



(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)



1-0051532

(51)^{2022.01} C08L 23/08

(13) B

(21) 1-2023-04861

(22) 22/12/2021

(86) PCT/EP2021/087322 22/12/2021

(87) WO2022/144275 07/07/2022

(30) 20217429.8 28/12/2020 EP

(45) 25/09/2025 450

(43) 26/02/2024 431

(73) 1. ABU DHABI POLYMERS CO. LTD (BOROUGH)-SOLE PROPRIETORSHIP
L.L.C. (AE)

Sheikh Khalifa Energy Complex, P. O. Box 6925, Corniche Road, Abu Dhabi,
United Arab Emirates

2. BOREALIS AG (AT)

Trabrennstrasse 6-8, 1020 Vienna, Austria

(72) KUMAR, Ashish (IN); KALIAPPAN, Senthil Kumar (IN); CHERUTHAZHEKATT,
Sadiqali (IN); PANDYA, Rakesh (IN).

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

(54) CHẾ PHẨM POLYETYLEN ĐỂ SẢN XUẤT MÀNG CÓ ĐỘ DAI VÀ ĐỘ CỨNG
ĐƯỢC CẢI THIỆN VÀ VẬT PHẨM CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(21) 1-2023-04861

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này chứa các phân đoạn có các chiều dày phiên thay đổi và tỷ lệ của lượng của các phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 11,8nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên từ lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 1,30 đến 1,60, và vật phẩm, như màng, chứa chế phẩm polyetylen này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái có mẫu đặc trưng của các lượng của các phân đoạn có các chiều dày phiên thay đổi, vật phẩm, như màng chứa chế phẩm polyetylen này và sử dụng chế phẩm polyetylen này để sản xuất màng thổi trong một số ứng dụng vận chuyển nặng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm polyetylen đặc biệt chứa các copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đặc biệt thích hợp cho các ứng dụng màng, như các màng được sử dụng để đóng gói hoặc các ứng dụng nhà kính.

Xu hướng trong công nghiệp sản xuất bao bì là giảm chiều dày. Để thu được các vật liệu bao bì với chiều dày vật liệu giảm nhưng đặc tính vật liệu tương đương các nhựa thể hệ mới là cần thiết với cân bằng các đặc tính được cải thiện đặc biệt là cân bằng độ cứng và độ dai. Cân bằng độ cứng và độ dai được cải thiện giúp giảm chiều dày của kết cấu màng và giúp đạt được các mục tiêu bền vững chung của ngành công nghiệp. Để cải thiện độ dai, tỷ trọng của các vật liệu bao bì cần phải được giảm. Tuy nhiên, tỷ trọng càng thấp dẫn đến độ cứng càng thấp, do đó các vật liệu MDPE và HDPE có tỷ trọng cao hơn đang được sử dụng ngày càng nhiều trong các ứng dụng bao bì.

Một phương pháp khác để cải thiện cân bằng độ cứng và độ dai là sử dụng các comonome alpha olefin mạch dài hơn như 1-hexen và 1-octen làm các comonome trong các nhựa polyetylen.

Trong các ứng dụng nhà kính một đặc tính khác có các lợi ích lớn bên cạnh cân bằng độ cứng và độ dai được cải thiện là độ mờ. Độ mờ cao dẫn đến nhiều xạ ánh sáng tốt hơn và cải thiện năng suất cây trồng. Thông thường, đối với các ứng dụng nhà kính, các vật liệu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái và các vật liệu polyetylen tỷ trọng thấp áp suất cao mạch nhánh dài được sử dụng.

Màng copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có độ mờ cao và cân bằng đặc tính độ cứng-độ dai được cải thiện bằng cách sử dụng comonome 1-buten là giải pháp thay thế hữu hiệu về chi phí để sử dụng các comonome alpha olefin mạch dài hơn không

dễ dàng có sẵn trên thị trường. Cho đến nay, không thể thu được các đặc tính độ dai mong muốn cho các màng được thiết kế cho các ứng dụng nhất định, ví dụ, độ bền va đập cao (DDI), bằng cách sử dụng comonome 1-buten.

WO 2004/000902 A1 đề cập đến chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng hai hình thái với comonome 1-buten, có các đặc tính độ cứng đầy đủ nhưng độ dai thấp.

Do đó, cần có các chế phẩm polyetylen chứa polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có thể được sản xuất hữu hiệu về mặt chi phí với cân bằng được cải thiện của các đặc tính liên quan đến độ cứng, độ dai và độ mờ cao.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các tác giả sáng chế đã ngạc nhiên phát hiện thấy rằng khi cải biến cẩn thận thiết kế phân tử của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái sao cho copolyme này có phân bố chiều dày phiến đặc trưng, có thể thu được chế phẩm polyetylen có cân bằng được cải thiện của các đặc tính liên quan đến độ cứng cao như được thể hiện trong các đặc tính độ bền kéo cao, độ dai cao như được thể hiện trong khả năng chống đục thủng cao và đặc biệt độ bền va đập cao và độ mờ cao. Ngoài ra, các chế phẩm polyetylen theo sáng chế có khả năng gia công cao như được thể hiện trong các tốc độ dòng nóng chảy và các đặc tính lưu biến cao.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này chứa các phân đoạn có các chiều dày phiến thay đổi và tỷ lệ của lượng của các phân đoạn có chiều dày phiến không lớn hơn 11,8nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiến từ lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 1,30 đến 1,60, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,35 đến 1,55 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 1,40 đến 1,50.

Hơn nữa, sáng chế đề cập đến vật phẩm, tốt hơn nếu màng, tốt hơn nữa nếu màng nhiều lớp, vẫn tốt hơn nữa nếu màng thổi nhiều lớp, chứa chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây.

Sáng chế cũng mô tả sử dụng chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây để sản xuất màng thổi dùng cho các ứng dụng màng nhà kính, các ứng dụng

bao bì để vận chuyển nặng, các ứng dụng màng nhiều lớp, các ứng dụng màng co liên kết, các ứng dụng túi đứng hoặc các ứng dụng lớp lót ao.

Định nghĩa

Thuật ngữ “chế phẩm polyetylen theo sáng chế” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ polyme thu được từ nhiều hơn 50% mol các đơn vị monome etylen và các đơn vị comonome bổ sung tùy ý.

Thuật ngữ “copolymer” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ polyme thu được từ các đơn vị monome etylen và các đơn vị comonome bổ sung ở lượng lớn hơn 0,05% mol.

Chế phẩm polyetylen hoặc nhựa nền chứa nhiều hơn một phân đoạn khác nhau về ít nhất một đặc tính, như khối lượng phân tử trung bình khối hoặc hàm lượng comonome, được gọi là “đa hình thái”. Khi chế phẩm polyetylen đa hình thái hoặc nhựa nền bao gồm hai phân đoạn khác nhau, thì chế phẩm polyetylen đa hình thái hoặc nhựa nền này được gọi là “hai hình thái” và tương ứng khi chế phẩm polyetylen đa hình thái hoặc nhựa nền bao gồm ba phân đoạn khác nhau, thì chế phẩm polyetylen đa hình thái hoặc nhựa nền này được gọi là “ba hình thái”. Dạng của đường cong phân bố khối lượng phân tử, tức là hình dạng của đồ thị của phân đoạn khối lượng polyme là hàm số của khối lượng phân tử của nó, của chế phẩm polyetylen đa hình thái hoặc nhựa nền như vậy sẽ thể hiện hai hoặc nhiều cực đại phụ thuộc vào hình thái hoặc ít nhất được mở rộng rõ ràng so với các đường cong của các phân đoạn riêng biệt (xem Fig.3).

Theo sáng chế tốt hơn nếu hai phân đoạn copolymer etylen-1-buten khác nhau không chỉ về các khối lượng phân tử của chúng mà còn khác nhau về các tốc độ dòng nóng chảy MFR_2 của chúng và đồ thị của phân đoạn khối lượng polyme là hàm số của khối lượng phân tử của nó nhưng cũng là hàm số của các hàm lượng 1-buten của chúng.

Các tỷ lệ phần trăm thường được thể hiện trong bản mô tả dưới dạng tỷ lệ% khối lượng, trừ khi có quy định khác.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là đồ thị thể hiện các đường cong nóng chảy DSC của các chế phẩm theo các ví dụ CE1, CE2, IE1 và IE2 sau khi xử lý các mẫu theo phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp.

Fig.2 là biểu đồ thể hiện các lượng của các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau của các chế phẩm theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2.

Fig.3 là đồ thị thể hiện dữ liệu GPC so với khối lượng phân tử (các đường nét liền) cùng với lượng của SCB mạch nhánh chuỗi ngắn/1000 C so với khối lượng phân tử (các đường chấm chấm) đối với các chế phẩm theo các ví dụ CE2, IE1 và IE2.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm polyetylen

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này chứa các phân đoạn có các chiều dày phiên thay đổi và tỷ lệ của lượng của các phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 11,8nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên từ lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 1,30 đến 1,60, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,35 đến 1,55 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 1,40 đến 1,50.

Hơn nữa, tốt hơn nếu lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 35,0 đến 60,0% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 37,5 đến 50,0% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 40,0 đến 44,0% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.

Hơn nữa, tốt hơn nếu lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 5,0nm nằm trong khoảng từ 17,0 đến 30,0% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 17,5 đến 25,0% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 18,0 đến 20,0% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.

Hơn nữa, tốt hơn nếu lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm ít nhất bằng 8,5% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 8,5 đến 15,0% mol, vẫn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 9,0 đến 13,5% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 10,0 đến 12,5% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.

Ngoài ra, tốt hơn nếu tỷ lệ của lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến không

lớn hơn 21,7nm của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái nằm trong khoảng từ 0,20 đến 0,30, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,22 đến 0,29 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,24 đến 0,28.

Hơn nữa, tốt hơn nếu tỷ lệ của lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên từ lớn hơn 5,0nm đến không lớn hơn 6,1nm của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái nằm trong khoảng từ 0,85 đến 1,15, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,90 đến 1,10 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,95 đến 1,05.

Các lượng của các phân đoạn có chiều dày phiên khác nhau được thể hiện theo tỷ lệ% khối lượng.

Các lượng của các phân đoạn có chiều dày phiên khác nhau thường được đo bằng phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp có thể được vận hành trên thiết bị đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) như được mô tả dưới đây trong phần phương pháp đo.

Phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp cấu thành từ các bước tự tạo mầm và ủ liên tiếp to mẫu polyme. Sau khi điều hòa nhiệt (nhiều chu trình làm nguội và gia nhiệt), bước gia nhiệt DSC cuối cùng tạo ra phân bố các nhiệt độ nóng chảy được tạo ra bởi phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp là kết quả của bản chất không đồng nhất của cấu trúc chuỗi của polyme trong điều kiện phân tích. Phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp đặc biệt hữu ích để nghiên cứu mức độ và phân bố của các mạch nhánh chuỗi ngắn được tạo ra bởi phản ứng copolyme hóa của etylen với các alpha-olefin.

Chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng.

Theo một phương án, chế phẩm polyetylen theo sáng chế có thể còn chứa các polyme khác, khác với copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng. Lượng của các polyme khác này, khi có mặt, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15,0% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của chế phẩm polyetylen này.

Tuy nhiên, tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng là thành phần polyme duy nhất của chế phẩm polyetylen.

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có mặt trong chế phẩm polyetylen ở lượng nằm trong khoảng từ 90,00 đến 100% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 92,50 đến 99,99% khối lượng và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 99,00% khối lượng đến 99,90% khối lượng, trên cơ sở tổng khối lượng của chế phẩm polyetylen này.

Chế phẩm polyetylen theo sáng chế có thể còn chứa các chất bổ trợ và/hoặc các chất độn. Lưu ý rằng các chất bổ trợ có thể có mặt trong polyme của etylen (a) và/hoặc được trộn với các thành phần polyme trong bước phối trộn để sản xuất chế phẩm polyetylen. Ví dụ về các chất bổ trợ như vậy bao gồm, trong số các chất khác, chất chống oxy hóa, chất ổn định quy trình, chất ổn định tia cực tím, chất màu, chất độn, chất bổ trợ chống tĩnh điện, chất chống đóng khối, chất tạo mầm, chất loại bỏ axit, chất gây trượt cũng như chất xử lý polyme (PPA). Tốt hơn nếu, lượng tổng số của các chất bổ trợ này bằng 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa nếu 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt nhất nếu 0,25% khối lượng hoặc nhỏ hơn, của chế phẩm polyetylen.

Cần hiểu rằng chất bổ trợ và/hoặc chất độn bất kỳ có thể tùy ý được bổ sung vào mẻ chính chứa các chất bổ trợ tương ứng cùng với polyme mang. Trong trường hợp như vậy, polyme mang không được tính toán cho các thành phần polyme của chế phẩm polyetylen, nhưng được tính toán cho lượng của các chất bổ trợ tương ứng, trên cơ sở lượng tổng số của chế phẩm polyetylen.

Copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng là copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng hai hình thái.

Tốt hơn nếu chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng chứa, tốt hơn nữa nếu cấu thành từ hai phân đoạn copolyme etylen khác nhau về khối lượng phân tử của chúng, tức là phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao, trong đó phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp có khối lượng phân tử nhỏ hơn phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao.

Khối lượng phân tử nhỏ hơn có thể được quan sát trong tốc độ dòng nóng chảy cao hơn của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp so với phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao hoặc trong hai hoặc nhiều cực đại trong đường cong GPC phụ thuộc vào hình thái hoặc ít nhất đường cong GPC được mở rộng rõ ràng so với các đường cong GPC của các phân đoạn riêng biệt (như được thể hiện trên Fig.3)

Tốt hơn nếu phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp có tốc độ dòng nóng chảy MFR_2 ($190^{\circ}C$, tải trọng bằng 2,16kg) nằm trong khoảng từ 200 đến 500g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 225 đến 400g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 250 đến 350g/10 phút.

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có tốc độ dòng nóng chảy MFR_5 (5kg, $190^{\circ}C$) nằm trong khoảng từ 0,40 đến 0,85g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,50 đến 0,80g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,55 đến 0,70g/10 phút.

Tốt hơn nếu tỷ lệ khối lượng của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao trong copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng nằm trong khoảng từ 25,0:75,0 đến 44,0:56,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 30,0:70,0 đến 42,0:58,0 vẫn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 35,0:65,0 đến 40,5:59,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 37,5:62,5 đến 40,0 đến 60,0.

Hơn nữa, tốt hơn nếu hàm lượng của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao nằm trong khoảng từ 56,0 đến 75,0% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 58,0 đến 70,0% khối lượng, vẫn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 59,5 đến 65,0% khối lượng, và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 60,0 đến 62,5% khối lượng tính trên tổng khối lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái.

Ngoài ra, tốt hơn nếu tỷ lệ số lượng của các mạch nhánh chuỗi ngắn/1000 nguyên tử cacbon (SCB/1000 C) trong chuỗi polyme của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao nằm trong khoảng từ 15,0 đến 35,0%, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 16,0 đến 32,5% và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 17,5 đến 30,0%.

Tỷ lệ số lượng của các mạch nhánh chuỗi ngắn/1000 nguyên tử cacbon (SCB/1000 C) thể hiện hàm lượng comonome của phân đoạn polyme.

Tốt hơn nếu phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao có hàm lượng comonome cao hơn phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp.

Tốt hơn nếu các comonome của copolyme mạch thẳng được chọn từ các alpha-olefin có từ 3 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon, như 1-buten, 1-hexen hoặc 1-octen. Được ưu tiên nhất là 1-buten.

Tốt hơn nếu phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao chứa các comonome tương tự.

Hàm lượng comonome nhỏ hơn của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp có thể được quan sát trong tỷ trọng cao hơn so với tỷ trọng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng.

Tốt hơn nếu phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 935 đến 960 kg/m³, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 940 đến 957 kg/m³ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 945 đến 955kg/m³.

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 915,0 đến 925,0 kg/m³, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 917,0 đến 923,5kg/m³ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 919,0 đến 922,0 kg/m³.

Chế phẩm polyetylen theo sáng chế được đặc trưng bởi các đặc tính sau:

MFR₂

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (190°C, 2,16kg) nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,22g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,10 đến 0,20g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,12 đến 0,18g/10 phút, được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133.

MFR₅

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tốc độ dòng nóng chảy MFR₅ (190°C, 5kg) nằm trong khoảng từ 0,40 đến 0,85g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,50 đến 0,80g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,55 đến 0,70g/10 phút, được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133.

MFR₂₁

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂₁ (190°C, 21,6kg) nằm trong khoảng từ 10,0 đến 20,0g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 12,0 đến 18,0g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 13,5 đến 17,0g/10 phút, được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133.

FRR_{21/2}

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tỷ lệ tốc độ dòng $FRR_{21/2}$, là tỷ lệ của MFR_{21} và MFR_2 , nằm trong khoảng từ 70 đến 125, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 80 đến 110, và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 90 đến 100.

$FRR_{21/5}$

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tỷ lệ tốc độ dòng $FRR_{21/5}$, là tỷ lệ của MFR_{21} và MFR_5 , nằm trong khoảng từ 10,0 đến 20,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 12,5 đến 17,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 13,5 đến 16,5.

Khối lượng phân tử trung bình khối M_w

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có khối lượng phân tử trung bình khối M_w nằm trong khoảng từ 185000 đến 250000g/mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 190000 đến 235000g/mol và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 195000 đến 220000g/mol.

Khối lượng phân tử trung bình theo hướng Z M_z

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có khối lượng phân tử trung bình theo hướng Z M_z nằm trong khoảng từ 1000000 đến 1500000g/mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1050000 đến 1400000g/mol và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 1100000 đến 1300000g/mol.

Phân bố khối lượng phân tử M_w/M_n

Chế phẩm polyetylen có chỉ số độ đa phân tán PDI, là tỷ lệ của khối lượng phân tử trung bình khối M_w và khối lượng phân tử trung bình số M_n , M_w/M_n , nằm trong khoảng từ 10,0 đến 20,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 12,0 đến 18,0 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 13,0 đến 17,0.

Phân bố khối lượng phân tử M_z/M_w

Chế phẩm polyetylen có chỉ số độ đa phân tán PDI, là tỷ lệ của khối lượng phân tử trung bình theo hướng Z M_z và khối lượng phân tử trung bình khối M_w , M_z/M_w , nằm trong khoảng từ 3,0 đến 8,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3,5 đến 7,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 4,0 đến 6,0.

Tỷ trọng

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 915,0 đến 925,0 kg/m³, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 917,0 đến 923,5 kg/m³ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 919,0 đến 922,0 kg/m³, được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1183-1:2004.

Tỷ trọng của nhựa nền chủ yếu bị ảnh hưởng bởi lượng và loại của comonome. Ngoài ra, bản chất của polyme có nguồn gốc chủ yếu từ chất xúc tác được sử dụng cũng như tốc độ dòng nóng chảy đóng vai trò quan trọng.

Chế phẩm polyetylen theo sáng chế cũng được đặc trưng bởi specific các đặc tính lưu biến.

$\eta_{0,05}$

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ nhớt phức hợp ở tần số bằng 0,05 rad/giây $\eta_{0,05}$ nằm trong khoảng từ 50000 đến 100000 Pa·giây, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 55000 đến 85000 Pa·giây và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 60000 đến 75000 Pa·giây.

Độ nhớt $\eta_{0,05}$ được đo ở tần số thấp, do đó ứng suất cắt thấp và tỷ lệ thuận với khối lượng phân tử của chế phẩm. Do đó, đặc tính này có thể được sử dụng làm đại lượng đo để đo khối lượng phân tử của chế phẩm polyetylen.

η_{300}

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ nhớt phức hợp ở tần số bằng 300 rad/giây η_{300} nằm trong khoảng từ 925 đến 1250 Pa·giây, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 950 đến 1200 Pa·giây và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 975 đến 1100 Pa·giây.

Độ nhớt η_{300} được đo ở tần số cao, do đó ứng suất cắt cao và tỉ lệ nghịch với khả năng chảy của chế phẩm. Do đó, đặc tính này có thể được sử dụng làm đại lượng đo để đo khả năng gia công của chế phẩm polyetylen.

Độ nhớt ở ứng suất cắt không đổi bằng 747 Pa η_{747}

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ nhớt ở ứng suất cắt không đổi bằng 747 Pa η_{747} nằm trong khoảng từ 70 đến 150 kPa·giây, tốt hơn nữa nếu nằm

trong khoảng từ 80 đến 135 kPa·giây và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 85 đến 125 kPa·giây.

Độ nhớt ở ứng suất cắt không đổi bằng 747 Pa η_{747} bị ảnh hưởng bởi khối lượng phân tử trung bình khối.

Chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{2,7/210}$

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{2,7/210}$ là tỷ lệ của độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 2,7 kPa và độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 210 kPa, nằm trong khoảng từ 10 đến 20, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 11 đến 19 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 12 đến 18.

Chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{5/200}$

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{5/200}$ là tỷ lệ của độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 5 kPa và độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 200 kPa, nằm trong khoảng từ 15,0 đến 35,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 17,5 đến 32,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 20,0 đến 30,0.

Chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{2,7/210}$

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế có chỉ số trượt dính mỏng $SHI_{2,7/210}$ là tỷ lệ của độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 2,7 kPa và độ đàn hồi cắt phức hợp bằng 210 kPa, nằm trong khoảng từ 20,0 đến 40,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 22,5 đến 37,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 25,0 đến 35,0.

Các chỉ số trượt dính mỏng là tỷ lệ của các độ đàn hồi cắt phức hợp ở phía trên và phía dưới và của các đường cong tần số lưu biến, do đó có thể được sử dụng làm các đại lượng đo lưu biến để đo độ đa phân tán.

Các đặc tính lưu biến, như $SHI_{2,7/210}$, $SHI_{5/200}$, $\eta_{0,05}$, η_{300} và η_{747} mô tả nêu trên, đã được xác định trên chế phẩm polyetylen khác với các thành phần polyme, tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng, bằng cách chứa các thành phần bổ sung như các chất hỗ trợ. Tuy nhiên, các đặc tính này cũng có thể được xác định trên các thành phần polyme, tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng, đã được làm ổn định bằng màng chất ổn định. Các đặc tính lưu biến được xác định trên các thành phần polyme, tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng, tốt hơn nếu trong các khoảng tương tự như khi được xác định trên chế phẩm polyetylen.

Vật phẩm

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến vật phẩm chứa, tốt hơn nếu cấu thành từ chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây.

Vật phẩm tốt hơn nếu là màng, hoặc vật phẩm được đúc thổi.

Đặc biệt tốt hơn nếu vật phẩm là màng, như màng thổi hoặc màng đúc, tốt hơn nếu màng nhiều lớp như màng thổi nhiều lớp hoặc màng đúc nhiều lớp, đặc biệt tốt hơn nếu màng thổi nhiều lớp. Trong màng nhiều lớp, tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen được chứa trong một hoặc nhiều hoặc toàn bộ các lớp của màng nhiều lớp. Đặc biệt tốt hơn nếu toàn bộ một hoặc nhiều hoặc toàn bộ các lớp của màng nhiều lớp cấu thành từ chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây.

Vật phẩm, tốt hơn nếu màng, đặc biệt thích hợp cho các ứng dụng vận chuyển nặng như các ứng dụng mạng nhà cứng, các ứng dụng bao bì để vận chuyển nặng, các ứng dụng màng nhiều lớp, các ứng dụng màng co liên kết, các ứng dụng túi đứng hoặc các ứng dụng lớp lót ao.

Tốt hơn nếu các màng có chiều dày nằm trong khoảng từ 10 μ m đến 100 μ m, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 75 μ m và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 30 đến 50 μ m.

Theo một số phương án, chiều dày của các màng có thể lên đến 500 μ m, tốt hơn nữa nếu lên đến 350 μ m và tốt nhất nếu lên đến 250 μ m.

Các tác giả sáng chế đã ngạc nhiên phát hiện thấy rằng vật phẩm, tốt hơn nếu màng, chứa, tốt hơn nếu cấu thành từ chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây có cân bằng được cải thiện của các đặc tính liên quan đến độ cứng, được thể hiện trong các đặc tính độ bền kéo, độ dai, đặc biệt được thể hiện trong độ bền va đập, các đặc tính quang học, đặc biệt được thể hiện trong độ mờ và khả năng gia công được thể hiện trong các đặc tính lưu biến của chế phẩm polyetylen.

Tốt hơn nếu các màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế được đặc trưng bởi các đặc tính sau:

Độ đàn hồi kéo theo hướng máy (TM-MD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ đàn hồi kéo theo hướng máy (TM-MD) ít nhất bằng 275 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 300 MPa, tốt nhất nếu ít nhất bằng 315 MPa, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40 μ m theo ASTM D882 ở tốc độ thử nghiệm bằng 5mm/phút và biên dạng bằng 1%. Giới hạn trên của độ đàn hồi kéo theo hướng máy thường không cao hơn 500 MPa, tốt hơn nếu không cao hơn 400 MPa.

Độ đàn hồi kéo theo hướng ngang (TM-TD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ đàn hồi kéo theo hướng ngang (TM-TD) ít nhất bằng 350 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 375 MPa, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 400 MPa, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40 μ m theo ASTM D882 ở tốc độ thử nghiệm bằng 5mm/phút và biên dạng bằng 1%. Giới hạn trên của độ đàn hồi kéo theo hướng ngang thường không cao hơn 500 MPa, tốt hơn nếu không cao hơn 450 MPa.

Ứng suất kéo khi đứt theo hướng máy (TSB-MD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có ứng suất kéo khi đứt theo hướng máy (TSB-MD) ít nhất bằng 50 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 55 MPa, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 60 MPa, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40 μ m theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút. Giới hạn trên của ứng suất kéo khi đứt theo hướng máy thường không cao hơn 100 MPa, tốt hơn nếu không cao hơn 80 MPa.

Ứng suất kéo khi đứt theo hướng ngang (TSB-TD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có ứng suất kéo khi đứt theo hướng ngang (TSB-TD) ít nhất bằng 30 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 35 MPa, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 402 MPa, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40 μ m theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút. Giới hạn trên của ứng suất kéo khi đứt theo hướng ngang thường không cao hơn 75 MPa, tốt hơn nếu không cao hơn 60 MPa.

Ứng suất kéo khi biến dạng theo hướng máy (TSY-MD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế không có ứng suất kéo khi biến dạng theo hướng máy (TSY-MD), khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút.

Ứng suất kéo khi biến dạng theo hướng ngang (TSY-TD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có ứng suất kéo khi biến dạng theo hướng ngang (TSY-TD) ít nhất bằng 8,0 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 9,0 MPa, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 10,0 MPa, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút. Giới hạn trên cường ứng suất kéo khi biến dạng theo hướng ngang thường không cao hơn 30 MPa, tốt hơn nếu không cao hơn 20 MPa.

Độ giãn dài khi đứt theo hướng máy (EB-MD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ giãn dài khi đứt theo hướng máy (EB-MD) ít nhất bằng 300%, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 350%, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 400%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút. Giới hạn trên của độ giãn dài khi đứt theo hướng máy thường không cao hơn 600%, tốt hơn nếu không cao hơn 500%.

Độ giãn dài khi đứt theo hướng ngang (EB-TD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ giãn dài khi đứt theo hướng ngang (EB-TD) ít nhất bằng 600%, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 650%, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 700%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 527-3:1996 ở tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút. Giới hạn trên của độ giãn dài khi đứt theo hướng ngang thường không cao hơn 900%, tốt hơn nếu không cao hơn 800%.

Độ bền nứt Elmendorf theo hướng máy (TS-MD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bền nứt Elmendorf theo hướng máy (TS-MD) ít nhất bằng 2,0 N, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 3,0 N, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 5,0 N, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 6383-2:1983. Giới hạn trên của độ bền nứt Elmendorf theo hướng máy thường không cao hơn 10,0 N, tốt hơn nếu không cao hơn 7,5 N.

Độ bền nứt Elmendorf theo hướng ngang (TS-TD)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bền nứt Elmendorf theo hướng ngang (TS-TD) ít nhất bằng 7,0 N, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 8,5 N, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 10,0 N, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm theo tiêu chuẩn ISO 6383-2:1983. Giới hạn trên của độ bền nứt Elmendorf theo hướng ngang thường không cao hơn 20,0 N, tốt hơn nếu không cao hơn 15,0 N.

Lực chống đục thủng (PRF)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có lực chống đục thủng (PRF) ít nhất bằng 30 N, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 35 N, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 40 N, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm. Giới hạn trên của lực chống đục thủng (PRF) thường không cao hơn 60 N, tốt hơn nếu không cao hơn 55 N.

Năng lượng chống đục thủng (PRE)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có năng lượng chống đục thủng (PRE) ít nhất bằng 1,2 J, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 1,5 J, và tốt nhất nếu ít nhất bằng 1,8 J, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm. Giới hạn trên của năng lượng chống đục thủng (PRE) thường không cao hơn 5,0 J, tốt hơn nếu không cao hơn 3,5 J.

Độ bền va đập (DDI)

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bền va đập (DDI) ít nhất bằng 250g, tốt hơn nếu ít nhất bằng 300g, tốt nhất nếu ít nhất bằng 400g, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm. Giới hạn trên của độ bền va đập thường không lớn hơn 500g, tốt hơn nếu không lớn hơn 450g.

Độ mờ

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ mờ ít nhất bằng 75,0%, tốt hơn nếu ít nhất bằng 80,0%, tốt nhất nếu ít nhất bằng 84,0%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm. Giới hạn trên của độ bền va đập thường không lớn hơn 92,0%, tốt hơn nếu không lớn hơn 90,0%.

Độ bóng

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bóng ở góc 20° ít nhất bằng 0,2%, tốt hơn nếu ít nhất bằng 0,4%, tốt nhất nếu ít nhất bằng 0,5%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng $40\mu\text{m}$. Giới hạn trên của độ bền va đập thường không lớn hơn 1,5%, tốt hơn nếu không lớn hơn 1,0%.

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bóng ở góc 60° ít nhất bằng 5,0%, tốt hơn nếu ít nhất bằng 6,0%, tốt nhất nếu ít nhất bằng 7,5%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng $40\mu\text{m}$. Giới hạn trên của độ bền va đập thường không lớn hơn 20,0%, tốt hơn nếu không lớn hơn 15,0%.

Tốt hơn nếu màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế có độ bóng ở góc 85° ít nhất bằng 25,0%, tốt hơn nếu ít nhất bằng 30,0%, tốt nhất nếu ít nhất bằng 35,0%, khi được đo trên màng thổi có kích cỡ bằng $40\mu\text{m}$. Giới hạn trên của độ bền va đập thường không lớn hơn 60,0%, tốt hơn nếu không lớn hơn 50,0%.

Quy trình

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái của chế phẩm polyetylen được sản xuất trong quy trình, trong đó ít nhất hai phân đoạn copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng được polyme hóa trong quy trình nhiều giai đoạn trong ít nhất hai giai đoạn thiết bị phản ứng luân phiên theo thứ tự bất kỳ trong sự có mặt của chất xúc tác polyme hóa, tốt hơn nếu chất xúc tác polyme hóa Ziegler-Natta.

Chất xúc tác polyme hóa

Tốt hơn nếu chất xúc tác polyme hóa là chất xúc tác polyme hóa Ziegler-Natta, tốt hơn nếu chứa hợp chất magie, hợp chất nhôm và hợp chất titan được mang trên chất mang dạng hạt.

Chất mang dạng hạt có thể là chất mang oxit vô cơ, như silic dioxit, nhôm oxit, titan oxit, silic dioxit-nhôm oxit và silic dioxit-titan oxit. Tốt hơn nếu, chất mang dạng hạt là silic dioxit.

Kích cỡ hạt trung bình của chất mang silic dioxit có thể nằm trong khoảng từ 10 đến $100\mu\text{m}$. Tuy nhiên, đã phát hiện thấy rằng có thể thu được các ưu điểm cụ thể khi chất mang có kích cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 15 đến $30\mu\text{m}$, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 18 đến $25\mu\text{m}$. Đặc biệt đã phát hiện thấy rằng kích cỡ hạt trung bình của polyme được sản xuất trong quy trình theo sáng chế là tương đương cho dù chất xúc tác

được điều chế trên chất mang có kích cỡ 20 μ m hoặc chất mang có kích cỡ 40 μ m. Trong thực tế, phân đoạn của các hạt polyme mịn đã được phát hiện là nhỏ hơn khi chất mang có kích cỡ hạt trung bình bằng 20 μ m được sử dụng. Kích cỡ của polyme mịn giảm giúp làm giảm nguy cơ bịt kín, do đó góp phần vận hành ổn định quy trình. Mặt khác, điều này giúp tạo ra các màng polyme có độ đồng nhất cao. Ví dụ về các chất mang thích hợp bao gồm ES747JR được sản xuất và tiêu thụ trên thị trường bởi Ineos Silicas (tên gọi cũ là Crossfield), và SP9-491, được sản xuất và tiêu thụ trên thị trường bởi Grace.

Hợp chất magie là sản phẩm phản ứng của magie dialkyl và rượu. Rượu này là rượu đơn chức béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Tốt hơn nếu, rượu này có từ 6 đến 16 nguyên tử cacbon. Các rượu mạch nhánh được đặc biệt ưu tiên, và 2-etyl-1-hexanol là một ví dụ về các rượu được ưu tiên. Magie dialkyl có thể là hợp chất bất kỳ chứa magie gắn kết với hai nhóm alkyl, có thể giống hoặc khác nhau. Butyl-octyl magie là một ví dụ về các magie dialkyl được ưu tiên.

Hợp chất nhôm là nhôm alkyl chứa clo. Các hợp chất được đặc biệt ưu tiên bao gồm nhôm alkyl diclorua và nhôm alkyl sesquiclorua.

Hợp chất titan là hợp chất titan chứa halogen, tốt hơn nếu hợp chất titan chứa clo. Hợp chất titan được đặc biệt ưu tiên là titan tetraclorua.

Chất xúc tác có thể được điều chế bằng cách cho chất mang tiếp xúc luân phiên với các hợp chất nêu trên, như được mô tả trong EP-A-688794. Theo cách khác, chất xúc tác có thể được điều chế bằng cách trước tiên điều chế dung dịch từ các thành phần, sau đó cho dung dịch này tiếp xúc với chất mang, như được mô tả trong WO-A-01/55230.

Hơn nữa, các chất xúc tác thích hợp được mô tả trong EP 2 799 456.

Thành phần chất xúc tác dạng rắn nêu trên được cho tiếp xúc với chất đồng xúc tác nhôm alkyl, tốt hơn nếu là hợp chất nhôm trialkyl, sau đó hợp chất thu được có thể được sử dụng trong phản ứng polyme hóa. Bước cho thành phần chất xúc tác dạng rắn tiếp xúc với chất đồng xúc tác nhôm alkyl có thể được thực hiện trước khi nạp chất xúc tác vào thiết bị phản ứng polyme hóa, hoặc bước này có thể được thực hiện bằng cách nạp hai thành phần riêng biệt vào thiết bị phản ứng polyme hóa.

Mô tả chi tiết quy trình:

Tốt hơn nếu quy trình sản xuất chế phẩm polyetylen theo sáng chế bao gồm các bước sau:

a) polyme hóa etylen và ít nhất một comonome được chọn từ các alpha-olefin có từ 3 đến 12 nguyên tử cacbon trong sự có mặt của chất xúc tác polyme hóa trong thiết bị phản ứng polyme hóa thứ nhất để thu được hỗn hợp trung gian thứ nhất chứa phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp;

b) chuyển hỗn hợp trung gian thứ nhất vào thiết bị phản ứng polyme hóa thứ hai;

c) polyme hóa etylen và ít nhất một comonome được chọn từ các alpha-olefin có từ 3 đến 12 nguyên tử cacbon trong sự có mặt của hỗn hợp trung gian thứ nhất để thu được phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao;

d) thu nhận copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái chứa phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao từ thiết bị phản ứng polyme hóa cuối cùng;

e) phối trộn nhựa nền để thu được chế phẩm polyetylen.

Tốt hơn nếu hỗn hợp trung gian thứ nhất chứa phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp như được định nghĩa nêu trên hoặc dưới đây.

Comonome alpha-olefin được ưu tiên được sử dụng trong cả hai thiết bị phản ứng polyme hóa là 1-buten.

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng chứa phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao như được định nghĩa nêu trên hoặc dưới đây.

Tốt hơn nếu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái và chế phẩm polyetylen được xác định bởi các đặc tính của nhựa nền và chế phẩm polyetylen mô tả nêu trên hoặc trong bộ yêu cầu bảo hộ.

Nhiệt độ trong thiết bị phản ứng thứ nhất, tốt hơn nếu thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc thứ nhất, tốt hơn nữa nếu thiết bị phản ứng tuần hoàn thứ nhất, thường nằm trong khoảng từ 50 đến 115°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60 đến 110°C và đặc biệt nằm trong khoảng từ 70 đến 100°C. Áp suất thường nằm trong khoảng từ 1 đến 150 bar, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 100 bar.

Phản ứng polyme hóa pha hỗn dịch đặc có thể được thực hiện trong thiết bị phản ứng đã biết bất kỳ được sử dụng để polyme hóa pha hỗn dịch đặc. Các thiết bị phản ứng như vậy bao gồm thiết bị phản ứng dạng thùng được khuấy liên tục và thiết bị phản ứng tuần hoàn. Đặc biệt tốt hơn nếu phản ứng polyme hóa được thực hiện trong thiết bị phản ứng tuần hoàn. Trong các thiết bị phản ứng như vậy, hỗn dịch đặc được tuần hoàn với tốc độ cao dọc theo đường ống kín bằng cách sử dụng bơm tuần hoàn. Các thiết bị phản ứng tuần hoàn là đã biết trong lĩnh vực này và được mô tả trong US-A-4,582,816, US-A-3,405,109, US-A-3,324,093, EP-A-479 186 và US-A-5,391,654.

Tốt hơn nếu phản ứng polyme hóa pha hỗn dịch đặc được thực hiện ở nhiệt độ và áp suất cao hơn nhiệt độ tới hạn và áp suất tới hạn của hỗn hợp dạng lỏng. Các vận hành phản ứng như vậy được mô tả trong US-A-5,391,654. Trong vận hành phản ứng như vậy, nhiệt độ thường ít nhất bằng 85°C, tốt hơn nếu ít nhất bằng 90°C. Hơn nữa nhiệt độ thường không cao hơn 110°C, tốt hơn nếu không cao hơn 105°C. Áp suất trong các điều kiện này thường ít nhất bằng 40 bar, tốt hơn nếu ít nhất bằng 50 bar. Hơn nữa, áp suất thường không cao hơn 150 bar, tốt hơn nếu không cao hơn 100 bar. Theo phương án ưu tiên, bước polyme hóa pha hỗn dịch đặc, được thực hiện trong các điều kiện siêu tới hạn nhờ đó nhiệt độ phản ứng và áp suất phản ứng cao hơn các điểm tới hạn tương đương của hỗn hợp được tạo ra bởi môi trường hydrocarbon, monome, hydro và comonome và nhiệt độ polyme hóa nhỏ hơn nhiệt độ nóng chảy của polyme được tạo ra.

Hỗn dịch đặc có thể được hút ra khỏi thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc liên tục hoặc gián đoạn. Phương pháp hút gián đoạn được ưu tiên là phương pháp sử dụng các ống lắng trong đó hỗn dịch đặc được phép để cô trước khi hút mẻ hỗn dịch đặc được cô ra khỏi thiết bị phản ứng. Các ống lắng được mô tả trong US-A-3,374,211, US-A-3,242,150 và EP-A-1 310 295 được sử dụng. Phương pháp hút liên tục được mô tả trong EP-A-891 990, EP-A-1 415 999, EP-A-1 591 460 và WO-A-2007/025640. Phương pháp hút liên tục được kết hợp có lợi với phương pháp cô thích hợp như được bộc lộ trong EP-A-1 415 999 và EP-A-1 591 460.

Các ống lắng được sử dụng để cô hỗn dịch đặc được hút ra khỏi thiết bị phản ứng. Do đó, dòng được hút ra chứa nhiều polyme trên mỗi thể tích hơn hỗn dịch đặc bên trong thiết bị phản ứng tính theo trị số trung bình. Điều này có lợi là ít dịch lỏng hơn cần được tái tuần hoàn trở lại thiết bị phản ứng, nhờ đó chi phí của thiết bị thấp hơn. Trong các hệ

thống trên quy mô thương mại, dịch lỏng được hút với polyme bay hơi trong bể ép nhanh từ đó dịch lỏng này được nén bằng thiết bị nén và tái tuần hoàn vào thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc.

Tuy nhiên, các ống lắng hút gián đoạn polyme. Điều này làm cho áp suất và các thông số khác trong thiết bị phản ứng biến thiên theo khoảng thời gian hút. Ngoài ra, công suất hút bị hạn chế và phụ thuộc vào kích cỡ và số lượng của các ống lắng. Để khắc phục các nhược điểm này, phương pháp hút liên tục thường được ưu tiên.

Mặt khác, phương pháp hút liên tục có có vấn đề là thường hút polyme ở cùng nồng độ khi polyme này có mặt bên trong thiết bị phản ứng. Để giảm lượng của các hydrocarbon cần được nén của xả liên tục được kết hợp có lợi với thiết bị cô thích hợp, như thiết bị xoáy thủy lực hoặc sàng, như được bộc lộ trong EP-A-1 415 999 và EP-A-1 591 460. Sau đó, dòng giàu polyme được dẫn vào bể ép nhanh và dòng ít polyme được tuần hoàn trực tiếp vào thiết bị phản ứng.

Để điều chỉnh tốc độ dòng nóng chảy của phân đoạn polyetylen được polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc, tốt hơn nếu hydro được nạp vào thiết bị phản ứng.

Tốt hơn nếu lượng cấp hydro trong giai đoạn phản ứng thứ nhất được điều chỉnh theo lượng cấp etylen để đáp ứng tỷ lệ hydro và etylen trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc thứ nhất nằm trong khoảng từ 250 đến 500 mol/kmol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 300 đến 400 mol/kmol.

Để điều chỉnh hàm lượng comonome và tỷ trọng của phân đoạn polyetylen được polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc tốt hơn nếu comonome alpha-olefin, tốt hơn nếu 1-buten, được nạp vào thiết bị phản ứng.

Tốt hơn nếu lượng cấp hydro trong giai đoạn phản ứng thứ nhất được điều chỉnh theo lượng cấp etylen để đáp ứng tỷ lệ comonome và etylen, tốt hơn nếu tỷ lệ 1-buten và etylen, trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc thứ nhất nằm trong khoảng từ 575 đến 750 mol/kmol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 600 đến 700 mol/kmol.

Phân đoạn polyetylen được sản xuất trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc thứ nhất thường là phân đoạn copolyme etylen.

Thời gian lưu và nhiệt độ polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc thứ nhất được điều chỉnh sao cho polyme hóa phân đoạn copolyme etylen thường ở lượng nằm trong khoảng từ 25,0 đến 44,0% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 30,0 đến 42,0% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 35,0 đến 40,0% khối lượng và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 37,5 đến 40,0% khối lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng.

Trước khi dẫn vào thiết bị phản ứng polyme hóa thứ hai, hỗn dịch đặc polyme có thể được xử lý bằng bước làm sạch để loại bỏ đáng kể các hydrocarbon ra khỏi hỗn dịch đặc polyme. Tốt hơn nếu bước làm sạch được thực hiện trong thiết bị phân tách nhanh được vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 2 đến 10 bar và nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 100°C. Sau khi thực hiện bước làm sạch, tốt hơn nếu hỗn hợp trung gian thứ nhất được sản xuất trong thiết bị phản ứng hỗn dịch đặc thứ nhất được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ hai, tốt hơn nếu thiết bị phản ứng pha khí, tốt hơn nữa nếu thiết bị phản ứng pha khí có tầng sôi.

Trong thiết bị phản ứng pha khí tầng sôi, olefin được polyme hóa trong sự có mặt của chất xúc tác polyme hóa trong dòng khí đang di chuyển hướng lên. Thiết bị phản ứng thường bao gồm tầng sôi chứa các hạt polymer đang phát triển chứa chất xúc tác hoạt tính được bố trí ở phía trên lưới tạo tầng sôi.

Tầng polyme được tạo tầng sôi với sự hỗ trợ của khí tạo tầng sôi chứa monome olefin, cụ thể là các monome, cụ thể là các chất kiểm soát phát triển chuỗi và các chất chuyển chuỗi, như hydro, và cụ thể là khí trơ. Do đó, khí trơ này có thể giống hoặc khác với khí trơ được sử dụng trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc. Khí tạo tầng sôi được nạp vào buồng nạp ở đáy của thiết bị phản ứng. Để đảm bảo rằng dòng khí được phân bố đồng nhất trên toàn bộ diện tích bề mặt cắt ngang của buồng nạp, ống nạp có thể được trang bị chi tiết chia dòng như đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ US-A-4,933,149 và EP-A-684 871.

Từ buồng nạp, dòng khí được chảy hướng lên qua lưới tạo tầng sôi vào tầng sôi. Mục đích của lưới tạo tầng sôi là để chia dòng khí đồng đều trên toàn bộ diện tích mặt cắt ngang của tầng. Lưới tạo tầng sôi cũng có thể được bố trí để thiết lập dòng khí để chuyển động dọc theo các thành thiết bị phản ứng, như được bộc lộ trong WO-A-2005/087261. Các loại lưới tạo tầng sôi khác được bộc lộ trong US-A-4,578,879, EP 600 414 và EP-A-

721 798. Tổng quan được bộc lộ trong Geldart and Bayens: The Design of Distributors for Gas-fluidised Beds, Powder Technology, Vol. 42, 1985.

Khí tạo tầng sôi chảy qua tầng sôi. Vận tốc siêu tới hạn của khí tạo tầng sôi phải cao hơn vận tốc tạo tầng sôi cực tiểu của các hạt được chứa trong tầng sôi, nếu không hiện tượng tầng sôi sẽ không xuất hiện. Mặt khác, vận tốc của khí cần nhỏ hơn vận tốc khởi đầu của vận chuyển khí nén, nếu không toàn bộ tầng sẽ bị cuốn theo khí tạo tầng sôi. Vận tốc tạo tầng sôi cực tiểu và vận tốc khởi đầu của vận chuyển khí nén có thể được tính toán khi các đặc tính hạt đã biết bằng cách sử dụng phương pháp thiết kế thông thường. Tổng quan được thể hiện trong Geldart: Gas Fluidisation Technology, J. Wiley & Sons, 1996.

Khi khí tạo tầng sôi được cho tiếp xúc với tầng chứa chất xúc tác hoạt tính, các thành phần phản ứng của khí, như các monome và các chất chuyển chuỗi, phản ứng trong sự có mặt của chất xúc tác để thu được sản phẩm polyme. Đồng thời khí được gia nhiệt bởi nhiệt phản ứng.

Sau đó, khí tạo tầng sôi chưa phản ứng được loại bỏ từ phía trên cùng của thiết bị phản ứng, nén và tái tuần hoàn vào buồng nạp của thiết bị phản ứng. Trước khi đi vào thiết bị phản ứng, các chất phản ứng mới được nạp vào dòng khí tạo tầng sôi để bù các tổn thất gây ra bởi phản ứng và sản phẩm được hút. Thành phần của khí tạo tầng sôi thường được phân tích và các thành phần khí được nạp vào để duy trì thành phần không đổi. Thành phần thực tế được xác định bằng các đặc tính mong muốn của sản phẩm và chất xúc tác được sử dụng trong phản ứng polyme hóa.

Sau đó khí được làm nguội trong bộ trao đổi nhiệt để loại bỏ nhiệt phản ứng. Khí được làm nguội đến nhiệt độ which nhỏ hơn thất của tầng để ngăn ngừa tầng khởi bị gia nhiệt bởi phản ứng. Khí có thể được làm nguội đến nhiệt độ ở đó một phần khí ngưng tụ. Khi đi vào vùng phản ứng, các giọt lỏng được bay hơi. Sau đó, nhiệt bay hơi góp phần loại bỏ nhiệt phản ứng. Loại vận hành phản ứng này được gọi là chế độ ngưng tụ và các biến thể của nó được bộc lộ trong WO-A-2007/025640, US-A-4,543,399, EP-A-699 213, và WO-A-94/25495. Các chất ngưng tụ cũng có thể được bổ sung vào dòng khí được tái tuần hoàn, như được bộc lộ trong EP-A-696 293. Các chất ngưng tụ là các thành phần không thể polyme hóa, như propan, n-pentan, isopentan, n-butan hoặc isobutan, ít nhất được ngưng tụ một phần trong thiết bị làm nguội.

Sản phẩm polyme có thể được hút ra khỏi thiết bị phản ứng pha khí liên tục hoặc gián đoạn. Tổ hợp của các phương pháp này cũng có thể được sử dụng. Phương pháp hút liên tục được mô tả trong WO-A-00/29452. Phương pháp hút gián đoạn được mô tả trong US-A-4,621,952, EP-A-188 125, EP-A-250 169 và EP-A-579 426.

Phần phía trên cùng của ít nhất một thiết bị phản ứng pha khí có thể bao gồm vùng tách. Trong vùng như vậy, đường kính của thiết bị phản ứng được tăng để giảm vận tốc khí và cho phép các hạt được vận chuyển từ tầng bằng khí tạo tầng sôi để lắng ngược trở lại vào tầng.

Mức tầng có thể được quan sát bằng các phương pháp khác nhau đã biết trong lĩnh vực này. Ví dụ, độ chênh lệch áp suất giữa đáy của thiết bị phản ứng và chiều cao cụ thể của tầng có thể được ghi lại trên toàn bộ chiều dài của thiết bị phản ứng và mức tầng có thể được tính toán trên cơ sở các trị số độ chênh lệch áp suất. Bước tính toán như vậy tạo ra mức trung bình theo thời gian. Cảm biến siêu âm hoặc cảm biến phóng xạ cũng có thể được sử dụng. Các mức tức thời có thể thu được bằng các phương pháp này, tất nhiên sau đó có thể được tính trung bình theo thời gian để thu được các mức tầng trung bình theo thời gian.

Ngoài ra, các chất chống tĩnh điện có thể được nạp vào ít nhất một thiết bị phản ứng pha khí khi cần. Các chất chống tĩnh điện thích hợp và phương pháp sử dụng các chất chống tĩnh điện này được bộc lộ trong US-A-5,026,795, US-A-4,803,251, US-A-4,532,311, US-A-4,855,370 và EP-A-560 035. Các chất chống tĩnh điện thường là các hợp chất phân cực và bao gồm, trong số các chất khác, nước, keton, rượu aldehyt.

Thiết bị phản ứng có thể bao gồm cơ cấu khuấy cơ học để cũng tạo điều kiện thuận lợi cho bước trộn bên trong tầng sôi. Ví dụ về thiết kế của cơ cấu khuấy thích hợp được bộc lộ trong EP-A-707 513.

Nhiệt độ trong phản ứng polyme hóa pha khí trong thiết bị phản ứng pha khí thường ít nhất bằng 70°C, tốt hơn nếu ít nhất bằng 75°C. Nhiệt độ thường không lớn hơn 105°C, tốt hơn nếu không lớn hơn 95°C. Áp suất thường ít nhất bằng 10 bar, tốt hơn nếu ít nhất bằng 15 bar nhưng thường không lớn hơn 30 bar, tốt hơn nếu không lớn hơn 25 bar.

Để điều chỉnh tốc độ dòng nóng chảy của phân đoạn polyetylen được polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha khí thứ nhất, hydro được nạp vào thiết bị phản ứng.

Tốt hơn nếu lượng cấp hydro được điều chỉnh theo lượng cấp etylen để đáp ứng tỷ lệ hydro và etylen trong thiết bị phản ứng pha khí nằm trong khoảng từ 2,5 đến 10,0 mol/kmol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3,5 đến 9,0 mol/kmol và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 5,0 đến 7,5 mol/kmol.

Trong thiết bị phản ứng pha khí, tốt hơn nếu phân đoạn copolyme etylen được sản xuất. Do đó, dòng khí tạo tầng sôi chứa các comonome, tốt hơn nếu 1-buten. Comonome được sử dụng trong thiết bị phản ứng pha khí thứ nhất có thể giống hoặc khác với comonome được sử dụng trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc, tốt hơn nếu giống như comonome được sử dụng trong thiết bị phản ứng pha hỗn dịch đặc. Tốt hơn nếu lượng cấp comonome được điều chỉnh theo lượng cấp etylen để đáp ứng tỷ lệ comonome và etylen, tốt hơn nếu tỷ lệ 1-buten và etylen, ít nhất bằng 750 mol/kmol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 750 đến 850 mol/kmol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 760 đến 800 mol/kmol.

Thời gian lưu và nhiệt độ polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha khí được điều chỉnh sao cho polyme hóa phân đoạn copolyme etylen thường ở lượng nằm trong khoảng từ 56,0 đến 75,0% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 58,0 đến 70,0% khối lượng, vẫn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 59,5 đến 65,0% khối lượng, và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 60,0 đến 62,5% khối lượng tính trên tổng khối lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng.

Hơn nữa, copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng thu được từ thiết bị phản ứng pha khí, tốt hơn nếu cấu thành từ phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao tốt hơn nếu có tỷ trọng nằm trong khoảng từ nằm trong khoảng từ 915,0 đến 925,0 kg/m³, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 917,0 đến 923,5kg/m³ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 919,0 đến 922,0 kg/m³.

Phản ứng polyme hóa của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao trong vùng polyme hóa thứ nhất và vùng polyme hóa thứ hai có thể có thể được thực hiện trước bởi bước polyme hóa sơ bộ. Mục đích của bước polyme hóa sơ bộ là để polyme hóa lượng nhỏ của polyme vào chất

xúc tác ở nhiệt độ thấp và/hoặc nồng độ monome thấp. Bước polyme hóa sơ bộ có thể cải thiện hiệu suất của chất xúc tác trong hỗn dịch đặc và/hoặc cải biến các đặc tính của polyme cuối cùng. Bước polyme hóa sơ bộ có thể được thực hiện trong hỗn dịch đặc hoặc trong pha khí. Tốt hơn nếu bước polyme hóa sơ bộ được thực hiện trong hỗn dịch đặc, tốt hơn nếu trong thiết bị phản ứng tuần hoàn. Tốt hơn nếu bước polyme hóa sơ bộ được thực hiện trong chất pha loãng trơ, tốt hơn nếu chất pha loãng này là hydrocarbon có nhiệt độ sôi thấp có từ 1 đến 4 các nguyên tử cacbon hoặc hỗn hợp của các hydrocarbon như vậy.

Nhiệt độ trong bước polyme hóa sơ bộ thường nằm trong khoảng từ 0 đến 90°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 75°C.

Áp suất không tới hạn và thường nằm trong khoảng từ 1 đến 150 bar, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 100 bar.

Chất xúc tác polyme hóa có thể được nạp vào bước polyme hóa bất kỳ nhưng tốt hơn nếu được nạp vào bước polyme hóa thứ nhất hoặc bước polyme hóa sơ bộ, khi có mặt. Tốt hơn nếu toàn bộ các thành phần chất xúc tác được nạp vào bước polyme hóa sơ bộ. Tốt hơn nếu sau đó sản phẩm phản ứng của bước polyme hóa sơ bộ được nạp vào thiết bị phản ứng polyme hóa thứ nhất. Thành phần prepolymer được tính toán theo lượng của thành phần được sản xuất trong bước polyme hóa thực sự thứ nhất sau bước polyme hóa sơ bộ, tốt hơn nếu lượng của thành phần polymer etylen khối lượng phân tử thấp.

Phối trộn

Tốt hơn nếu chế phẩm polyetylen theo sáng chế được sản xuất trong quy trình nhiều giai đoạn còn bao gồm bước phối trộn, trong đó copolymer etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, thường thu được dưới dạng bột từ thiết bị phản ứng, được ép đùn trong thiết bị ép đùn, sau đó tạo hạt cải thành các hạt cải polymer theo cách thức đã biết trong lĩnh vực này để tạo ra chế phẩm polyolefin theo sáng chế.

Tùy ý, các chất bổ trợ hoặc các thành phần polymer khác có thể được bổ sung vào chế phẩm trong bước phối trộn ở lượng như được mô tả nêu trên. Tốt hơn nếu, copolymer etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái thu được từ thiết bị phản ứng được phối trộn trong thiết bị ép đùn cùng với các chất bổ trợ theo cách thức đã biết trong lĩnh vực này.

Thiết bị ép đùn có thể là thiết bị ép đùn thông thường bất kỳ được sử dụng. As an example of an thiết bị ép đùn để thực hiện bước phối trộn theo sáng chế có thể là thiết bị ép đùn được cung cấp bởi Japan Steel works, Kobe Steel hoặc Farrel-Pomini, ví dụ JSW 460P hoặc JSW CIM90P.

Sản xuất màng

Các màng polyme thường được sản xuất bằng phương pháp ép đùn màng thổi hoặc phương pháp ép đùn màng đúc.

Trong trường hợp của các màng nhiều lớp, một số lớp của màng có thể được đồng ép đùn hoặc cán trong phương pháp ép đùn màng thổi hoặc phương pháp ép đùn màng đúc.

Các phương pháp này là đã biết trong lĩnh vực này và dễ dàng được áp dụng để sản xuất các màng chứa chế phẩm polyetylen theo sáng chế.

Sử dụng

Sáng chế cũng mô tả sử dụng chế phẩm polyetylen như được mô tả nêu trên hoặc dưới đây để sản xuất màng thổi dùng cho cho các ứng dụng màng nhà kính, các ứng dụng bao bì để vận chuyển nặng, các ứng dụng màng nhiều lớp, các ứng dụng màng co liên kết, các ứng dụng túi đứng hoặc các ứng dụng lớp lót ao.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Các phương pháp xác định

a) Tốc độ dòng nóng chảy

Tốc độ dòng nóng chảy (MFR) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 và được biểu thị theo đơn vị g/10 phút. Tốc độ dòng nóng chảy MFR là chỉ báo thể hiện khả năng chảy, do đó khả năng gia công, của polyme. Tốc độ dòng nóng chảy càng cao, độ nhớt của polyme càng thấp. Tốc độ dòng nóng chảy MFR₅ của polyetylen được đo ở nhiệt độ bằng 190°C và tải trọng bằng 5kg, tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ của polyetylen ở nhiệt độ bằng 190°C và tải trọng bằng 2,16kg và tốc độ dòng nóng chảy MFR₂₁ của polyetylen được đo ở nhiệt độ bằng 190°C và tải trọng bằng 21,6kg. FRR định lượng (tỷ lệ tốc độ dòng) được sử dụng trong bản mô tả để chỉ tỷ lệ của các tốc độ dòng ở các tải trọng khác nhau. Do đó, FRR_{21/5} được sử dụng trong bản mô tả để chỉ trị số của MFR₂₁/MFR₅.

Tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ của thành phần polyme etylen khối lượng phân tử cao được polyme hóa trong thiết bị phản ứng polyme hóa thứ hai được tính toán từ tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ của thành phần polyme etylen khối lượng phân tử thấp được polyme hóa trong thiết bị phản ứng polyme hóa thứ nhất và tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ của nhựa nền như sau:

$$\text{LogMFR}_{\text{cuối cùng}} = \% \text{ khối lượng}_{1\text{st}} \times \text{LogMFR}_{1\text{st}} + \% \text{ khối lượng}_{2\text{nd}} \times \text{LogMFR}_{2\text{nd}}$$

trong đó “cuối cùng” có nghĩa là “của nhựa polyetylen”; “1st” có nghĩa là “của thành phần polyme được sản xuất trong thiết bị phản ứng thứ nhất; và “2nd” có nghĩa là “của thành phần polyme được sản xuất trong thiết bị phản ứng thứ hai.

b) Tỷ trọng

Tỷ trọng của polyme được đo theo ISO 1183-1:2004 Phương pháp A trên mẫu đúc ép được chế tạo theo EN ISO 1872-2 (Feb 2007) và được biểu thị theo đơn vị kg/m³.

c) Hàm lượng comonome

Phổ ¹³C-NMR được ghi trên thiết bị quang phổ Bruker 400 MHz ở nhiệt độ 130°C từ các mẫu được hòa tan trong 1,2,4-triclobenzen/benzen-d₆ (90/10 khối lượng/khối lượng). Bước biến đổi giữa tỷ lệ% khối lượng và tỷ lệ% mol có thể được thực hiện bằng cách tính toán.

d) Các thông số lưu biến

Các thông số lưu biến của polyme nóng chảy được đo bằng các phép đo cắt động học theo các tiêu chuẩn ISO6721-1 và 6721-10. Các phép đo được thực hiện trên thiết bị đo lưu biến quay có kiểm soát ứng suất Anton Paar MCR301, được trang bị kết cấu dạng tấm song song có kích cỡ bằng 25mm. Các phép đo được thực hiện trên các tấm đúc ép bằng cách sử dụng khí nitơ và thiết lập biến dạng nằm trong chế độ đàn hồi nhớt tuyến tính. Các thử nghiệm cắt dao động được thực hiện ở nhiệt độ bằng 190°C và tần số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 600 rad/giây và thiết lập khoảng trống bằng 1,2mm.

Trong thử nghiệm cắt động học, đầu dò được xử lý bằng biến dạng đồng nhất ở biến dạng cắt thay đổi hình sin hoặc ứng suất cắt (tương ứng là chế độ có kiểm soát biến dạng và ứng suất). Trong thử nghiệm biến dạng có kiểm soát, đầu dò được xử lý bằng biến dạng hình sin có thể được biểu diễn theo công thức

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (1)$$

Khi biến dạng được tác động vào nằm trong chế độ đàn hồi nhớt tuyến tính, đáp ứng ứng suất hình sin thu được có thể được biểu diễn theo công thức

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (2)$$

trong đó σ_0 , và γ_0 tương ứng là biên độ ứng suất và biên độ biến dạng; ω là tần số góc; δ là độ dịch chuyển pha (góc tổn thất giữa biến dạng được tác động vào và đáp ứng ứng suất); t là thời gian.

Các kết quả thử nghiệm động học thường được biểu diễn bằng một số hàm lưu biến khác nhau, cụ thể là mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi cắt, G' , mô-đun tổn thất năng lượng cắt, G'' , mô-đun cắt phức hợp, G^* , độ nhớt cắt phức hợp, η^* , độ nhớt cắt động học, η' , thành phần lệch pha của độ nhớt cắt phức hợp, η'' và tan tiếp tuyến tổn thất η , có thể được biểu diễn như sau như sau:

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos \delta \text{ [Pa]} \quad (3)$$

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin \delta \text{ [Pa]} \quad (4)$$

$$G^* = G' + iG'' \text{ [Pa]} \quad (5)$$

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \text{ [Pa}\cdot\text{s]} \quad (6)$$

$$\eta' = \frac{\sigma''}{\omega} \text{ [Pa}\cdot\text{s]} \quad (7)$$

$$\eta'' = \frac{\sigma'}{\omega} \text{ [Pa}\cdot\text{s]} \quad (8)$$

Chỉ số trượt dính mỏng, tương quan với phân bố khối lượng phân tử và không phụ thuộc vào khối lượng phân tử trung bình khối, được xác định bằng phương trình 9.

$$SHI_{(x/y)} = \frac{\eta_{a*} \text{ for } (G^* = x \text{ kPa})}{\eta_{a*} \text{ for } (G^* = y \text{ kPa})} \quad (9)$$

Ví dụ, $SHI_{(2,7/210)}$ được xác định bằng trị số của độ nhớt phức hợp, in Pa s, được xác định đối với trị số của G^* bằng 2,7 kPa, được chia bởi trị số của độ nhớt phức hợp, theo đơn vị Pa.giây, được xác định đối với trị số của G^* bằng 210 kPa và $SHI_{(5/200)}$ được xác định bằng trị số của độ nhớt phức hợp, theo đơn vị Pa.giây, được xác định đối với trị số của G^* bằng 5 kPa, được chia bởi trị số của độ nhớt phức hợp, theo đơn vị Pa.giây, được xác định đối với trị số của G^* bằng 200 kPa.

Các trị số của mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi (G'), mô-đun tổn thất năng lượng (G''), mô-đun phức hợp (G^*) và độ nhớt phức hợp (η^*) được xác định là hàm số của tần số (ω).

Do đó, ví dụ $\eta^*_{300\text{rad/giây}}$ ($\eta^*_{300\text{rad/giây}}$) được sử dụng làm ký hiệu viết tắt cho độ nhớt phức hợp ở tần số bằng 300 rad/giây và $\eta^*_{0,05\text{rad/giây}}$ ($\eta^*_{0,05\text{rad/giây}}$) được sử dụng làm ký hiệu viết tắt cho độ nhớt phức hợp ở tần số bằng 0,05 rad/giây.

Tan tổn thất tiếp tuyến (delta) được xác định là tỷ lệ của mô-đun tổn thất năng lượng (G'') và mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi (G') ở tần số cụ thể. Do đó, ví dụ $\tan_{0,05}$ được sử dụng làm ký hiệu viết tắt cho tỷ lệ của mô-đun tổn thất năng lượng (G'') và mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi (G') ở tần số bằng 0,05 rad/giây và $\tan_{300}$ được sử dụng làm ký hiệu viết tắt cho tỷ lệ của mô-đun tổn thất năng lượng (G'') và mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi (G') ở tần số bằng 300 rad/giây.

Cân bằng đàn hồi $\tan_{0,05}/\tan_{300}$ được xác định là tỷ lệ của loss tangent $\tan_{0,05}$ và loss tangent $\tan_{300}$.

Ngoài các thông số lưu biến nêu trên, các thông số lưu biến khác cũng có thể được xác định như chỉ số độ đàn hồi $EI(x)$. Chỉ số độ đàn hồi $Ei(x)$ là trị số của mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi, G' được xác định đối với trị số của mô-đun tổn thất năng lượng, G'' bằng x kPa và có thể được xác định bằng phương trình 10.

$$EI(x) = G' \text{ đối với } (G'' = x \text{ kPa}) [\text{Pa}] [\text{Pa}] \quad (10)$$

Ví dụ, $EI(5\text{kPa})$ được xác định bằng trị số của mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi G' , được xác định đối với trị số của G'' bằng 5 kPa.

Chỉ số độ đa phân tán, PI , được xác định bằng phương trình 11.

$$PI = \frac{10^5}{G'(\omega_{\text{COP}})}, \omega_{\text{COP}} = \omega \text{ for } (G' = G'') \quad (11)$$

trong đó ω_{COP} là tần số góc chéo nhau, được xác định là tần số góc ở đó mô-đun lưu trữ năng lượng đàn hồi, G' , bằng mô-đun tổn thất năng lượng, G'' .

Các trị số được xác định bằng quy trình nội suy điểm đơn, như được xác định bằng phần mềm Rheoplus. Trong các trường hợp ở đó trị số G^* cụ thể không thu được bằng thực nghiệm, trị số này được xác định bằng phương pháp ngoại suy, bằng cách sử dụng quy trình tương tự nêu trên. Trong cả hai trường hợp (nội suy hoặc ngoại suy), tùy chọn

từ Rheoplus “Interpolate y -values to x -values from parameter” và “logarithmic interpolation type” được áp dụng.

References:

- [1] “Rheological characterization of polyethylene fractions”, Heino, E.L., Lehtinen, A., Tanner J., Seppälä, J., Neste Oy, Porvoo, Finland, Theor. Appl. Rheol., Proc. Int. Congr. Rheol, 11th (1992), 1, 360-362.
- [2] “The influence of molecular structure on some rheological properties of polyethylene”, Heino, E.L., Borealis Polymers Oy, Porvoo, Finland, Annual Transactions of the Nordic Rheology Society, 1995.
- [3] “Definition of terms relating to the non-ultimate mechanical properties of polymers”, Pure & Appl. Chem., Vol. 70, No. 3, pp. 701-754, 1998.

e) Độ nhớt η_{747}

Một phương pháp được sử dụng theo sáng chế đề cập đến đặc tính lưu biến của polyme và trên cơ sở xác định độ nhớt của polyme ở ứng suất cắt không đổi rất thấp. Ứng suất cắt bằng 747 Pa đã được chọn cho phương pháp này. Độ nhớt của polyme ở ứng suất cắt này được xác định ở nhiệt độ bằng 190°C và đã được phát hiện là tỷ lệ nghịch với dòng trọng lực của polyme, tức là độ nhớt càng cao, thì dòng trọng lực càng thấp. Độ nhớt ở ứng suất cắt bằng 747 Pa được xác định bằng cách sử dụng thiết bị đo lưu biến quay, có thể là thiết bị đo lưu biến trong điều kiện ứng suất không đổi, ví dụ thiết bị đo lưu biến Anton Paar MCR. Các thiết bị đo lưu biến, và chức năng của chúng đã được mô tả trong “Encyclopedia of Polymer Science and Engineering”, 2nd Ed., Vol. 14, pp. 492-509. Các phép đo được thực hiện trong điều kiện ứng suất cắt không đổi giữa hai tấm có đường kính bằng 25mm (hướng quay không đổi). Khoảng trống giữa các tấm bằng 1,2 mm. Mẫu polyme có chiều dày bằng 1,5mm được cài vào giữa các tấm. Mẫu được điều hòa nhiệt độ trong 2 phút trước khi bắt đầu đo. Phép đo được thực hiện ở nhiệt độ 190°C. Sau khi điều hòa nhiệt độ, phép đo được bắt đầu bằng cách tác động ứng suất xác định trước. Ứng suất này được duy trì trong 1800 giây để cho hệ thống tiếp cận được các điều kiện trạng thái ổn định. Sau thời gian này, phép đo được bắt đầu và độ nhớt được tính toán. Nguyên tắc đo là tác động lực xoắn nhất định vào trục tấm thông qua động cơ chính xác. Sau đó, lực xoắn này được chuyển đổi thành ứng suất cắt trong mẫu. Ứng suất cắt

này được duy trì không đổi. Tốc độ quay được tạo ra bởi ứng suất cắt được ghi lại và sử dụng để tính toán độ nhớt của mẫu.

f) Các khối lượng phân tử trung bình, phân bố khối lượng phân tử (M_n , M_w , M_z , MWD)

Các khối lượng phân tử trung bình (M_z , M_w và M_n), phân bố khối lượng phân tử (MWD) và độ rộng của nó được thể hiện bởi chỉ số độ đa phân tán, $PDI = M_w/M_n$ (trong đó M_n là khối lượng phân tử trung bình số và M_w là khối lượng phân tử trung bình khối) được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm gel (GPC) theo ASTM D 6474-12 bằng cách sử dụng các phương trình sau:

$$M_n = \frac{\sum_{i=1}^N A_i}{\sum_{i=1}^N (A_i/M_i)} \quad (1)$$

$$M_w = \frac{\sum_{i=1}^N (A_i \times M_i)}{\sum_{i=1}^N A_i} \quad (2)$$

$$M_z = \frac{\sum_{i=1}^N (A_i \times M_i^2)}{\sum_{i=1}^N (A_i/M_i)} \quad (3)$$

Đối với các khoảng thể tích rửa giải không đổi ΔV_i , trong đó A_i , và M_i tương ứng là diện tích lát cắt pic sắc ký và khối lượng phân tử polyolefin (MW) liên quan đến thể tích rửa giải, V_i , trong đó N bằng số lượng của các điểm dữ liệu thu được từ sắc ký đồ giữa các giới hạn tích phân. Thiết bị GPC nhiệt độ cao, được trang bị bộ phận phát hiện hồng ngoại nhiều băng kiểu IR5 (PolymeChar, Valencia, Spain), được trang bị các cột 3 x Agilent-PLgel Olexis và 1x Agilent-PLgel Olexis Guard được sử dụng. 1,2,4-triclobenzen (TCB) được làm ổn định bằng 250mg/L 2,6-di tert butyl-4-metyl-phenol) được sử dụng làm dung môi và pha động. Hệ thống sắc ký được vận hành ở nhiệt độ bằng 160°C ở tốc độ dòng không đổi bằng 1mL/phút. Dung dịch mẫu (200μL) được tiêm vào mỗi lần phân tích. Dữ liệu được thu thập bằng cách sử dụng phần mềm PolymerChar GPC-one. Bộ cột được hiệu chuẩn bằng cách sử dụng phương pháp hiệu chuẩn toàn cục (theo tiêu chuẩn ISO 16014-2:2003) với 19 chất chuẩn polystyren (PS) có phân bố khối lượng phân tử hẹp nằm trong khoảng từ 0,5kg/mol đến 11 500 kg/mol. Các chất chuẩn PS được hòa tan ở nhiệt độ phòng trong một vài giờ. Bước biến đổi khối lượng phân tử pic polystyren thành các khối lượng phân tử polyolefin được thực hiện bằng cách sử dụng phương trình Mark Houwink và các hằng số Mark Houwink sau:

$$K_{PS} = 19 \times 10^{-3} \text{ mL/g}, \alpha_{PS} = 0,655$$

$$K_{PE} = 39 \times 10^{-3} \text{ mL/g}, \alpha_{PE} = 0,725$$

$$K_{PP} = 19 \times 10^{-3} \text{ mL/g}, \alpha_{PP} = 0,725$$

Hàm hiệu chỉnh đa thức bậc ba được sử dụng để hiệu chỉnh dữ liệu hiệu chuẩn. Toàn bộ các mẫu được sản xuất ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1mg/mL và hòa tan ở nhiệt độ 160°C trong 2,5 giờ đối với PP hoặc 3 giờ đối với PE trong điều kiện lắc nhẹ liên tục.

g) Xác định SCB/1000TC dọc theo khối lượng phân tử (logM)

Bộ phận phát hiện IR 5 tạo ra các tín hiệu phát hiện khác nhau, được thể hiện dưới dạng tín hiệu nồng độ (băng phổ rộng bao trùm vùng phổ nằm trong khoảng từ 2800 cm^{-1} đến 3000 cm^{-1}), methyl (CH_3) (bộ lọc băng hẹp được tập trung ở 2959 cm^{-1}) và tín hiệu metylen (CH_2) (được tập trung ở 2928 cm^{-1}). Tỷ lệ của tín hiệu phát hiện methyl và tín hiệu phát hiện metylen tương quan với lượng tổng số của metylen (CH_3) tính trên 1000 nguyên tử cacbon ($\text{CH}_3/1000\text{TC}$) (A. Ortin, B. Monrabal, J. Montesinos, P. del Hierro, *Macromol. Symp.* 2009, 282, 65-70). Tỷ lệ $\text{CH}_3/1000\text{TC}$ được xác định bằng cách sử dụng bộ phận phát hiện IR 5 có thể được thực hiện bằng cách hiệu chuẩn tỷ lệ CH_3/CH_2 so với hàm lượng $\text{CH}_3/1000$ khung cacbon định danh. Hàm hiệu chỉnh tuyến tính được sử dụng cho mục đích này. Mức độ tạo mạch nhánh của toàn bộ các bộ mẫu hiệu chuẩn được xác định bằng phổ ^{13}C NMR ở trạng thái nóng chảy như được mô tả trong K. Klimke, M. Parkinson, C. Piel, W. Kaminsky, H. W. Spiess, M. Wilhelm, *Macromol. Chem. and Phys.*, 2006, 207, 382; M. Parkinson, K. Klimke, H. W. Spiess, M. Wilhelm, *Macromol. Chem. and Phys.*, 2007, 208, 2128. Bộ hiệu chuẩn được sử dụng cho phương pháp này bao gồm 17 polyetylen mạch nhánh chuỗi ngắn khác nhau, cả các phân đoạn được xúc tác đơn vị trí và các phân đoạn của polyetylen-co-buten, polyetylen-co-hexen và polyetylen-co-octen được xúc tác bởi Ziegler Natta bao trùm mức độ tạo mạch nhánh tổng số lên đến 80 nhóm methyl tính trên 1000 nguyên tử cacbon ($\text{CH}_3/1000\text{C}$). Mạch nhánh chuỗi ngắn được xác định dưới dạng mạch nhánh methyl tính trên 1000 nguyên tử cacbon tổng số và có thể được hiệu chỉnh cho lên đến 2 nhóm đầu chuỗi methyl tính trên một chuỗi polyme.

h) Chiều dày phiến

Phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp tăng cường phân đoạn phân tử tiềm tàng có thể xuất hiện trong quá trình kết tinh bằng cách khuếch đại các hiệu ứng nhỏ thông qua bước ủ các tinh thể chưa nóng chảy ở mỗi giai đoạn của quy trình. Tài liệu tham khảo chung và thông tin bổ sung có thể được bộc lộ trong bài báo: Müller and Arnal [A.J. Müller, M.L. Arnal, Thermal fractionation of polymers, Prog. Polym. Sci. 30 (2005) 559-603]. Phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp được thực hiện trên các thiết bị đo nhiệt lượng quét vi sai TA Q2000 được hiệu chuẩn indi và thiếc được trang bị hệ thống làm nguội RCS90. Khối lượng mẫu nằm trong khoảng từ 5mg đến 10mg được sử dụng từ các tấm được đúc ép. Toàn bộ các mẫu được bao gói trong các chảo nhôm Tzero. Nito khan siêu tinh khiết được sử dụng làm khí trơ. Quy trình thử nghiệm là như sau:

(a) Xóa lịch sử nhiệt trước đó bằng cách gia nhiệt mẫu từ nhiệt độ phòng đến nhiệt độ 180°C ở tốc độ bằng 20°C/phút và duy trì đẳng nhiệt trong 5 phút.

(b) Trong phương pháp này, 8 chu trình làm nguội/gia nhiệt liên tiếp ở tốc độ bằng 10°C/phút được sử dụng và nhiệt độ kết tinh đẳng nhiệt thứ nhất was được chọn to be 126°C. Thời gian mỗi bước kết tinh đẳng nhiệt là 5 phút. Sau mỗi bước kết tinh đẳng nhiệt, mẫu được làm nguội đến nhiệt độ 30°C và duy trì đẳng nhiệt trong 5 phút.

(c) Các nhiệt độ đẳng nhiệt tiếp theo luôn luôn được duy trì ở mức nhỏ hơn 5°C so với bước trước đó, tức là mẫu được gia nhiệt từ nhiệt độ 30°C đến nhiệt độ kết tinh đẳng nhiệt thứ hai bằng 121°C.

(d) Sau bước kết tinh đẳng nhiệt cuối cùng ở nhiệt độ 91°C, mẫu được làm lạnh đến nhiệt độ 0°C, và đường cong nóng chảy được tạo ra bằng cách gia nhiệt mẫu được làm lạnh ở tốc độ gia nhiệt bằng 10°C/phút lên đến 180°C.

Bước gia nhiệt cuối cùng được thực hiện sau khi thực hiện phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp tạo ra một loạt các pic nóng chảy tương ứng với số lượng của các chu kỳ phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp, trong đó bước ủ được tăng cường. Sau đó phương trình Gibbs-Thompson được sử dụng để thiết lập mối tương quan giữa nhiệt độ nóng chảy và chiều dày phiên:

$$T_m = T_m^0 \{1 - (2\sigma_s / \Delta H_m^0 L_c)\}, (4)$$

trong đó T_m^0 là nhiệt độ nóng chảy cân bằng của tinh thể dày vô hạn, σ_s là năng lượng bề mặt riêng, ΔH_m^0 là entanpy nóng chảy tính trên một đơn vị khối lượng, L_c là chiều dày phiên và T_m là nhiệt độ nóng chảy của phiên. T_m^0 , σ_s , và ΔH_m^0 tương ứng bằng 415 K, $93 \times 10^{-3} \text{ J/m}^3$, và $3 \times 10^8 \text{ J/m}^3$ [L. Mandelkern, R.G. Alamo, Thermodynamic quantities governing melting, in: Phys. Prop. Polym. Handb., Springer, 2007: pp. 165-186.]. Entanpy nóng chảy được tính toán từ thương số của thể tích dòng nhiệt và khối lượng ban đầu của mẫu giữa điểm bắt đầu ngoại suy và điểm kết thúc nóng chảy, như được mô tả trong ISO 11357-3. Phương pháp tích phân cô định, trong các bước bằng 10°C , được sử dụng để định lượng đường cong nóng chảy để xác định phân bố chiều dày phiên.

i) Các đặc tính độ bền dẻo của các màng

Các đặc tính độ bền dẻo của màng được đo ở nhiệt độ 23°C theo tiêu chuẩn ISO 527-3 với mẫu thử loại 2 bằng cách sử dụng các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng $40\mu\text{m}$, được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây. Độ đàn hồi kéo theo hướng máy (TM-MD) và độ đàn hồi kéo theo hướng ngang (TM-TD) được đo dưới dạng 1% độ đàn hồi cắt với tốc độ thử nghiệm bằng 5mm/phút và chiều dài thiết bị đo bằng 50mm theo ASTM D882. Ứng suất kéo khi đứt (TSB-MD và TSB-TD), ứng suất kéo khi biến dạng (TSY-MD và TSY-TD), độ giãn dài khi đứt (EB-MD), độ giãn dài khi biến dạng (EY-MD và EY-TD) được đo theo tiêu chuẩn ISO 527-3 với mẫu thử loại 2 với chiều dài thiết bị đo bằng 50mm và tốc độ thử nghiệm bằng 500mm/phút .

j) Độ bền nứt

Thử nghiệm độ bền nứt được thực hiện theo ASTM 1922 trên các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng $40\mu\text{m}$ được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây. Độ bền nứt Elmendorf là lực tính theo đơn vị Newton được yêu cầu để lan truyền vết nứt trên toàn bộ màng mẫu thử. Độ bền nứt Elmendorf được đo bằng cách sử dụng thiết bị con lắc được hiệu chỉnh chính xác. Tác động bằng trọng lực, con lắc lắc theo hình vòng cung, làm nứt mẫu thử từ khe cắt trước. Mẫu thử được giữ ở một phía bởi con lắc và ở phía còn lại bởi chi tiết đứng yên. Mức độ tổn thất năng lượng bởi con lắc được chỉ báo bởi kim báo. Chỉ báo mức độ này là hàm số của lực cần thiết để làm nứt mẫu thử. Khối lượng con lắc được chọn trên cơ sở năng lượng hấp thụ của mẫu thử, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 20% đến 80% công suất của con lắc. Không có mối tương quan tuyến

tính trực tiếp giữa lực gây nứt và chiều dày mẫu thử. Do đó, chỉ các dữ liệu thu được ở cùng khoảng chiều dày dày mới được so sánh.

k) Khả năng chống đục thủng

Thử nghiệm khả năng chống đục thủng xâm nhập lõi được thực hiện theo ASTM D5748 trên các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng 40 μ m được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây. Phương pháp thử nghiệm này xác định khả năng chống thâm nhập của mẫu màng bởi đầu dò có đường kính xác định bằng 19mm hình dạng quả lê được phủ TFE floccarbon ở tỷ lệ thấp tiêu chuẩn, vận tốc thử nghiệm duy nhất (250mm/phút), và được thực hiện ở các điều kiện tiêu chuẩn, phương pháp thử nghiệm này tác động tải trọng ứng suất hai trục. Các mẫu thử màng có kích cỡ bằng 150mmx150mm được cắt để lắp khít vào đồ gá lắp và bước điều hòa được thực hiện ở nhiệt độ bằng 23 $\pm$ 2°C và độ ẩm tương đối bằng 50 $\pm$ 5%.

Lực chống đục thủng (N) là lực cực đại hoặc lực cao nhất quan sát được trong thử nghiệm và năng lượng chống đục thủng (J) là năng lượng được sử dụng cho đến khi đầu dò làm đứt mẫu thử, cả hai thông số này được đo bằng cách sử dụng cảm biến tải trọng 500N có độ chính xác cao và cảm biến vị trí hình chữ thập.

l) Độ bền va đập

Độ bền va đập được đo theo tiêu chuẩn ISO7765-1, phương pháp A (phương pháp thử nghiệm thay thế) trên các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng 40 μ m được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây. Mũi tên với đầu hình bán cầu có đường kính bằng 38mm được thả xuống từ chiều cao bằng 0,66m vào màng được kẹp trên lỗ. Bộ liên tiếp của hai mươi mẫu thử được thử nghiệm. Một trọng số được sử dụng cho mỗi bộ và trọng số được tăng (hoặc giảm) từ bộ này sang bộ khác theo mức tăng đồng nhất. Trọng số này dẫn đến tỷ lệ hư hỏng bằng 50% mẫu thử được tính toán và ghi lại.

m) Các đặc tính quang học

Độ mờ được đo trên các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng 40 μ m được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây theo ASTM D 1003.

Độ bóng được đo trên các màng thổi ba lớp có chiều dày bằng 40 μ m được sản xuất như được mô tả trong phần ví dụ dưới đây theo DIN 67530/ISO 2813 ở các góc 20°, 60° và 85°.

2. Các ví dụ

a) Chất xúc tác

Chất xúc tác polyme hóa để polyme hóa ví dụ theo sáng chế IE1 được điều chế theo ví dụ 1 của EP 1 378 528 A1.

b) Phản ứng polyme hóa của các ví dụ theo sáng chế IE1 và IE2 và ví dụ so sánh CE2

Trong bước polyme hóa sơ bộ, thiết bị phản ứng tuần hoàn thứ nhất có thể tích bằng 50 dm³ được vận hành ở nhiệt độ bằng 70°C và áp suất bằng 64 bar. Để sản xuất phân đoạn polyme hóa sơ bộ, etylen, 1-buten và hydro được bổ sung vào. Ngoài ra, chất xúc tác polyme hóa được điều chế theo phần mô tả nêu trên và các chất đồng xúc tác trietylnhôm (TEA) được nạp vào thiết bị phản ứng. Các điều kiện trong thiết bị phản ứng như được thể hiện trong Bảng 1.

Hỗn dịch đặc polyme được hút ra khỏi thiết bị phản ứng tuần hoàn thứ nhất và chuyển vào thiết bị phản ứng tuần hoàn có thể tích bằng 500 dm³. Thiết bị phản ứng tuần hoàn thứ hai này được vận hành ở nhiệt độ bằng 85°C và áp suất bằng 64 bar. Etylen, 1-buten và hydro được nạp vào thiết bị phản ứng. Chất xúc tác bổ sung không được nạp vào thiết bị phản ứng. Các điều kiện trong thiết bị phản ứng như được thể hiện trong Bảng 1.

Hỗn dịch đặc polyme được hút ra khỏi thiết bị phản ứng tuần hoàn thứ hai và chuyển vào thiết bị phân tách nhanh được vận hành áp suất bằng 3 bar và nhiệt độ bằng 70°C ở đó các hydrocarbon được loại bỏ đáng kể ra khỏi polyme. Sau đó, polyme được nạp vào thiết bị phản ứng pha khí được vận hành ở nhiệt độ bằng 78,5°C và áp suất bằng 19,6 bar. Ngoài ra, etylen, 1-buten và hydro được nạp vào thiết bị phản ứng. Các điều kiện được thể hiện trong Bảng 1.

Polyme thu được được làm sạch bằng nitơ (khoảng 50kg/giờ) trong 1 giờ, được làm ổn định bằng 1000ppm Irganox 1010 và Irgafos 168 và 1000 ppm Ca-stearat, sau đó ép đùn thành các hạt cải trong thiết bị ép đùn vít kép quay ngược CIM90P (được sản xuất bởi Japan Steel Works) sao cho thông lượng bằng 223kg/giờ và tốc độ vít bằng 323 rpm.

Bảng 1: Các điều kiện polyme hóa của ví dụ theo sáng chế IE1

		IE1/IE2	CE2
Thiết bị polyme hóa sơ bộ:			
Nhiệt độ	°C	70	70
Áp suất	bar	64	64
Phân tách	% khối lượng	1,4	1,4
Tỷ lệ cấp H ₂ /C ₃	kg/tấn C ₃	0,2	0,2
Tỷ lệ cấp C ₄ /C ₂	kg/tấn C ₂	40	40
Tuần hoàn:			
Nhiệt độ	°C	85	85
Áp suất	bar	64	64
Nồng độ C ₂	mol%	2,43	2,70
Tỷ lệ mol H ₂ /C ₂	mol/kmol	350	390
Tỷ lệ mol C ₄ /C ₂	mol/kmol	641	570
Tỷ lệ cấp C ₄ /C ₂	kg/tấn C ₂	47-48	46
Phân tách	% khối lượng	37,6	39,3
MFR ₂	g/10 phút	270-340	300-330
Tỷ trọng	kg/m ³	950,5-951,5	951,0-952,0
Pha khí:			
Nhiệt độ	°C	78,5	80,0
Áp suất	bar	19,6	19,6
Nồng độ C ₂	mol%	3,6	3,8
Tỷ lệ mol H ₂ /C ₂	mol/kmol	5,8-6,1	10,5-11,2
Tỷ lệ mol C ₄ /C ₂	mol/kmol	765	743
Tỷ lệ cấp C ₄ /C ₂	kg/tấn C ₂	139-140	136
Phân tách	% khối lượng	61,0	59,3
Tỷ trọng (nhựa nền)	kg/m ³	920,0-921,2	923,0
MFR ₅ (nhựa nền)	g/10 phút	0,60-0,74	0,9-1,0

c) Ví dụ so sánh CE1

CE1 là nhựa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đơn hình thái có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 918 kg/m³ và tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (190°C, 2,16kg) bằng 1,0g/10 phút, được sản xuất theo quy trình polyme hóa pha khí Unipol, sản có từ SABIC dưới dạng Sabic 118W.

d) Các đặc tính của các chế phẩm polyetylen theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2

Các chế phẩm polyetylen theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2 có các đặc tính như được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2: Các đặc tính của các chế phẩm polyetylen theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2

		CE1	CE2	IE1	IE2
Tỷ trọng	kg/m ³	921,9	922,6	921,0	920,2
MFR ₂	g/10 phút	1,15	0,25	0,16	0,15
MFR ₅	g/10 phút	3,19	0,99	0,65	0,61
MFR ₂₁	g/10 phút	28	22,2	15,2	14,2
FRR _{21/5}		8,8	22,4	23,4	23,4
FRR _{21/2}		24,3	88,8	95,0	94,7
Mn	g/mol	n.m.	12800	13450	13450
Mw	g/mol	n.m.	180000	199000	209500
Mz	g/mol	n.m.	1015000	1135000	1225000
Mw/Mn		n.m.	14,04	14,82	15,58
Mz/Mw		n.m.	5,6	5,7	5,8
eta ₇₄₇	kPa.giây	n.m.	59	96	102
eta _{0,05}	Pa.giây	8122	46186	65936	71162
eta ₃₀₀	Pa.giây	1073	897	1006	1031
SHI _{2,7/210}		4,3	29,7	31,1	31,8
SHI _{5/200}		3,9	22,9	23,7	24,3
n.m. = không đo được					

Ngoài ra, chiều dày phiên của các chế phẩm theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2 được đo bằng phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp như được mô tả nêu trên.

Fig.1 là đồ thị thể hiện các đường cong nóng chảy DSC của chế phẩm sau khi xử lý các mẫu theo phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp. Các đường cong nóng chảy nhiều pic được quan sát đối với vật liệu CE và vật liệu IE, thể hiện các tính thể nóng chảy độc lập được tạo ra trong mỗi trình tự tạo mầm và ủ liên tiếp. Mỗi pic này trong các đường cong nóng chảy là do các phân tử hoặc các đoạn của các phân tử của khoảng cách cụ thể giữa các mạch nhánh. Trong các chu kỳ của phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp tiếp theo, các tính thể được tạo ra ban đầu bên dưới mỗi pic ở nhiệt độ cao hơn có thể trải qua bước làm dày phiên với thời gian (5 phút) và nhiệt độ (mỗi bước tiếp theo nhỏ hơn 5°C) do phân bố trong mạch nhánh.

Các đường cong nóng chảy DSC của các mẫu được xử lý bằng phương pháp phân đoạn nhiệt tự tạo mầm và ủ liên tiếp là đơn nhất đối với mỗi vật liệu copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng: chức năng của chất xúc tác, các điều kiện/quy trình polyme hóa, loại comonome và hàm lượng comonome. Diện tích của các pic nóng chảy ở nhiệt độ cao hơn giảm bằng cách tăng lượng của comonome và/hoặc phân bố đồng nhất hơn

comonome dọc theo chuỗi polyme (so sánh CE1 đơn hình thái với hai hình thái IE1 và IE2).

Trên cơ sở lượng của vật liệu nóng chảy giữa các khoảng nhiệt độ khác nhau, có thể xác định các khác biệt giữa phân bố của các mạch nhánh chuỗi ngắn.

Các lượng của các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau của các chế phẩm theo các ví dụ IE1, IE2, CE1 và CE2 được thể hiện trên Fig.2. Nhờ đó, các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau được chia thành các nhóm sau trong các cột từ trái sang phải:

Phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm ($\leq 4,2\text{nm}$),

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 4,2nm đến 5,0nm ($>4,2$ đến $\leq 5,0\text{nm}$),

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 5,0nm to 6,1nm ($>5,0$ đến $\leq 6,1\text{nm}$),

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 6,1nm to 8,1nm ($>6,1$ đến $\leq 8,1\text{nm}$),

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 8,1nm đến 11,8nm ($>8,1$ đến $\leq 11,8\text{nm}$),

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến 21,7nm ($>11,8$ đến $\leq 21,7\text{nm}$)

và

Phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 21,7nm ($>21,7\text{nm}$)

Các lượng của các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau cũng được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3: Các lượng và tỷ lệ của các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau

Các phân đoạn	CE1	CE2	IE1	IE2
$\leq 4,2\text{nm}$	8,2% khối lượng	8,1% khối lượng	10,7% khối lượng	10,8% khối lượng
$>4,2$ đến $\leq 5,0\text{nm}$	7,9% khối lượng	7,1% khối lượng	7,5% khối lượng	7,8% khối lượng
$\leq 5,0\text{nm}$	16,1% khối lượng	15,2% khối lượng	18,2% khối lượng	18,6% khối lượng
$>5,0$ đến $\leq 6,1\text{nm}$	13,3% khối lượng	10,1% khối lượng	10,4% khối lượng	10,7% khối lượng
$>6,1$ đến $\leq 8,1\text{nm}$	20,3% khối lượng	13,0% khối lượng	13,0% khối lượng	13,4% khối lượng
$>5,0$ đến $\leq 8,1\text{nm}$	33,6% khối lượng	23,1% khối lượng	23,5% khối lượng	16,1% khối lượng
$>8,1$ đến $\leq 11,8\text{nm}$	24,6% khối lượng	16,9% khối lượng	16,8% khối lượng	16,9% khối lượng
$\leq 11,8\text{nm}$	74,3% khối lượng	55,2% khối lượng	58,4% khối lượng	59,6% khối lượng
$>11,8$ đến $\leq 21,7\text{nm}$	25,8% khối lượng	44,6% khối lượng	41,0% khối lượng	40,2% khối lượng
$>8,1$ đến $\leq 21,7\text{nm}$	50,3% khối lượng	61,5% khối lượng	57,9% khối lượng	57,0% khối lượng
$>21,7\text{nm}$	0% khối lượng	0,3% khối lượng	0,5% khối lượng	0,3% khối lượng
Tỷ lệ $\leq 11,8\text{nm}/>11,8$ đến $\leq 21,7\text{nm}$	2,88	1,24	1,42	1,48
Tỷ lệ $\leq 4,2\text{nm}/>11,8$ đến $\leq 21,7\text{nm}$	0,32	0,18	0,26	0,27
Tỷ lệ $\leq 4,2\text{nm}/>5,0$ đến $\leq 6,1\text{nm}$	0,62	0,80	1,03	1,01

Có thể quan sát thấy rằng chế phẩm đơn hình thái theo các ví dụ CE1 có mẫu hoàn toàn khác của các lượng của các phân đoạn có các chiều dày phiên khác nhau so với các chế phẩm hai hình thái theo các ví dụ CE2, IE1 và IE2.

Khi so sánh các chế phẩm hai hình thái theo các ví dụ CE2, IE1 và IE2, có thể quan sát thấy khác biệt đáng kể nhất mà đối với chế phẩm theo sáng chế IE1 và IE2, lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến 21,7nm ($>11,8$ đến $\leq 21,7$ nm) nhỏ hơn đáng kể so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến 21,7nm ($>11,8$ đến $\leq 21,7$ nm) theo ví dụ CE2 và lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm ($\leq 4,2$ nm) cao hơn đáng kể so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm ($\leq 4,2$ nm) theo ví dụ CE2.

Không bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể, được tin rằng các khác biệt này giữa IE1/IE2 và CE2 là do lượng cao hơn của phân đoạn copolyme etylen-1-buten có khối lượng phân tử cao hơn được sản xuất trong thiết bị phản ứng pha khí (61,0% khối lượng đối với IE1/IE2, 59,3% khối lượng đối với CE2) và lượng cao hơn của comonome 1-buten trong phân đoạn copolyme etylen-1-buten có khối lượng phân tử cao hơn được sản xuất trong thiết bị phản ứng pha khí (765 mol C4/kmol C2 đối với IE1/IE2, 743 mol C4/kmol C2 đối với CE2). Các đại lượng đo này dẫn đến aphân bố comonome 1-buten cao hơn và đồng đều hơn trong các chuỗi polyme dài hơn của phân đoạn copolyme etylen-1-buten có khối lượng phân tử cao hơn. Điều này đạt được bằng cách thao tác thiết kế quy trình và do đó làm thay đổi cấu trúc phân tử polyme. Ví dụ, phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng pha khí được tăng cường bằng cách giảm nồng độ H₂ và tăng hàm lượng comonome so với ví dụ đối chiếu CE2. Điều này tương ứng làm tăng quá trình kết hợp comonome. Cụ thể, quá trình kết hợp comonome được tạo điều kiện thuận lợi trong các vùng khối lượng phân tử cao của chế phẩm polyme.

Các phát hiện này được kiểm chứng trên Fig.3 là đồ thị thể hiện dữ liệu GPC so với khối lượng phân tử (các đường nét liền) cùng với lượng của SCB mạch nhánh chuỗi ngắn/1000 C so với khối lượng phân tử (các đường chấm chấm) đối với các chế phẩm theo các ví dụ CE2, IE1 và IE2.

Trong dữ liệu GPC, biên đối với phân đoạn etylen-1-buten khối lượng phân tử cao được thể hiện đối với toàn bộ các chế phẩm bắt đầu ở $\sim \text{LogM } 5,0$, thể hiện chế phẩm hai hình thái, tuy nhiên, chế phẩm hai hình thái này rõ ràng hơn đối với IE1 và IE2. Ngoài ra, các đường cong mạch nhánh chuỗi ngắn đối với vùng khối lượng phân tử tương đương thể hiện lượng cao hơn của SCB/1000 C đối với IE1 và IE2 so với CE2.

e) Sản xuất mẫu màng

Các màng thử nghiệm cấu thành từ ba lớp, mỗi lớp được tạo ra từ các chế phẩm như được mô tả nêu trên (màng thổi ba lớp đơn vật liệu) có chiều dày bằng 40 μ m, được sản xuất bằng cách sử dụng dây chuyển đồng ép đùn màng thổi 3 lớp quy mô lớn (Polyrema Machinery).

Chiều rộng khuôn bằng 400mm, khoảng trống khuôn bằng 1,8mm, chiều dày tổng số của màng bằng 40 μ m.

Tỷ lệ chiều cao cổ và trương nở nhỏ hơn (BUR) bằng 3,0.

Các điều kiện ép đùn và các đặc tính của các màng được thể hiện trong Bảng 4.

Toàn bộ các mẫu dễ xử lý và có độ ổn định bọt cao.

Bảng 4: Các điều kiện ép đùn và các đặc tính của của các màng thổi theo các ví dụ CE1, CE2, IE1 và IE2

	Đơn vị	CE1	CE2	IE1	IE2
Các điều kiện ép đùn:					
Tải động cơ	amps	23,6	20,8	24,2	22,1
Thông lượng thiết bị ép đùn	kg/giờ	75,3	69,8	71,1	70,0
Áp suất nóng chảy	bar	289	312	359	359
Nhiệt độ nóng chảy	°C	200	219	222	222
Các đặc tính cơ học:					
Độ đàn hồi kéo (MD)	MPa	266	355	337	323
Độ đàn hồi kéo (TD)	MPa	323	496	422	422
TSY-MD	MPa	Không biến dạng	Không biến dạng	Không biến dạng	Không biến dạng
TSY-TD	MPa	12,6	13,3	13,0	12,0
TSB-MD	MPa	53,2	63,6	66,0	70,8
TSB-TD	MPa	28,0	42,4	44,0	47,1
EB-MD	%	497	462	419	432
EB-TD	%	708	749	727	736
EY-MD		Không biến dạng	Không biến dạng	Không biến dạng	Không biến dạng
EY-TD		4,7	8,3	9,0	8,8
Độ bền nứt (MD)	N	1,5	4,7	5,4	3,3
Độ bền nứt (TD)	N	4,7	11,1	10,2	11,6
Khả năng chống đục thủng, lực	N	28,5	45,3	46,0	43,0
Khả năng chống đục thủng, năng lượng	J	1,1	2,3	2,3	2,0
DDI	g	150	228	300	468
Các đặc tính quang học:					
Độ mờ	%	33,6	82,4	86,5	84,7
Độ bóng ở góc 20°	%	n.m.	0,7	0,6	0,6
Độ bóng ở góc 60°	%	47,7	8,7	7,8	7,9
Độ bóng ở góc 85°	%	n.m.	46,2	40,6	39,9
n.m. = không đo được					

Ví dụ theo sáng chế IE1 và IE2 có cân bằng của các đặc tính được cải thiện so với CE1 và CE2 với các đặc tính độ bền kéo tương đương và độ bền va đập được cải thiện (DDI) cùng với độ mờ cao hơn. Ngạc nhiên là, độ bền va đập cao (DDI) được quan sát thấy đối với các ví dụ theo sáng chế IE1 và IE2 mặc dù 1-buten được sử dụng làm comonome trong các copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng. Độ mờ cao dẫn đến nhiều xạ ánh sáng tốt hơn và cải thiện năng suất cây trồng của các màng khi được sử dụng làm các màng nhà kính.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polyetylen chứa copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này chứa các phân đoạn có các chiều dày phiên thay đổi và tỷ lệ của lượng của các phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 11,8nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên từ lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 1,30 đến 1,60, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,35 đến 1,55 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,40 đến 1,50.
2. Chế phẩm polyetylen theo điểm 1, trong đó lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 35,0 đến 60,0% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 37,5 đến 50,0% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 40,0 đến 44,0% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.
3. Chế phẩm polyetylen theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 5,0nm nằm trong khoảng từ 17,0 đến 30,0% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 17,5 đến 25,0% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 18,0 đến 20,0% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.
4. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm ít nhất bằng 8,5% mol, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 8,5 đến 15,0% mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 9,0 đến 13,5% mol, tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 10,0 đến 12,5% mol so với tổng lượng của copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này.
5. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó tỷ lệ của lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên lớn hơn 11,8nm đến không lớn hơn 21,7nm nằm trong khoảng từ 0,20 đến 0,30, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,22 đến 0,29 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,24 đến 0,28.
6. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó tỷ lệ của lượng của phân đoạn có chiều dày phiên không lớn hơn 4,2nm so với lượng của phân đoạn có chiều dày phiên từ lớn hơn 5,0nm đến không lớn hơn 6,1nm nằm trong khoảng

từ 0,85 đến 1,15, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,90 đến 1,10 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,95 đến 1,05.

7. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này là copolyme của etylen và 1-buten.

8. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 915,0 đến 925,0 kg/m³, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 917,0 đến 923,5kg/m³ và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 919,0 đến 922,0 kg/m³.

9. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này chứa hai phân đoạn copolyme etylen khác nhau về khối lượng phân tử của chúng, trong đó tỷ lệ khối lượng của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử thấp và phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao trong copolyme etylen tỷ trọng thấp mạch thẳng đa hình thái này nằm trong khoảng từ 25,0:75,0 đến 44,0:56,0, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 30,0:70,0 đến 42,0:58,0 vẫn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 35,0:65,0 đến 40,5:59,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 37,5:62,5 đến 40,0 đến 60,0.

10. Chế phẩm polyetylen theo điểm 9, trong đó tỷ lệ số lượng của các mạch nhánh chuỗi ngắn/1000 nguyên tử cacbon (SCB/1000 C) trong chuỗi polyme của phân đoạn copolyme etylen khối lượng phân tử cao nằm trong khoảng từ 15,0 đến 35,0%, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 16,0 đến 32,5% và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 17,5 đến 30,0%.

11. Chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chế phẩm polyetylen này có tốc độ dòng nóng chảy MFR₅ (5kg, 190°C) nằm trong khoảng từ 0,40 đến 0,85g/10 phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,50 đến 0,80g/10 phút và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,55 đến 0,70g/10 phút.

12. Vật phẩm chứa chế phẩm polyetylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11.

13. Vật phẩm theo điểm 12, trong đó vật phẩm này là màng có độ bền va đập DDI ít nhất bằng 250g, tốt hơn nếu ít nhất bằng 300g, tốt nhất nếu ít nhất bằng 400g, khi được đo theo tiêu chuẩn ISO 7765-1 trên màng thổi có kích cỡ bằng 40µm.

14. Vật phẩm theo điểm 12 hoặc 13, trong đó vật phẩm này là màng có độ đàn hồi kéo (1% độ đàn hồi cắt, MD) ít nhất bằng 275 MPa, tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 300 MPa, tốt nhất nếu ít nhất bằng 315 MPa, khi được đo theo tiêu chuẩn ISO 527-3 trên màng thổi có kích cỡ bằng 40 μ m.

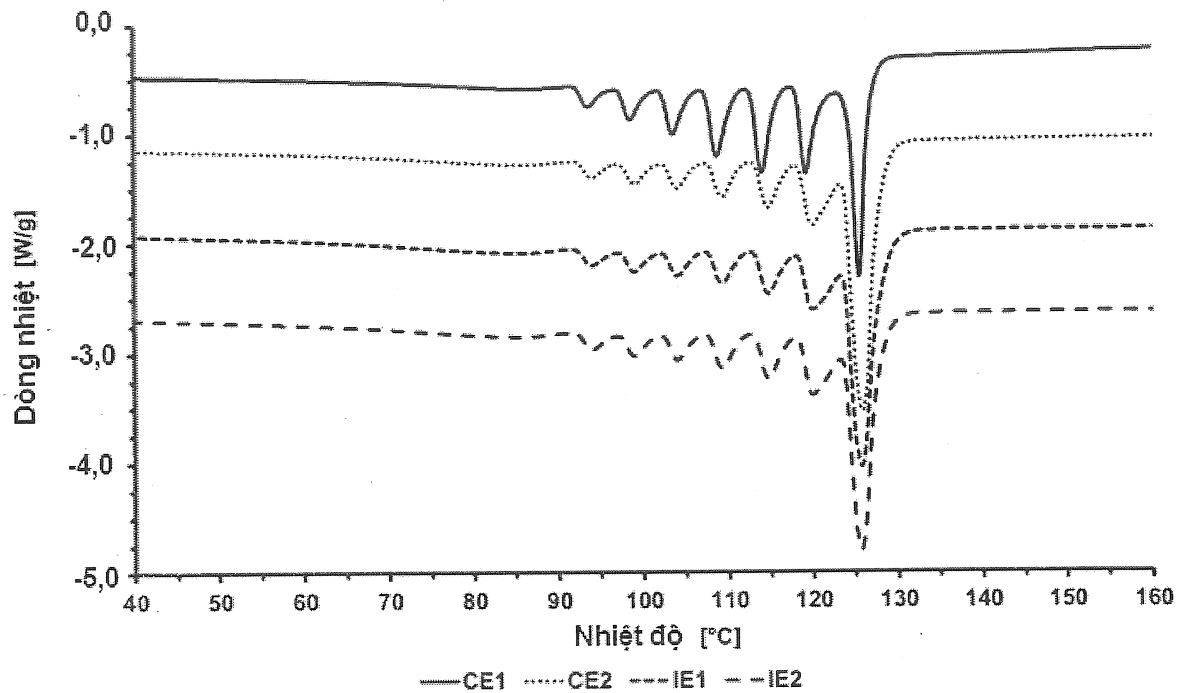


Fig.1

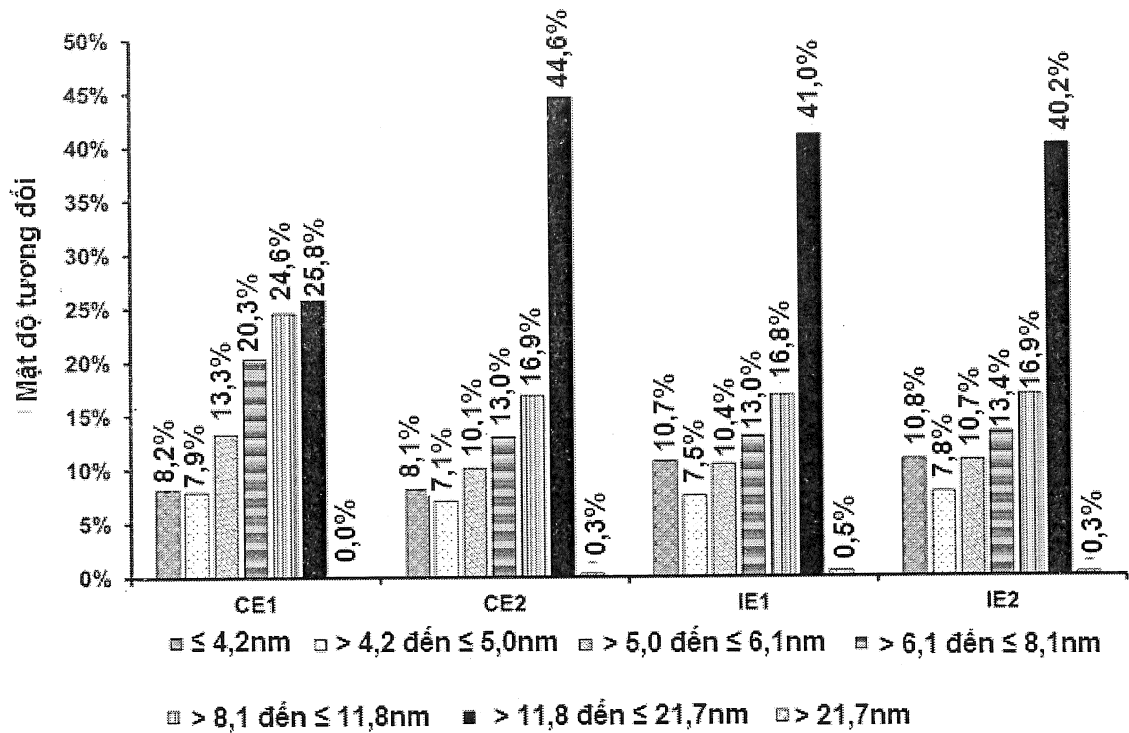
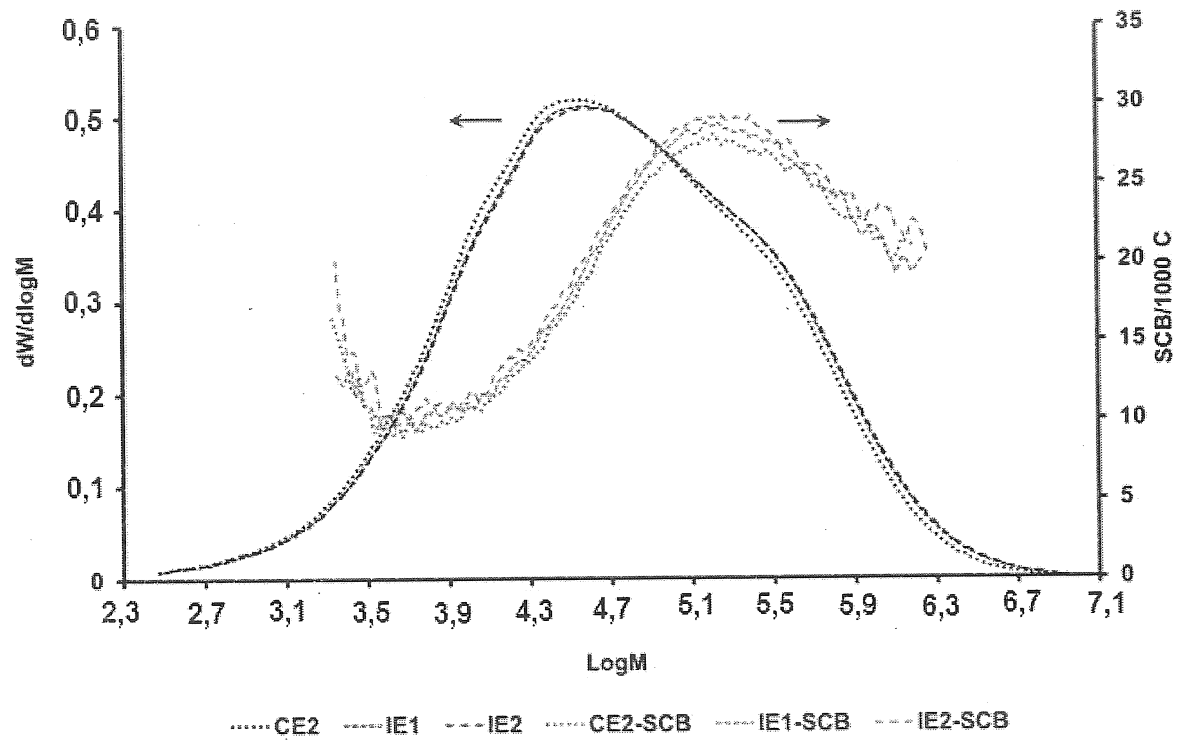


Fig.2

**Fig.3**