai, cùng với propylen lỏng và hydro bổ sung, trong đó việc polyme hóa được thực hiện trong cùng các điều kiện như trong bình phản ứng vòng thứ nhất. Chất xúc tác polyme hóa ra khỏi bình phản ứng vòng thứ nhất được sử dụng cho việc polyme hóa liên tục trong bình phản ứng vòng thứ hai. Thời gian lưu trong bình phản ứng vòng thứ hai là 25 phút. Sau đó, polyme thu được được chuyển sang bình phản ứng theo pha ở pha khí nơi mà việc polyme hóa trong pha khí liên tục được thực hiện. Tùy ý, chất cho điện tử thứ hai theo tỷ lệ mol Si/Ti của 40, và/hoặc alkyl nhôm, bổ sung ở giữa bình phản ứng vòng thứ hai và bình phản ứng pha khí. Việc polyme hóa xuất hiện bên trong bình phản ứng polyme hóa trong pha khí trong khoảng thời gian lưu trung bình là 30 phút ở nhiệt độ 70°C. Chế phẩm khí monome của hydro/etylen/propylen được điều khiển trong việc polyme hóa pha khí theo 0,05:43,5:56 polyme hóa.

Ví dụ 2

Quy trình tương tự như nêu trên theo ví dụ 1 được sử dụng chỉ khác là monome chế phẩm khí của hydro/etylen/propylen được điều khiển trong pha khí việc polyme hóa ở nhiệt độ 0,03:37,99:61,98.

Ví dụ 3

Quy trình tương tự như nêu trên theo ví dụ 1 được sử dụng chỉ khác là chế phẩm khí monome của hydro/etylen/propylen được kiểm soát ở nhiệt độ 0,05:30,5:69 trong polyme hóa pha khí.

Các ví dụ so sánh 4, 5 và 6

Các chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm so sánh được sản xuất.

Các ví dụ so sánh 4 và 5 có PER-IV thấp hơn các ví dụ 1 đến ví dụ 3 theo sáng chế. Các ví dụ so sánh 4 và 5 còn bao gồm lượng PER-C2 thấp hơn so với ví dụ 1 đến ví dụ 3 theo sáng chế.

Ví dụ so sánh 6 chứa lượng PER-C2 thấp hơn so với ví dụ 1 đến ví dụ 3 theo sáng chế. Ví dụ so sánh 6 còn có MFR2 thấp hơn nhiều so với ví dụ 1 đến ví dụ 3 theo sáng chế.

Việc sản xuất tấm bản để đo độ bóng

Tấm bản được sản xuất bằng cách sử dụng máy đúc phun có nhiệt độ xử lý nằm trong khoảng từ 190°C đến 210°C. Kích cỡ của tấm bản đúc phun được đặt ở 50×50×2mm³.

Các kết quả

Các đặc tính của copolyme polypropylen chịu va chạm được sản xuất theo các ví dụ được tổng kết theo bảng dưới đây.

Bảng 1 Các đặc tính theo Ví dụ 1 đến ví dụ 3 và ví dụ so sánh 5 4-6.

		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6
MFR ₂	g/10 phút	73	102,3	103,4	130	96	40
Lượng PER	% trọng lượng	7,01	6,79	5,33	12	7,61	12
PER-C2	mol %	48,3	49,58	49,44	40	40,54	40
PER-IV	dL/g	6,02	5,1	5,76	2,45	2,76	3,3
Môđun uốn	MPa	1,642	1,846	1,764	1,436	1,945	1,450
Tỷ lệ vết nhăn	Tan-δ	2,83	3,01	4,74	42,7	37,4	2,37
Độ bóng @60° (Độ dày 1mm)		88	85	85	92	90	90

Các ví dụ 1 đến ví dụ 3 theo sáng chế thể hiện sự cân bằng tốt hơn giữa các đặc tính cơ học và các đặc tính thẩm mỹ so với các ví dụ so sánh 4 đến ví dụ so sánh 6. Đặc biệt là, các ví dụ từ 1 đến 3 có các đặc tính cơ học so sánh (tức là môđun uốn) với các ví dụ so sánh 4 và 5 song có tỷ lệ vết nhăn được cải thiện ở mức độ đáng kể (Tan-δ lần lượt là 2,8-4,7 so với 42,7, 37,4 đối với các ví dụ so sánh 4 và 5). Các ví dụ 1 đến ví dụ 3 cũng có độ bóng (từ 85 đến 88 so với 90) thấp hơn các ví dụ so sánh từ 4 đến 6.

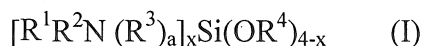
Ví dụ so sánh 5 và 6 có MFR₂ là 40 g/10 phút, mà là quá thấp đối với đúc phun thành mỏng cho các linh kiện ô tô lớn. Điều này được tính đến do nó thể hiện rằng tỷ lệ vết nhăn rất thấp có thể đạt được bằng cách sử dụng polyme này, song chỉ bằng cách bù cho lưu tốc nóng chảy. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo sáng chế có ưu điểm đáng kể do tạo ra MFR₂, mà tạo điều kiện thuận lợi cho việc đúc có thành mỏng, và sản xuất vật dụng có tỷ lệ vết nhăn tương đối thấp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm chứa polyme homopropylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen được phân tán trong nền, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen, lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, độ nhớt nội tại của pha cao su etylen propylen (PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, và MFR₂ của chế phẩm này nằm trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút.
2. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm 1, trong đó lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 45%mol đến 50%mol.
3. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 14% trọng lượng.
4. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó PER-IV nằm trong khoảng từ 3,5 dL/g đến 6,5 dL/g
5. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm có MFR₂ nằm trong khoảng từ 80 g/10 phút đến 150 g/10 phút.
6. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm có môđun uốn bằng ít nhất là 1.500 MPa, như được xác định theo ISO 178.
7. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm có tỷ lệ vết nhăn (Tan-δ) nhỏ hơn 25.
8. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm có tỷ lệ vết nhăn (Tan-δ) bằng ít nhất là 2,5.
9. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ nêu trên, trong đó chế phẩm có độ bóng, khi đo được ở góc 60°, nhỏ hơn 90.
10. Quy trình sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, chứa:
 - (i) polyme hóa propylen và tùy ý olefin comonome để thu được polyme homo-propylen hoặc nền copolyme; và
 - (ii) polyme hóa propylen và etylen khi có polyme homo-propylen hoặc nền copolyme để thu được pha cao su etylen propylen được phân tán trong polyme homo-propylen hoặc nền copolyme.

11. Quy trình sản xuất chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

(i) homopolyme hóa propylen bằng cách sử dụng chất xúc tác Ziegler-Natta, alkyl nhôm như chất đồng xúc tác, và hợp chất amino alkoxysilan có công thức (I) dưới dạng chất cho điện tử ngoài thứ nhất



trong đó x bằng 1 hoặc 2, bằng 0 hoặc 1, R^1 và R^2 là C_1 - C_5 hydrocarbyl béo hoặc C_3 - C_6 hydrocarbyl vòng một cách độc lập, R^3 là C_1 - C_3 alkylen và R^4 là C_1 - C_2 hydrocarbyl béo;

(ii) copolyme hóa propylen và etylen, khi có polyme hỗn hợp thu được thu được theo bước (i), bằng cách sử dụng chất xúc tác Ziegler-Natta, alkyl nhôm như chất đồng xúc tác, và hợp chất dialkoxy silan có công thức (II) dưới dạng chất cho điện tử ngoài thứ hai



trong đó R^5 và R^6 một cách độc lập là C_1 - C_6 hydrocarbyl béo hoặc C_3 - C_6 hydrocarbyl vòng, tùy ý chứa 1 hoặc 2 nguyên tử khác loại; và R^7 là C_1 - C_4 hydrocarbyl béo.

12. Quy trình theo điểm 11, trong đó chất cho điện tử thứ nhất là diethylamino-triethoxysilan và chất cho điện tử thứ hai là dicyclopentylđimethoxysilan.

13. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm thu được theo quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 12.

14. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm để sử dụng trong hóa hợp hoặc đúc phun, trong đó chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm này chứa polyme homopropylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen được phân tán trong nền, trong đó pha cao su etylen propylen (PER) là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 15% trọng lượng, trên cơ sở tổng trọng lượng của polyme homo-propylen hoặc nền copolyme và pha cao su etylen propylen, lượng etylen trong pha cao su etylen propylen (PER-C2) nằm trong khoảng từ 43mol% đến 55mol%, độ nhớt nội tại của pha cao su etylen propylen (PER-IV) nằm trong khoảng từ 3 dL/g đến 7 dL/g, và MFR₂ của chế phẩm này nằm trong khoảng từ 70 g/10 phút đến 200 g/10 phút.

15. Chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm để sử dụng theo điểm 14, trong đó đúc phun là đúc phun thành mỏng.

16. Phương pháp đúc phun bao gồm bước phun chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm nóng chảy theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 hoặc 13 vào trong khuôn đúc; hóa rắn copolyme polypropylen chịu va chạm trong khuôn và tháo vật dụng làm bằng copolyme polypropylen chịu va chạm đã đúc ra khỏi khuôn.

17. Vật dụng được đúc chứa chế phẩm copolyme polypropylen chịu va chạm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 hoặc 13.

18. Vật dụng được đúc theo điểm 17 là linh kiện ô tô, bao gói, bộ phận dùng trong công nghiệp, bộ phận đúc phun gia dụng, tốt hơn là bộ phận đúc phức tạp và dài và/hoặc lớn và tốt hơn nữa là linh kiện ô tô.