



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0051884

(51)^{2020.01} C08L 23/12; C08F 210/06

(13) B

(21) 1-2021-05028

(22) 24/01/2020

(86) PCT/EP2020/051721 24/01/2020

(87) WO2020/152315 30/07/2020

(30) 19153730.7 25/01/2019 EP

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/11/2021 404A

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

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

2. BOREALIS AG (AT)

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

(72) MILEVA, Daniela (BG); KAHLEN, Susanne (AT); GRESTENBERGER, Georg (AT); JERABEK, Michael (AT); SAGEDER, Anton (AT); LUMMERSTORFER, Thomas (AT); KNIESEL, Claudia (AT).

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

(54) CHẾ PHẨM POLYPROPYLEN CÓ THỂ TẠO BỌT VÀ BỘ PHẬN ĐÃ ĐƯỢC
TẠO BỌT BAO GỒM CHẾ PHẨM NÀY

(21) 1-2021-05028

- (57)** Sáng chế đề cập đến chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 3 đến 10 g/10 phút và ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bọt hóa học và vật lý. Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) này để sản xuất bộ phận đã được tạo bọt cũng như bộ phận đã được tạo bọt bao gồm chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 3 đến 10 g/10 phút và ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bọt hóa học và vật lý. Hơn nữa, sáng chế đề cập đến việc sử dụng chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) này để sản xuất bộ phận đã được tạo bọt cũng như bộ phận đã được tạo bọt bao gồm chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhu cầu gần đây đối với chất dẻo trong ngành công nghiệp ô tô đang hướng tới việc giảm trọng lượng với việc bảo toàn profin các đặc tính cơ học, particularly độ cứng và độ bền, và vẻ bề ngoài của bề mặt. Một phương pháp để chuẩn bị chế phẩm polypropylen có mật độ giảm là ứng dụng của các chế phẩm chứa chất độn vô cơ hoặc sợi thủy tinh. Tuy nhiên, việc giảm tỷ trọng bằng cách sử dụng các hợp chất polypropylen đã được nạp chất độn vô cơ hoặc gia cố bằng sợi thủy tinh sợi thủy tinh bị hạn chế. Do đó, bước tiếp theo có thể thực hiện để hỗ trợ giảm trọng lượng hơn nữa là tạo bọt trong bước chuyển đổi ép phun có thể được áp dụng cho các bộ phận ô tô không nhìn thấy và nhìn thấy được. Bộ phận đã được tạo bọt có ưu điểm là tỷ trọng giảm nhưng nhược điểm là bề mặt và đặc tính cơ học kém. Do đó, phần lớn bộ phận đã được tạo bọt không được sử dụng cho các ứng dụng nội thất / ngoại thất có thể nhìn thấy do vẻ bề ngoài của bề mặt không đồng nhất và/hoặc sự cân bằng độ bền/độ cứng kém.

Do đó, trong lĩnh vực kỹ thuật này cần có chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt tạo ra profin đặc tính cơ học tuyệt vời về sự cân bằng độ bền/độ cứng kèm với vẻ bề ngoài của bề mặt tuyệt vời trong bộ phận đã được tạo bọt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm polypropylen có thể tạo bột tạo ra sự cân bằng tốt của đặc tính cơ học về sự cân bằng độ bền/độ cứng và về bề ngoài của bề mặt tuyệt vời trong bộ phận đã được tạo bột.

Phát hiện của sáng chế chính là chế phẩm bao gồm polypropylen dị pha và ít nhất một tác nhân tạo bột (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bột hóa học và vật lý rất thích hợp để điều chế bộ phận đã được tạo bột có sự cân bằng tốt của đặc tính cơ học về sự cân bằng độ bền/độ cứng và về bề ngoài của bề mặt tuyệt vời trong bộ phận đã được tạo bột.

Theo đó, sáng chế đề cập đến chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C), bao gồm:

- a) copolyme propylen dị pha (HECO1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 3 đến 10 g/10 phút và phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 10,0 đến 30,0% khối lượng, copolyme propylen dị pha (HECO1) này bao gồm:
 - i) nền (M1) là polyme propylen (PP1) và
 - ii) copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong nền này,
- b) homopolyme propylen (H-PP),
- c) tùy ý chất độn vô cơ (F), và
- d) ít nhất một tác nhân tạo bột (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bột hóa học và vật lý, theo đó chế phẩm (C) bao gồm:
 - i) 68,0 đến 96,99% khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO1),
 - ii) 3,0 đến 30,0% khối lượng của homopolyme propylen (H-PP),
 - iii) 0 đến 18,0% khối lượng của chất độn vô cơ (F), và
 - iv) 0,01 đến 4,0% khối lượng của tác nhân tạo bột (FA),
 tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Theo một phương án của sáng chế, copolyme propylen dị pha (HECO1) có i) hàm lượng comonome của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) $\leq 45,0\%$ mol, tốt hơn là $\leq 40,0\%$ mol, tốt hơn nữa là $\leq 39,0\%$ mol, và tốt nhất là $\leq 35,0\%$ mol, ví dụ, nằm trong khoảng từ 5,0 đến 40,0% mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20,0 và 39,0% mol,

tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 23,0 và 37,0% mol, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 25,0 và 35,0% mol, và/hoặc ii) độ nhớt trong (IV) của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) > 3,5 dl/g.

Theo phương án khác của sáng chế, còn bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm i) nền (M2) là polyme propylen (PP2) và ii) copolyme propylen đàn hồi (E2) được phân tán trong nền này.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, copolyme propylen dị pha (HECO2) có i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50 đến 120 g/10 phút, và/hoặc ii) phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 12,0 đến 35,0% khối lượng, và/hoặc iii) hàm lượng comonome của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 35,0 đến 65,0% mol, và/hoặc iv) độ nhớt trong (IV) của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) < 3,5 dl/g.

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột còn bao gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và/hoặc chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin.

Theo phương án khác của sáng chế, nền (M1) của copolyme propylen dị pha (HECO1) và/hoặc nền (M2) của copolyme propylen dị pha (HECO2) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50,0 đến 200,0 g/10 phút.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, homopolyme propylen (H-PP), tốt hơn là, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 40,0 đến 120,0 g/10 phút, và/hoặc ii) nhiệt độ nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 158 đến 168°C.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, chất độn vô cơ (F) là bột talc và/hoặc muội than.

Theo một phương án của sáng chế, tác nhân tạo bọt (FA) là tác nhân tạo bọt hóa học, tốt hơn là bicacbonat và hỗn hợp của axit xitric và bicacbonat.

Theo phương án khác của sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt có:

- i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40,0 g/10 phút, và/hoặc
- ii) độ bền va đập Charpy (NIS+23) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179-1eA:2000 ở +23°C là ít nhất 14 kJ/m², như nằm trong khoảng từ 14 đến 60 kJ/m², và/hoặc
- iii) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các tấm có độ dày mm là ít nhất 1300 MPa, như nằm trong khoảng từ 1300 đến 2600 MPa, và/hoặc
- iv) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 28 J, như nằm trong khoảng từ 28 đến 38 J.

Theo phương án khác nữa của sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) sau khi tạo bọt trên các tấm có độ dày 3 mm có:

- i) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 là ít nhất 800 MPa, như nằm trong khoảng từ 800 đến 1900 MPa, và/hoặc
- ii) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 10 J, như nằm trong khoảng từ 10 đến 28 J.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) như được xác định trong bản mô tả này để sản xuất bộ phận đã được tạo bọt.

Sáng chế còn đề xuất bộ phận đã được tạo bọt, tốt hơn là bộ phận của ô tô đã được tạo bọt, bao gồm chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) như được xác định trong bản mô tả này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả chi tiết hơn.

Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO1) bao gồm nền (M1) là polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong nền này. Do đó, nền (M1) chứa các hạt lẫn đã được phân tán (mịn) không phải là bộ phận của nền (M1) và các hạt lẫn này chứa copolyme propylen đàn hồi (E1). Thuật ngữ hạt lẫn chỉ ra rằng nền (M1) và hạt lẫn tạo thành các pha khác nhau như được xác định dưới đây.

Hơn nữa, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột theo sáng chế bao gồm ít nhất một tác nhân tạo bột (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bột hóa học và vật lý.

Cần hiểu rằng chế phẩm polypropylen có thể tạo bột tùy ý bao gồm homopolyme propylen (H-PP) và/hoặc chất độn vô cơ (F).

Theo đó, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm:

- i) 68,0 đến 96,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70,0 đến 84,98% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),
 - ii) 3,0 đến 30,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 23,0% khối lượng, của homopolyme propylen (H-PP),
 - iii) 0 đến 18,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 15,0% khối lượng, của chất độn vô cơ (F), và
 - iv) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 3,5% khối lượng, của tác nhân tạo bột (FA),
- tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến iv) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Ví dụ, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm,

- i) 73,0 đến 89,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 73,5 đến 84,98% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),

- ii) 10,0 đến 25,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 25,0% khối lượng, của homopolyme propylen (H-PP), và
- iii) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 3,5% khối lượng, của tác nhân tạo bọt (FA),
tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến iii) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Điều đó có nghĩa là, theo phương án này, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) không chứa chất độn vô cơ (F).

Theo cách khác, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) bao gồm chất độn vô cơ (F). Theo phương án này, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) bao gồm:

- i) 68,0 đến 93,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70,0 đến 84,98% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),
- ii) 3,0 đến 30,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 23,0% khối lượng, của homopolyme propylen (H-PP),
- iii) 3,0 đến 18,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 15,0% khối lượng, của chất độn vô cơ (F), và
- iv) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 3,5% khối lượng, của tác nhân tạo bọt (FA),
tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến iv) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) thu được bằng cách phối trộn nóng chảy copolyme propylen dị pha thứ nhất (HECO1) bao gồm nền (M1) là polyme propylen (PP1) và pha đã được phân tán là copolyme propylen đàn hồi (E1), homopolyme propylen (H-PP) tùy ý, chất độn vô cơ (F) tùy ý, và tác nhân tạo bọt (FA).

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) còn bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO2) khác với copolyme propylen dị pha (HECO1).

Copolyme propylen dị pha (HECO2) này bao gồm nền (M2) là polyme propylen (PP2) và copolyme propylen đàn hồi (E2) được phân tán trong nền này. Do đó, nền (M2) chứa các hạt lẫn đã được phân tán (mịn) không phải là bộ phận của nền (M2) và các hạt lẫn này chứa copolyme propylen đàn hồi (E2).

Do đó, trong trường hợp chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO2), chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm hệ thống dị pha bao gồm nền (M) được tạo thành bởi polyme propylen (PP1) và polyme propylen (PP2), và copolyme propylen đàn hồi (E1) thứ nhất và copolyme propylen đàn hồi (E2) thứ hai được phân tán trong nền (M) này. Do đó, nền (M) chứa các hạt lẫn đã được phân tán (mịn) không phải là bộ phận của nền (M) và các hạt lẫn này chứa copolyme propylen đàn hồi (E1) và copolyme propylen đàn hồi (E2).

Nếu chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO2), tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) còn bao gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và/hoặc chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin, tốt hơn nữa là polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin.

Theo phương án này, do đó tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm:

- i) 13,0 đến 52,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 32,99% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),
- ii) 40,0 đến 60,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40,0 đến 50,0% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO2),
- iii) 2,0 đến 10,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 8,0% khối lượng, của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE),

- iv) 5,0 đến 15,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 10,0% khối lượng, của chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin,
 - v) 0 đến 18,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 15,0% khối lượng, của chất độn vô cơ (F), và
 - vi) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 3,5% khối lượng, của tác nhân tạo bọt (FA),
- tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến vi) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Ví dụ, do đó tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) bao gồm:

- i) 13,0 đến 52,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 32,99% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),
 - ii) 40,0 đến 60,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40,0 đến 50,0% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO2),
 - iii) 2,0 đến 10,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 8,0% khối lượng, của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE),
 - iv) 5,0 đến 15,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 10,0% khối lượng, của chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin, và
 - v) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 3,5% khối lượng, của tác nhân tạo bọt (FA),
- tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến v) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Điều đó có nghĩa là, theo phương án này, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) không chứa chất độn vô cơ (F).

Theo cách khác, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm chất độn vô cơ (F). Theo phương án này, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm:

- i) 13,0 đến 52,99% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 32,99% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO1),
 - ii) 40,0 đến 60,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40,0 đến 50,0% khối lượng, của copolyme propylen dị pha (HECO2),
 - iii) 2,0 đến 10,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 8,0% khối lượng, của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE),
 - iv) 5,0 đến 15,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 10,0% khối lượng, của chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin,
 - vi) 3 đến 18,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 15,0% khối lượng, của chất độn vô cơ (F), và
 - vi) 0,01 đến 4,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 1,5% khối lượng, của tác nhân tạo bột (FA),
- tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).

Cần hiểu rằng lượng cho các thành phần i) đến vi) trong chế phẩm polypropylen (C) được chọn trong các khoảng đã cho, để chúng bổ sung lên đến 100% khối lượng.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) chứa polyme propylen (PP1) và polyme propylen (PP2) tạo thành nền (M) với tỷ lệ 1:1 đến 1:3 và copolyme propylen đàn hồi (E1) và copolyme propylen đàn hồi (E2) với tỷ lệ 1:1 đến 1:3.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) thu được bằng cách phối trộn nóng chảy copolyme propylen dị pha thứ nhất (HECO1) bao gồm nền (M1) là polyme propylen (PP1) và pha đã được phân tán là copolyme propylen đàn hồi (E1), copolyme propylen dị pha thứ hai (HECO2) bao gồm nền (M2) là polyme propylen (PP2) và pha đã được phân tán là copolyme propylen đàn hồi (E2), chất độn vô cơ (F) tùy ý, ít nhất một tác nhân tạo bột (FA), tùy ý polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và tùy ý chất dẻo nhiệt rắn (PL). Phối trộn nóng chảy copolyme propylen dị pha thứ nhất (HECO1) này và copolyme propylen dị pha thứ hai (HECO2) này dẫn đến hệ thống dị

pha trong đó polyme propylen (PP1) và polyme propylen (PP2) tạo thành nền (M) và copolyme propylen đàn hồi (E1) và copolyme propylen đàn hồi (E2) tạo thành pha đã được phân tán.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế bao gồm dưới dạng các thành phần polyme chỉ là copolyme propylen dị pha (HECO1), homopolyme propylen (H-PP) tùy ý, copolyme propylen dị pha (HECO2) tùy ý, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) tùy ý và chất dẻo nhiệt rắn (PL) tùy ý. Nói cách khác, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) có thể chứa các chất phụ gia khác nữa chứ không phải polyme khác với lượng vượt quá 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là vượt quá 3,0% khối lượng, như vượt quá 1,0% khối lượng, tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C). Một polyme bổ sung có thể có mặt với lượng thấp như vậy là polyetylen là sản phẩm phụ phản ứng thu được bằng cách điều chế chế phẩm polypropylen (C). Theo đó, đặc biệt đánh giá cao rằng chế phẩm polypropylen (C) theo sáng chế chỉ chứa copolyme propylen dị pha (HECO1), homopolyme propylen (H-PP) tùy ý, copolyme propylen dị pha (HECO2) tùy ý, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) tùy ý, chất dẻo nhiệt rắn (PL) tùy ý và tùy ý polyetylen với các lượng như được đề cập trong đoạn này.

Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế có thể bao gồm chất phụ gia (AD).

Theo đó, tốt hơn là chế phẩm polypropylen (C) còn bao gồm 0,0 đến 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,05 đến 4,0% khối lượng, còn tốt hơn nữa là 0,1 đến 3,0% khối lượng của chất phụ gia (AD), tính theo tổng khối lượng của chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C). Chất phụ gia (AD) được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) trước khi tạo bột có tốc độ dòng nóng chảy vừa phải. Do đó, tốt hơn là, tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 của chế phẩm polypropylen (C) nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40,0 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,0 đến 35,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 28,0 g/10 phút, như nằm trong khoảng từ 5,0 đến 23,0 g/10 phút.

Hơn nữa, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt được đặc trưng bởi môđun uốn khá cao được xác định trên mẫu đúc phun nhỏ gọn (không bọt). Theo đó, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) có môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các tấm có độ dày mm là ít nhất 1300 MPa, như nằm trong khoảng từ 1300 đến 2600 MPa.

Ngoài ra hoặc theo cách khác với đoạn nêu trên, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt có độ bền va đập Charpy (NIS+23) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179-1eA:2000 ở +23°C là ít nhất 14 kJ/m², như nằm trong khoảng từ 14 đến 60 kJ/m².

Ngoài ra hoặc theo cách khác với đoạn nêu trên, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt có năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 28 J, như nằm trong khoảng từ 28 đến 38 J.

Do đó, tốt hơn là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt có:

- i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40,0 g/10 phút, và/hoặc
- ii) độ bền va đập Charpy (NIS+23) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179-1eA:2000 ở +23°C là ít nhất 14 kJ/m², như nằm trong khoảng từ 14 đến 60 kJ/m², và/hoặc
- iii) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các tấm có độ dày mm là ít nhất 1300 MPa, như nằm trong khoảng từ 1300 đến 2600 MPa, và/hoặc
- iv) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 28 J, như nằm trong khoảng từ 28 đến 38 J.

Ví dụ, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) trước khi tạo bọt có:

- i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40,0 g/10 phút, và

- ii) độ bền va đập Charpy (NIS+23) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179-1eA:2000 ở +23°C là ít nhất 14 kJ/m², như nằm trong khoảng từ 14 đến 60 kJ/m², và
- iii) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các tấm có độ dày mm là ít nhất 1300 MPa, như nằm trong khoảng từ 1300 đến 2600 MPa, và
- iv) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 28 J, như nằm trong khoảng từ 28 đến 38 J.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) sau khi tạo bọt trên các tấm có độ dày 3 mm có môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 là ít nhất 800 MPa, như nằm trong khoảng từ 800 đến 1900 MPa.

Ngoài ra hoặc theo cách khác, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) sau khi tạo bọt trên các tấm có độ dày 3 mm có năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 10 J, như nằm trong khoảng từ 10 đến 28 J.

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) sau khi tạo bọt trên các tấm có độ dày 3 mm có môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 là ít nhất 800 MPa, như nằm trong khoảng từ 800 đến 1900 MPa, và năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 10 J, như nằm trong khoảng từ 10 đến 28 J.

Dưới đây, các thành phần đơn lẻ của chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) được mô tả chi tiết hơn.

Copolymer propylen dị pha (HECO1)

Chế phẩm polypropylen (C) theo sáng chế bao gồm copolymer propylen dị pha (HECO1).

Copolymer propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế bao gồm nền (M1) là polymer propylen (PP1) và được phân tán trong đó copolymer propylen đàn hồi là copolymer propylen đàn hồi (E1). Do đó, nền (M1) chứa các hạt lẫn đã được phân tán

(mịn) không phải là bộ phận của nền (M1) và các hạt lẫn này chứa copolyme propylen đàn hồi (E1). Thuật ngữ hạt lẫn chỉ ra rằng nền (M1) và hạt lẫn tạo thành các pha khác nhau trong copolyme propylen dị pha (HECO1). Sự có mặt của các pha thứ hai hoặc cái được gọi là hạt lẫn, ví dụ, có thể nhìn thấy bằng kính hiển vi có độ phân giải cao, như kính hiển vi điện tử hoặc kính hiển vi lực nguyên tử, hoặc chúng có thể được phát hiện bằng phân tích nhiệt cơ học động (DMTA). Đặc biệt, trong DMTA sự có mặt của một cấu trúc nhiều pha có thể được xác định bằng sự có mặt của ít nhất hai nhiệt độ chuyển tiếp thủy tinh khác nhau.

Theo đó, tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế bao gồm:

- (a) polyme propylen (PP1) (bán) kết tinh dưới dạng nền (M1) và
- (b) copolyme propylen đàn hồi (E1).

Tốt hơn là, tỷ lệ khối lượng giữa polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1) [PP1/E1] của copolyme propylen dị pha (HECO1) nằm trong khoảng từ 90/10 đến 40/60, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 85/15 đến 45/55, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 83/17 đến 50/50, như nằm trong khoảng từ 75/25 đến 60/40.

Tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế chỉ bao gồm dưới dạng các thành phần polyme polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1). Nói cách khác, copolyme propylen dị pha (HECO1) có thể chứa các chất phụ gia khác nữa chứ không phải polyme khác với lượng vượt quá 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là vượt quá 3,0% khối lượng, như vượt quá 1,0% khối lượng, tính theo tổng lượng copolyme propylen dị pha (HECO1). Một polyme bổ sung có thể có mặt với lượng thấp như vậy là polyetylen là sản phẩm phụ phản ứng thu được bằng cách điều chế copolyme propylen dị pha (HECO1). Theo đó, đặc biệt đánh giá cao rằng copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế chỉ chứa polyme propylen (PP1), copolyme propylen đàn hồi (E1) và tùy ý polyetylen với các lượng như được đề cập trong đoạn này.

Copolyme propylen dị pha (HECO1) ứng dụng theo sáng chế được đặc trưng bởi tốc độ dòng nóng chảy khá thấp. Theo đó, copolyme propylen dị pha (HECO1) có

tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) nằm trong khoảng từ 3,0 đến 10,0 g/10 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 9,0 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 8,0 g/10,0 phút.

Tốt hơn là, mong muốn rằng copolyme propylen dị pha (HECO1) ổn định nhiệt về mặt cơ học. Theo đó, cần hiểu rằng copolyme propylen dị pha (HECO1) có nhiệt độ nóng chảy là ít nhất 162°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 163 đến 167°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 163 đến 165°C.

Copolyme propylen dị pha (HECO1) cũng bao gồm ngoài comonome propylen. Tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) bao gồm ngoài propylen etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin. Theo đó, thuật ngữ “copolyme propylen” theo sáng chế được hiểu là polypropylen bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, các đơn vị có nguồn gốc từ:

- (a) propylen
- và
- (b) etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin.

Do đó, copolyme propylen dị pha (HECO1), tức là polyme propylen (PP1) cũng như copolyme propylen đàn hồi (E1), có thể bao gồm monome có thể copolyme hóa với propylen, ví dụ, comonome như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monome có thể copolyme hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn, copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Theo phương án được ưu tiên, copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen. Còn tốt hơn nữa là polyme propylen (PP1) cũng như copolyme propylen đàn hồi (E1) của copolyme propylen dị pha (HECO1) chứa cùng comonome, như etylen.

Ngoài ra, cần hiểu rằng copolyme propylen dị pha (HECO1) Tốt hơn là, có tổng hàm lượng comonome khá cao, tốt hơn là, hàm lượng etylen. Do đó, tốt hơn là, hàm lượng comonome của copolyme propylen dị pha (HECO1) nằm trong khoảng từ 4,0

đến 40,0% mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 35% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6,0 đến 13,0% mol.

Phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) được đo theo tiêu chuẩn theo tiêu chuẩn ISO 16152 (25°C) của copolyme propylen dị pha (HECO1) nằm trong khoảng từ 10,0 đến 30,0% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 30,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20,0 đến 30,0% khối lượng, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 23,0 đến 30,0% khối lượng.

Cần hiểu tiếp rằng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO1) được chỉ rõ bởi độ nhớt trong của nó. Giá trị độ nhớt trong (IV) thấp phản ánh trọng lượng phân tử trung bình khối thấp. Đối với sáng chế, cần hiểu rằng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO1) có độ nhớt trong (IV) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1628/1 (ở 135°C trong decalin) > 3,5 dl/g. Tốt hơn nữa là, phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO1) có độ nhớt trong (IV) nằm trong khoảng từ > 3,5 đến 9,0 dl/g, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3,7 đến 8,5 dl/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,9 đến 8,0 dl/g.

Ngoài ra, tốt hơn là, hàm lượng comonome, tức là hàm lượng etylen, của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO1) là $\leq 45,0\%$ mol, tốt hơn là $\leq 40,0\%$ mol, tốt hơn nữa là $\leq 39,0\%$ mol, và tốt nhất là $\leq 35,0\%$ mol. Ví dụ, copolyme propylen dị pha (HECO1) có hàm lượng comonome của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 5,0 đến 40,0% mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20,0 và 39,0% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 23,0 và 37,0% mol, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 25,0 và 35,0% mol. Comonome có mặt trong phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) là các comonome được xác định trên đây đối với lần lượt polyme propylen (M1) và copolyme propylen đàn hồi (E1). Theo một phương án được ưu tiên, comonome chỉ là etylen.

Copolyme propylen dị pha (HECO1) có thể còn được xác định tiếp bởi các thành phần riêng lẻ của nó, tức là polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1).

Polyme propylen (PP1) có thể là copolyme propylen hoặc homopolyme propylen, homopolyme propylen được ưu tiên.

Trong trường hợp polyme propylen (PP1) là copolyme propylen, polyme propylen (PP1) bao gồm monome có thể copolyme hóa với propylen, ví dụ, comonome như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt etylen và/hoặc C₄-C₆ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, polyme propylen (PP1) theo sáng chế bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monome có thể copolyme hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn, polyme propylen (PP1) theo sáng chế bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Theo phương án được ưu tiên polyme propylen (PP1) bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen.

Polyme propylen (PP1) theo sáng chế có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C/2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50 đến 200 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 180 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 120 g/10 phút.

Như được đề cập trên đây, copolyme propylen dị pha (HECO1) được đặc trưng bởi hàm lượng comonome thấp. Theo đó, hàm lượng comonome của polyme propylen (PP1) nằm trong khoảng từ 0,0 đến 5,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 3,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 1,0% mol. Đặc biệt tốt hơn là, polyme propylen (PP1) là homopolyme propylen.

Tốt hơn là, polyme propylen (PP1) bao gồm ít nhất hai phân đoạn polyme, như hai hoặc bphân đoạn polyme, tất cả chúng đều là homopolyme propylen. Polyme propylen (PP1) thậm chí được ưu tiên hơn nữa bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, phân đoạn homopolyme propylen thứ nhất (H-PP1a) và phân đoạn homopolyme propylen thứ hai (H-PP1b).

Tốt hơn là, phân đoạn homopolyme propylen thứ nhất (H-PP1a) và phân đoạn homopolyme propylen thứ hai (H-PP1b) khác nhau về tốc độ dòng nóng chảy.

Theo đó, một trong các phân đoạn homopolyme propylen (H-PP1a) và (H-PP1b) của polyme propylen (PP1) là phân đoạn tốc độ dòng nóng chảy MFR2 thấp ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) và phân đoạn kia là phân đoạn tốc độ dòng nóng chảy MFR2 cao ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$), trong đó phân đoạn dòng nóng chảy thấp và phân đoạn dòng nóng chảy cao còn đáp ứng phương trình (I), tốt hơn nữa là trong phương trình (Ia), còn tốt hơn nữa là trong phương trình (Ib),

$$\frac{MFR(\text{cao})}{MFR(\text{thấp})} \geq 2,0 \quad (\text{I}),$$

$$8,0 \geq \frac{MFR(\text{cao})}{MFR(\text{thấp})} \geq 2,5 \quad (\text{Ia}),$$

$$5,0 \geq \frac{MFR(\text{cao})}{MFR(\text{thấp})} \geq 3,5 \quad (\text{Ib}),$$

trong đó MFR (cao) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) [g/10 phút] của phân đoạn homopolyme propylen với tốc độ dòng nóng chảy MFR2 cao hơn ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) và MFR (thấp) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) [g/10 phút] của phân đoạn homopolyme propylen với tốc độ dòng nóng chảy MFR2 thấp hơn ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$).

Tốt hơn là, phân đoạn copolyme propylen thứ nhất (H-PP1a) là phân đoạn copolyme ngẫu nhiên với tốc độ dòng nóng chảy MFR2 cao hơn ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) và phân đoạn copolyme propylen thứ hai (H-PP1b) là phân đoạn copolyme ngẫu nhiên với tốc độ dòng nóng chảy MFR2 thấp hơn ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$).

Theo đó, tốt hơn là, phân đoạn homopolyme propylen thứ nhất (H-PP1a) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) nằm trong khoảng từ 90 đến 160 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 150 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 120 đến 140 g/10 phút và/hoặc phân đoạn homopolyme propylen thứ hai (H-PP1b) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 ($230^{\circ}\text{C}/2,16\text{ kg}$) nằm trong khoảng từ 10 đến 39 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 17 đến 32 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 22 đến 27 g/10 phút.

Hơn nữa, tốt hơn là tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ phân đoạn homopolyme propylen thứ nhất (H-PP1a) và phân đoạn homopolyme propylen thứ hai (H-PP1b) nằm trong khoảng từ 20:80 đến 80:20, tốt hơn nữa là từ 75:25 đến 25:75, còn tốt hơn nữa là từ 55:45 đến 45:55.

Tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) bao gồm từ 60 đến 95% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 70 đến 90% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 72 đến 87% khối lượng của polyme propylen (PP1), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO1).

Ngoài ra, tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) bao gồm từ 5 đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 10 đến 30% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 13 đến 28% khối lượng của copolyme propylen đàn hồi (E1), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO1).

Do đó, cần hiểu rằng tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) bao gồm, tốt hơn nữa là cấu thành bởi, từ 60 đến 95% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 70 đến 90% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 72 đến 87% khối lượng của polyme propylen (PP1) và từ 5 đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 10 đến 30% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 13 đến 28% khối lượng của copolyme propylen đàn hồi (E1), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO1).

Theo đó, thành phần khác nữa của copolyme propylen dị pha (HECO1) là copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong nền (M1) là polyme propylen (PP1). Liên quan đến comonome được sử dụng trong copolyme propylen đàn hồi (E1) đã đề cập đến thông tin cung cấp cho copolyme propylen dị pha thứ nhất (HECO1). Theo đó, copolyme propylen đàn hồi (E1) bao gồm monome có thể copolyme hóa với propylen, ví dụ, comonome như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt etylen và/hoặc C₄-C₆ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, copolyme propylen đàn hồi (E1) bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monome có thể copolyme hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn, copolyme propylen đàn hồi (E1) bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Do đó, theo phương án được ưu tiên đặc biệt, copolyme propylen đàn hồi (E1) bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen.

Tốt hơn là, hàm lượng comonome của copolyme propylen đàn hồi (E1) nằm trong khoảng từ 15,0 đến 55,0% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20,0 đến 50,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25,0 đến 40,0% mol.

Copolyme propylen dị pha (HECO1) được xác định trong sáng chế có thể chứa lên đến 5,0% khối lượng của chất phụ gia, như tác nhân tạo nhân và chất chống oxy hóa, cũng như chất trượt và chất chống tắc nghẽn. Tốt hơn là, hàm lượng chất phụ gia (không có tác nhân tạo nhân α) thấp hơn 3,0% khối lượng, như thấp hơn 1,0% khối lượng.

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, copolyme propylen dị pha (HECO1) chứa tác nhân tạo nhân α .

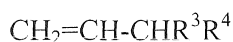
Theo sáng chế tác nhân tạo nhân alpha không phải là chất phụ gia (AD).

Tốt hơn là, tác nhân tạo nhân alpha được chọn từ nhóm bao gồm:

- (i) muối của axit monocarboxylic và axit polycarboxylic, ví dụ, natri benzoat hoặc nhôm tert-butylbenzoat, và
- (ii) dẫn xuất dibenzylidensorbitol (ví dụ, 1,3 : 2,4 dibenzylidensorbitol) và dibenzylidensorbitol được thế C_1 - C_8 -alkyl, như metyldibenzylidensorbitol, etyldibenzylidensorbitol hoặc dimetyldibenzylidensorbitol (ví dụ, 1,3 : 2,4 di(metylbenzyliden) sorbitol), hoặc dẫn xuất nonitol được thế, như 1,2,3,-trideoxy-4,6:5,7-bis-O-[(4-propylphenyl)metylen]-nonitol, và
- (iii) muối của dieste của axit phosphoric, ví dụ, natri 2,2'-metylenbis (4,6-di-tert-butylphenyl) phosphat hoặc nhôm-hydroxy-bis[2,2'-metylen-bis(4,6-di-tert-butylphenyl)phosphat], và
- (iv) polyme vinylxycloalkan hoặc polyme vinylalkan, và
- (v) hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là, tác nhân tạo nhân alpha chứa trong chế phẩm theo sáng chế là polyme vinylxycloalkan và/hoặc polyme vinylalkan, tốt hơn nữa là polyme vinylxycloalkan, như polyme vinylxyclohexan (VCH). Polyme vinyl xyclohexan (VCH) được ưu tiên đặc biệt là tác nhân tạo nhân α . Cần hiểu rằng lượng

vinylxycloalkan, như vinylxyclohexan (VCH), polymer và/hoặc polyme vinylalkan, tốt hơn nữa là polyme vinylxyclohexan (VCH), trong chế phẩm không lớn hơn 500 ppm, tốt hơn là, không lớn hơn 200 ppm, tốt hơn nữa là không lớn hơn 100 ppm, như nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500 ppm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 200 ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 100 ppm. Hơn nữa, cần hiểu rằng polyme vinylxycloalkan và/hoặc polyme vinylalkan được đưa vào chế phẩm bằng công nghệ BNT. Đối với công nghệ BNT tham khảo các Công bố đơn quốc tế số WO 99/24478, WO 99/24479 và đặc biệt là WO 00/68315. Theo công nghệ này, hệ thống xúc tác, tốt hơn là, chất tiền xúc tác Ziegler-Natta, có thể được cải biến bằng cách polyme hóa hợp chất vinyl với sự có mặt của hệ thống xúc tác, bao gồm cụ thể là chất tiền xúc tác Ziegler-Natta đặc biệt, chất cho bên ngoài và chất đồng xúc tác, hợp chất vinyl có công thức:



trong đó R^3 và R^4 cùng tạo thành vòng bão hòa, không bão hòa hoặc thơm có 5 hoặc 6 cạnh hoặc độc lập là nhóm alkyl bao gồm 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và chất xúc tác đã được cải biến tốt hơn là được sử dụng để điều chế chế phẩm dị pha (HECO) có mặt trong chế phẩm polypropylen đã được cải biến (mPP). Hợp chất vinyl đã được polyme hóa hoạt động như tác nhân tạo nhân alpha. Tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất vinyl và thành phần xúc tác rắn trong bước cải biến của chất xúc tác tốt hơn là lên đến 5 (5:1), tốt hơn nữa là lên đến 3 (3:1), như nằm trong khoảng từ 0,5 (1:2) đến 2 (2:1).

Các tác nhân tạo nhân như vậy có sẵn trên thị trường và được mô tả, ví dụ, trong "Plastic Additives Handbook", 5th edition, 2001 của Hans Zweifel (trang 967 đến 990).

Copolyme propylen dị pha (HECO1) có thể được sản xuất bằng cách phối trộn polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1). Tuy nhiên, tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) được sản xuất trong quy trình bước tuần tự, bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng theo cấu hình nối tiếp và vận hành ở các điều kiện phản ứng khác nhau. Kết quả là, mỗi phân đoạn điều chế trong thiết bị phản ứng cụ thể có thể có phân bố trọng lượng phân tử riêng của nó và/hoặc phân bố hàm lượng comonome.

Theo đó, tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO1) được sản xuất bằng quy trình polyme hóa tuần tự bao gồm các bước:

- (a) polyme hóa propylen và tùy ý ít nhất một etylen và/hoặc C_4-C_{12} α -olefin trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) thu được phân đoạn polypropylen thứ nhất của polyme propylen (PP1), tốt hơn là, phân đoạn polypropylen thứ nhất này là homopolyme propylen,
- (b) chuyển phân đoạn polypropylen thứ nhất vào thiết bị phản ứng thứ hai (R2),
- (c) polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) và với sự có mặt của phân đoạn polypropylen thứ nhất này propylen và tùy ý ít nhất một etylen và/hoặc C_4-C_{12} α -olefin thu được bằng cách ấy phân đoạn polypropylen thứ hai, tốt hơn là, phân đoạn polypropylen thứ hai này là homopolyme propylen thứ hai, phân đoạn polypropylen thứ nhất này và phân đoạn polypropylen thứ hai này tạo thành polyme propylen (PP1), tức là nền của copolyme propylen dị pha (HECO1),
- (d) chuyển polyme propylen (PP1) của bước (c) vào thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- (e) polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và với sự có mặt của polyme propylen (PP1) thu được trong bước (c) propylen và etylen để thu được phân đoạn copolyme propylen thứ nhất của copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong polyme propylen (PP1),
- (f) chuyển polyme propylen (PP1) và phân đoạn copolyme propylen thứ nhất của copolyme propylen đàn hồi (E1) vào thiết bị phản ứng thứ tư (R4),
- (g) polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4) và với sự có mặt của polyme propylen (PP1) và phân đoạn copolyme propylen thứ nhất của copolyme propylen đàn hồi (E1) propylen và etylen để thu được phân đoạn copolyme propylen thứ hai của copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong polyme propylen (PP1), polyme propylen (PP1) và copolyme propylen đàn hồi (E1) tạo thành copolyme propylen dị pha (HECO1).

Tất nhiên, trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) phân đoạn polypropylen thứ hai có thể được sản xuất và trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) phân đoạn polypropylen thứ nhất có thể thu được. Điều này cũng đúng đối với pha copolyme propylen đàn hồi.

Tốt hơn là, giữa thiết bị phản ứng thứ hai (R2) và thiết bị phản ứng thứ ba (R3) monome được bật ra.

Thuật ngữ “quy trình polyme hóa tuần tự” chỉ ra rằng copolyme propylen dị pha (HECO1) được sản xuất trong ít nhất hai, như ba hoặc bốn thiết bị phản ứng được nối tiếp. Theo đó, quy trình theo sáng chế bao gồm ít nhất thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) và thiết bị phản ứng thứ hai (R2), tốt hơn nữa là thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), thiết bị phản ứng thứ hai (R2), thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và thiết bị phản ứng thứ tư (R4). Thuật ngữ “thiết bị phản ứng polyme hóa” sẽ chỉ ra rằng quy trình polyme hóa chính xảy ra. Do đó, trong trường hợp quy trình cấu thành bởi bốn thiết bị phản ứng polyme hóa, xác định này không loại trừ tùy chọn rằng tổng thể quy trình bao gồm, ví dụ, bước polyme hóa sơ bộ trong thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ. Thuật ngữ “cấu thành bởi” chỉ là dạng thể hiện đồng theo quan điểm của thiết bị phản ứng polyme hóa chính.

Tốt hơn nếu, thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) và có thể là thiết bị phản ứng dạng thùng theo mẻ khuấy liên tục hoặc đơn giản hoặc thiết bị phản ứng dạng vòng vận hành với khối lượng lớn hoặc huyền phù đặc bất kỳ. Khối lượng lớn nghĩa là quá trình polyme hóa trong môi trường phản ứng bao gồm là ít nhất 60% (khối lượng/khối lượng) monome. Theo sáng chế, tốt hơn là, thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) là thiết bị phản ứng dạng vòng (LR) (khối lượng lớn).

Thiết bị phản ứng thứ hai (R2) có thể là thiết bị phản ứng huyền phù đặc, như thiết bị phản ứng dạng vòng, dưới dạng thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc theo cách khác thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Tốt hơn là, thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và thiết bị phản ứng thứ tư (R4) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Thiết bị phản ứng pha khí (GPR) như vậy có thể là thiết bị phản ứng tầng sôi hoặc được phối trộn cơ học bất kỳ. Tốt hơn là, thiết bị phản ứng pha khí (GPR) bao gồm thiết bị phản ứng tầng sôi được lắp cơ học với vận tốc khí là ít nhất 0,2 m/giây. Do đó, cần hiểu rằng tốt hơn là thiết bị phản ứng pha khí là thiết bị phản ứng dạng tầng sôi với thanh khuấy cơ học.

Do đó, theo phương án được ưu tiên thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), trong khi thiết bị phản ứng thứ hai (R2), thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và thiết bị phản ứng thứ tư (R4) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR). Theo đó, đối với quy trình theo sáng chế, ít nhất bốn, tốt hơn là, bốn thiết bị phản ứng polyme hóa, cụ thể là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), thiết bị phản ứng pha khí thứ nhất (GPR-1), thiết bị phản ứng pha khí thứ hai (GPR-2) và thiết bị phản ứng pha khí thứ ba (GPR-3) được nối nối tiếp được sử dụng. Nếu cần, trước thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ được đặt.

Theo phương án được ưu tiên khác, thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) và thiết bị phản ứng thứ hai (R2) là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), trong khi thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và thiết bị phản ứng thứ tư (R4) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR). Theo đó, đối với quy trình theo sáng chế ít nhất ba, tốt hơn là, bthiết bị phản ứng polyme hóa, cụ thể là hai thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như hai thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), và hai thiết bị phản ứng pha khí (GPR-1) và (GPR-2) được nối nối tiếp được sử dụng. Nếu cần, trước thiết bị phản ứng huyền phù đặc thứ nhất (SR) thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ được đặt.

Quy trình nhiều giai đoạn được ưu tiên là quy trình “pha khí vòng”, như được phát triển bởi Borealis A/S, Denmark (được gọi là công nghệ BORSTAR®) được mô tả, ví dụ, trong tài liệu sáng chế, như trong EP 0 887 379, WO 92/12182 WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 hoặc trong WO 00/68315.

Một quy trình pha huyền phù-khí phù hợp hơn nữa là quy trình Spheripol® của Basell.

Tốt hơn là, trong quy trình theo sáng chế để sản xuất copolyme propylen dị pha (HECO1) như được mô tả trên đây các điều kiện cho thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), tức là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), của bước (a) có thể là như sau:

- nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 110°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60°C và 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 68 và 95°C,
- áp suất nằm trong khoảng từ 20 bar đến 80 bar, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 bar đến 70 bar,
- hydro có thể được bổ sung để kiểm soát khối lượng phân tử theo cách đã biết thực chất.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng từ bước (a) được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ hai (R2), tức là thiết bị phản ứng pha khí (GPR-1), tức là vào bước (c), theo đó các điều kiện trong bước (c) tốt hơn là, như sau:

- nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 130°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60°C và 100°C,
- áp suất nằm trong khoảng từ 5 bar đến 50 bar, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 bar đến 35 bar,
- hydro có thể được bổ sung để kiểm soát khối lượng phân tử theo cách đã biết thực chất.

Thời gian ổn định có thể thay đổi trong ba vùng phản ứng.

Theo một phương án của quy trình để sản xuất polypropylen thời gian ổn định trong thiết bị phản ứng khối lượng lớn, ví dụ, chu trình nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,5 giờ, ví dụ, 0,15 đến 1,5 giờ và thời gian ổn định trong thiết bị phản ứng pha khí nói chung sẽ nằm trong khoảng từ 0,2 đến 6,0 giờ, như 0,5 đến 4,0 giờ.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng từ bước (c) được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ ba (R3), tức là thiết bị phản ứng pha khí (GPR-2) và, tùy ý, vào thiết bị phản ứng thứ tư (R4), tức là thiết bị phản ứng pha khí (GPR-3). Các điều kiện và thời gian ổn định trong các thiết bị phản ứng (R3) và/hoặc (R4) tốt hơn là, giống hệt với các điều kiện và thời gian ổn định trong thiết bị phản ứng (R2) như được nêu trong các đoạn nêu trên.

Nếu muốn, quá trình polyme hóa có thể được thực hiện theo cách đã biết trong các điều kiện siêu tới hạn trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), tức là trong thiết bị

phản ứng huyền phù đặc (SR), như trong thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), và/hoặc dưới dạng kiểu ngưng tụ trong thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Tốt hơn là, quy trình cũng bao gồm quá trình polyme hóa sơ bộ với hệ thống xúc tác, như được xác định chi tiết dưới đây, bao gồm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta, chất cho bên ngoài và tùy ý chất đồng xúc tác.

Theo phương án được ưu tiên, quá trình polyme hóa sơ bộ được thực hiện dưới dạng quá trình polyme hóa huyền phù đặc khối lượng lớn trong propylen lỏng, tức là pha lỏng chủ yếu bao gồm propylen, với một lượng nhỏ các chất phản ứng khác và tùy ý các thành phần trợ được hòa tan trong đó.

Phản ứng polyme hóa sơ bộ thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 45°C.

Áp suất trong thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ không quan trọng nhưng phải đủ cao để duy trì hỗn hợp phản ứng trong pha lỏng. Do đó, áp suất có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 100 bar, ví dụ, từ 30 đến 70 bar.

Các thành phần xúc tác tốt hơn là, tất cả được đưa vào bước polyme hóa sơ bộ. Tuy nhiên, khi thành phần xúc tác rắn (i) và chất đồng xúc tác (ii) có thể được nạp riêng biệt có thể là chỉ một phần của chất đồng xúc tác được đưa vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ và phần còn lại đưa vào các giai đoạn polyme hóa sau đó. Ngoài ra, trong những trường hợp như vậy, cần phải đưa nhiều chất đồng xúc tác vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ để thu được trong đó phản ứng polyme hóa đủ.

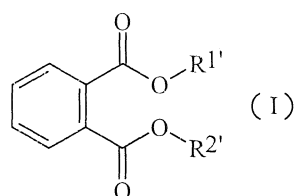
Cũng có thể bổ sung các thành phần khác vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ. Do đó, hydro có thể được bổ sung vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ để kiểm soát khối lượng phân tử của tiền polyme như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Hơn nữa, chất phụ gia chống tĩnh điện có thể được sử dụng để ngăn ngừa hạt khỏi kết dính với nhau hoặc vào thành của thiết bị phản ứng.

Việc kiểm soát chính xác các điều kiện polyme hóa sơ bộ và các thông số phản ứng nằm trong phạm vi hiểu biết của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Theo copolyme propylen dị pha (HECO1) theo sáng chế thu được bằng cách quy trình polyme hóa nhiều giai đoạn, như được mô tả trên đây, với sự có mặt của hệ thống xúc tác bao gồm dưới dạng thành phần (i) chất tiền xúc tác Ziegler-Natta chứa sản phẩm chuyển este hóa của rượu bậc thấp và este phtalic.

Chất tiền xúc tác được sử dụng theo sáng chế để điều chế chế phẩm dị pha (HECO1) được điều chế bằng cách

- a) cho sản phẩm phụ phun kết tinh hoặc nhũ tương hóa rắn của $MgCl_2$ và rượu C_1 - C_2 phản ứng với $TiCl_4$
- b) cho sản phẩm của giai đoạn a) phản ứng với dialkylphtalat có công thức (I):



trong đó $R^{1'}$ và $R^{2'}$ độc lập là ít nhất C_5 alkyl

trong các điều kiện trong đó este hóa giữa rượu C_1 - C_2 và dialkylphtalat có công thức (I) xảy ra để tạo thành chất cho bên trong

- c) rửa sản phẩm của giai đoạn b) hoặc
- d) tùy ý cho sản phẩm của bước c) phản ứng với $TiCl_4$ bổ sung.

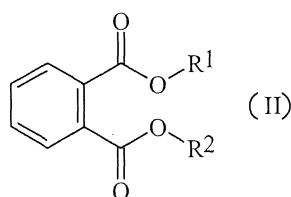
Chất tiền xúc tác được sản xuất như được xác định, ví dụ, trong các Công bố đơn sáng chế số 87/07620, WO 92/19653, WO 92/19658 và EP 0 491 566. Nội dung của các tài liệu này được đưa vào bản mô tả bằng cách viện dẫn.

Trước tiên, sản phẩm cộng của $MgCl_2$ và rượu C_1 - C_2 có công thức $MgCl_2 \cdot nROH$, trong đó R là metyl hoặc etyl và n bằng 1 đến 6, được tạo thành. Tốt hơn là, etanol được sử dụng làm rượu.

Sản phẩm cộng, trước tiên được làm nóng chảy và sau đó phun kết tinh hoặc nhũ tương hóa rắn, được sử dụng làm chất mang xúc tác.

Trong bước tiếp theo, sản phẩm phụ phun kết tinh hoặc nhũ tương hóa rắn có công thức $MgCl_2 \cdot nROH$, trong đó R là metyl hoặc etyl, tốt hơn là, etyl và n bằng 1 đến 6, đang tiếp xúc với $TiCl_4$ để tạo thành chất mang đã được titan hóa, tiếp theo là các bước

- bổ sung vào chất mang đã được titan hóa
 - (i) dialkylphthalat có công thức (I) $R^{1'}$ và $R^{2'}$ độc lập là ít nhất C_5 -alkyl, như ít nhất C_8 -alkyl, hoặc tốt hơn là,
 - (ii) dialkylphthalat có công thức (I) với $R^{1'}$ và $R^{2'}$ là giống nhau và là ít nhất C_5 -alkyl, như ít nhất C_8 -alkyl, hoặc tốt hơn nữa là
 - (iii) dialkylphthalat có công thức (I) được chọn từ nhóm bao gồm propylhexylphthalat (PrHP), dioctylphthalat (DOP), di-iso-dexylphthalat (DIDP), và ditridexylphthalat (DTDP), còn tốt hơn nữa là dialkylphthalat có công thức (I) là dioctylphthalat (DOP), như di-iso-octylphthalat hoặc diethylhexylphthalat, đặc biệt diethylhexylphthalat, để tạo thành sản phẩm thứ nhất,
- đưa sản phẩm thứ nhất vào các điều kiện este hóa thích hợp, tức là đến nhiệt độ trên $100^\circ C$, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 100 đến $150^\circ C$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 130 đến $150^\circ C$, sao cho metanol hoặc etanol được chuyển este hóa với các nhóm este này của dialkylphthalat có công thức (I) để tạo thành tốt hơn là, ít nhất 80% mol, tốt hơn nữa là 90% mol, tốt nhất là 95% mol, của dialkylphthalat có công thức (II):



với R^1 và R^2 là metyl hoặc etyl, tốt hơn là, etyl, dialkylphthalat có công thức (II) là chất cho bên trong và

- thu hồi sản phẩm este hóa này

- dưới dạng chế phẩm tiền xúc tác (thành phần (i)).

Sản phẩm cộng có công thức $MgCl_2 \cdot nROH$, trong đó R là metyl hoặc etyl và n bằng 1 đến 6, theo phương án được ưu tiên được làm nóng chảy và tốt hơn là sau khi được làm nóng chảy được bơm bằng khí vào dung môi đã được làm lạnh hoặc khí đã được làm lạnh, theo đó sản phẩm cộng được kết tinh thành một dạng có lợi về mặt hình thái, như được mô tả, ví dụ, trong WO 87/07620.

Tốt hơn là, sản phẩm cộng đã được kết tinh này được sử dụng làm chất mang xúc tác và phản ứng với chất tiền xúc tác hữu ích theo sáng chế như được mô tả trong WO 92/19658 và WO 92/19653.

Đối với phần cặn xúc tác được loại bỏ bằng cách chiết, sản phẩm cộng của chất mang đã được titan hóa và chất cho bên trong thu được, trong đó nhóm có nguồn gốc từ rượu este đã thay đổi.

Trong trường hợp duy trì đủ titan trên chất mang, nó sẽ hoạt động như phân tử hoạt tính của chất tiền xúc tác.

Nếu không, việc titan hóa được lặp lại sau xử lý trên đây để đảm bảo đủ nồng độ titan và do đó đủ hoạt tính.

Tốt hơn là, chất tiền xúc tác được sử dụng theo sáng chế chứa 2,5% khối lượng của titan tối đa, tốt hơn là, 2,2%% khối lượng tối đa và tốt hơn nữa là 2,0% khối lượng tối đa. Hàm lượng chất cho của nó tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4 đến 12% khối lượng và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6 đến 10% khối lượng.

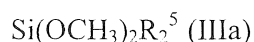
Tốt hơn nữa là, chất tiền xúc tác được sử dụng theo sáng chế đã được sản xuất bằng cách sử dụng etanol làm rượu và dioctylphtalat (DOP) làm dialkylphtalat có công thức (I), thu được diethyl phtalat (DEP) làm hợp chất cho bên trong.

Còn tốt hơn nữa là, chất xúc tác được sử dụng theo sáng chế là chất xúc tác như được mô tả trong phần ví dụ; đặc biệt với việc sử dụng dioctylphtalat làm dialkylphtalat có công thức (I).

Để sản xuất chế phẩm dị pha (HECO1) theo sáng chế hệ thống xúc tác được sử dụng tốt hơn là bao gồm ngoài chất tiền xúc tác Ziegler-Natta đặc biệt chất đồng xúc tác kim loại hữu cơ dưới dạng thành phần (ii).

Theo đó tốt hơn là chọn lọc chất đồng xúc tác từ nhóm bao gồm trialkylnhôm, như triethylnhôm (TEA), dialkyl nhôm clorua và alkyl nhôm sesquiclorua.

Thành phần (iii) của hệ thống chất xúc tác được sử dụng là chất cho bên ngoài được đại diện bởi công thức (IIIa) hoặc (IIIb). Công thức (IIIa) được xác định bằng:



trong đó R^5 là nhóm alkyl mạch nhánh có 3 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn là nhóm alkyl mạch nhánh có 3 đến 6 nguyên tử cacbon, hoặc xyclo-alkyl có 4 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn là, xyclo-alkyl có 5 đến 8 nguyên tử cacbon.

Đặc biệt tốt hơn là, R^5 được chọn từ nhóm bao gồm iso-propyl, iso-butyl, iso-pentyl, tert.-butyl, tert.-amyl, neopentyl, xyclopentyl, xyclohexyl, metylxyclopentyl và xycloheptyl.

Công thức (IIIb) được xác định bằng:



trong đó R^x và R^y có thể là giống nhau hoặc khác nhau là nhóm hydrocacbon có 1 đến 12 nguyên tử cacbon.

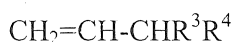
R^x và R^y độc lập là được chọn từ nhóm bao gồm nhóm hydrocacbon béo mạch thẳng có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, nhóm hydrocacbon béo mạch nhánh có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và nhóm hydrocacbon béo mạch vòng có 1 đến 12 nguyên tử cacbon. Đặc biệt tốt hơn là, R^x và R^y độc lập là được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, n-butyl, octyl, decanyl, iso-propyl, iso-butyl, iso-pentyl, tert.-butyl, tert.-amyl, neopentyl, xyclopentyl, xyclohexyl, metylxyclopentyl và xycloheptyl.

Tốt hơn nữa là, cả R^x và R^y là giống nhau, còn tốt hơn nữa là cả R^x và R^y là nhóm etyl.

Tốt hơn nữa là, chất cho bên ngoài có công thức (IIIa), như dixyclopentyl dimetoxysilan $[\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{xyclo-pentyl})_2]$, diisopropyl dimetoxysilan $[\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{CH}(\text{CH}_3)_2)_2]$.

Tốt nhất là, chất cho bên ngoài là dixyclopentyl dimetoxysilan $[\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{xyclo-pentyl})_2]$ (chất cho D).

Theo phương án khác nữa, chất tiền xúc tác Ziegler-Natta có thể được cải biến bằng cách polyme hóa hợp chất vinyl với sự có mặt của hệ thống xúc tác, bao gồm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta đặc biệt (thành phần (i)), chất cho bên ngoài (thành phần (iii)) và tùy ý chất đồng xúc tác (thành phần (iii)), mà hợp chất vinyl có công thức:



trong đó R^3 và R^4 cùng tạo thành vòng bão hòa, không bão hòa hoặc thơm có 5 hoặc 6 cạnh hoặc độc lập là nhóm alkyl bao gồm 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và chất xúc tác đã được cải biến được sử dụng để điều chế chế phẩm dị pha (HECO) theo sáng chế. Hợp chất vinyl đã được polyme hóa có thể hoạt động như tác nhân tạo nhân α .

Liên quan đến quá trình cải biến chất xúc tác tham khảo các Công bố đơn quốc tế số WO 99/24478, WO 99/24479 và cụ thể là WO 00/68315, được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn đối với các điều kiện phản ứng liên quan đến quá trình cải biến chất xúc tác cũng như đối với phản ứng polyme hóa.

Homopolyme propylen (H-PP)

Cần hiểu rằng chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) tùy ý bao gồm homopolyme propylen (H-PP).

Cụm từ homopolyme propylen được sử dụng theo sáng chế đề cập đến polypropylen về cơ bản bao gồm, tức là ít nhất 99,5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của polypropylen, tốt hơn là, ít nhất 99,6% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 99,8%

khối lượng, của đơn vị propylen. Theo một phương án của sáng chế, chỉ có đơn vị propylen trong homopolyme propylen có thể được phát hiện.

Tốt hơn là, homopolyme propylen (H-PP) là homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP).

Tốt hơn là, homopolyme propylen (H-PP) là homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có tốt hơn là nhiệt độ nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 158 đến 168°C, như nằm trong khoảng từ 160 đến 166°C.

Ngoài ra hoặc theo cách khác, tốt hơn là, homopolyme propylen (H-PP), tốt hơn là, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 40,0 đến 120 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50,0 đến 100,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 55,0 đến 95,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, như nằm trong khoảng từ 65,0 đến 85,0 g/10 phút.

Ví dụ, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có nhiệt độ nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 158 đến 168°C, như nằm trong khoảng từ 160 đến 166°C hoặc tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 40,0 đến 120 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50,0 đến 100,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 55,0 đến 95,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, như nằm trong khoảng từ 65,0 đến 85,0 g/10 phút.

Tốt hơn là, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có nhiệt độ nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 158 đến 168°C, như nằm trong khoảng từ 160 đến 166°C và tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 40,0 đến 120 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50,0 đến 100,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 55,0 đến 95,0 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm

trong khoảng từ 60,0 đến 90,0 g/10 phút, như nằm trong khoảng từ 65,0 đến 85,0 g/10 phút.

Homopolyme propylen (H-PP) như vậy, tốt hơn là, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP) có thể là sản phẩm thương mại HJ120UB của Borealis AG.

Chất độn vô cơ (F)

Thành phần tùy chọn của chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế là sự có mặt của chất độn vô cơ (F).

Tốt hơn là, chất độn vô cơ (F) là chất độn khoáng. Cần hiểu rằng tốt hơn là chất độn vô cơ (F) phylosilicat, mi-ca, wolastonit hoặc muối than. Thậm chí được ưu tiên hơn nữa chất độn vô cơ (F) được chọn từ nhóm bao gồm mi-ca, wolastonit, kaolinit, smectit, monmorilonit, bột talc và muối than.

Chất độn vô cơ (F) được ưu tiên nhất là bột talc và/hoặc muối than. Đặc biệt tốt hơn là, chất độn vô cơ (F) là bột talc.

Theo một phương án, chất độn vô cơ (F) là bột talc và muối than.

Cần hiểu rằng chất độn (F) có kích thước hạt trung bình (D_{50}) nằm trong khoảng từ 0,8 đến 20 μm và kích thước hạt rạch nóc (D_{95}) nằm trong khoảng từ 10 đến 20 μm , tốt hơn là kích thước hạt trung bình (D_{50}) nằm trong khoảng từ 5,0 đến 8,0 μm và kích thước hạt rạch nóc (D_{95}) nằm trong khoảng từ 12 đến 17 μm , tốt hơn nữa là kích thước hạt trung bình (D_{50}) nằm trong khoảng từ 5,5 đến 7,8 μm và kích thước hạt rạch nóc (D_{95}) nằm trong khoảng từ 13 đến 16,5 μm .

Theo sáng chế, chất độn (F) không thuộc nhóm tác nhân tạo nhân alpha và chất phụ gia (AD).

Chất độn vô cơ (F) là sản phẩm của giải pháp kỹ thuật đã biết và là sản phẩm thương mại có sẵn.

Tác nhân tạo bọt (FA)

Một yêu cầu của sáng chế là chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) theo sáng chế bao gồm ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bọt hóa học và vật lý.

Thuật ngữ “tác nhân tạo bọt” để chỉ tác nhân có khả năng tạo ra cấu trúc tế bào trong chế phẩm polypropylen trong quá trình tạo bọt.

Cần hiểu rằng cụm từ “ít nhất một” tác nhân tạo bọt (FA) nghĩa là tác nhân tạo bọt (FA) bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, một hoặc nhiều (các) loại tác nhân tạo bọt.

Theo đó, cần lưu ý rằng ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) có thể bao gồm một loại tác nhân tạo bọt (FA). Theo cách khác, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) có thể bao gồm hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại tác nhân tạo bọt. Ví dụ, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) có thể bao gồm hỗn hợp của hai hoặc ba loại tác nhân tạo bọt, như hai loại tác nhân tạo bọt.

Theo một phương án của sáng chế, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, hai loại tác nhân tạo bọt.

Tác nhân tạo bọt hóa học bao gồm, ví dụ, azodicarbonamit, diazoaminobenzen, azo-bis-isobutyro-nitril và các chất tương tự của chúng, axit xitric, amoni cacbonat, bicarbonat như natri hydro cacbonat (hoặc natri bicarbonat) và các dạng tương tự. Tác nhân tạo bọt vật lý bao gồm, ví dụ, nitơ, cacbon dioxit và các khí trơ khác.

Tốt hơn là, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) là (a) (các) tác nhân tạo bọt hóa học. Tốt hơn nữa là, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, hai loại tác nhân tạo bọt hóa học.

Ví dụ, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) là hỗn hợp của axit xitric và bicarbonat, như natri hydro cacbonat (hoặc natri bicarbonat).

Theo cách khác, ít nhất một tác nhân tạo bọt (FA) là bicacbonat, tốt hơn là, natri hydro cacbonat (hoặc natri bicacbonat).

Copolymer propylen dị pha (HECO2)

Theo một phương án của sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) còn bao gồm copolymer propylen dị pha (HECO2) khác với copolymer propylen dị pha (HECO1).

Copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế bao gồm nền (M2) là polymer propylen (PP2) và được phân tán trong đó copolymer propylen đàn hồi là copolymer propylen đàn hồi (E2). Do đó, nền (M2) chứa các hạt lần đã được phân tán (mịn) không phải là bộ phận của nền (M2) và các hạt lần này chứa copolymer propylen đàn hồi (E2). Đối với thuật ngữ “thể lần”, tham khảo định nghĩa được cung cấp trên đây.

Theo đó, tốt hơn là copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế bao gồm:

- (a) polymer propylen (PP2) (bán) kết tinh làm nền (M2) và
- (b) copolymer propylen đàn hồi (E2).

Tốt hơn là, tỷ lệ khối lượng giữa polymer propylen (PP2) và copolymer propylen đàn hồi (E2) [PP2/E2] của copolymer propylen dị pha (HECO2) nằm trong khoảng từ 90/10 đến 40/60, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 85/15 đến 45/55, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 83/17 đến 50/50, như nằm trong khoảng từ 82/18 đến 60/40.

Tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế chỉ bao gồm dưới dạng các thành phần polymer polymer propylen (PP2) và copolymer propylen đàn hồi (E2). Nói cách khác, copolymer propylen dị pha (HECO2) có thể chứa các chất phụ gia khác nữa chứ không phải polymer khác với lượng vượt quá 5,0% khối lượng, tốt hơn nữa là vượt quá 3,0% khối lượng, như vượt quá 1,0% khối lượng, tính theo tổng lượng copolymer propylen dị pha (HECO2). Một polymer bổ sung có thể có mặt với lượng thấp như vậy là polyetylen là sản phẩm phụ phản ứng thu được bằng cách điều chế copolymer propylen dị pha (HECO2). Theo đó, đặc biệt đánh giá cao rằng copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế chỉ chứa polymer propylen (PP2), copolymer

propylen đàn hồi (E2) và tùy ý polyetylen với các lượng như được đề cập trong đoạn này.

Copolymer propylen dị pha (HECO2) ứng dụng theo sáng chế được đặc trưng bởi tốc độ dòng nóng chảy khá cao. Theo đó, copolymer propylen dị pha (HECO2) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) nằm trong khoảng từ 50 đến 120 g/10 phút, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 110 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 65 đến 91 g/10 phút.

Tốt hơn là, mong muốn rằng copolymer propylen dị pha (HECO2) ổn định nhiệt về mặt cơ học. Theo đó, cần hiểu rằng copolymer propylen dị pha (HECO2) có nhiệt độ nóng chảy là ít nhất 160°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 160 đến 167°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 162 đến 165°C.

Copolymer propylen dị pha (HECO2) cũng bao gồm ngoài comonomer propylen. Tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) bao gồm ngoài propylen etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin. Theo đó, thuật ngữ “copolymer propylen” theo sáng chế được hiểu là polypropylen bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, các đơn vị có nguồn gốc từ

- (a) propylen
- và
- (b) etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin.

Do đó, copolymer propylen dị pha (HECO2), tức là polymer propylen (PP2) cũng như copolymer propylen đàn hồi (E2), có thể bao gồm monomer có thể copolymer hóa với propylen, ví dụ, comonomer như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt là etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monomer có thể copolymer hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn, copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Theo phương án được ưu tiên, copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen. Còn tốt hơn nữa là polymer propylen (PP2) cũng như copolymer propylen

đàn hồi (E2) của copolyme propylen dị pha (HECO2) chứa cùng comonome, như etylen.

Ngoài ra, tốt hơn là, cần hiểu rằng copolyme propylen dị pha (HECO2) có tổng hàm lượng comonome khá cao, tốt hơn là, hàm lượng etylen. Do đó, tốt hơn là, hàm lượng comonome của copolyme propylen dị pha (HECO2) nằm trong khoảng từ 4,0 đến 30,0% mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 6,0 đến 18,0% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7,0 đến 13,0% mol.

Phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) được đo theo tiêu chuẩn theo tiêu chuẩn ISO 16152 (25°C) của copolyme propylen dị pha (HECO2) nằm trong khoảng từ 12,0 đến 35,0% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 12,0 đến 30,0% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12,0 đến 25,0% khối lượng, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 12,0 đến 22,0% khối lượng.

Cần hiểu tiếp rằng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO2) được chỉ rõ bởi độ nhớt trong của nó. Giá trị độ nhớt trong (IV) thấp phản ánh trọng lượng phân tử trung bình khối thấp. Đối với sáng chế Cần hiểu rằng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO2) có độ nhớt trong (IV) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1628/1 (ở 135°C trong decalin) của < 3,5 dl/g, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,3 dl/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3,2 dl/g, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0 dl/g.

Ngoài ra, tốt hơn là, hàm lượng comonome, tức là hàm lượng etylen, của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của copolyme propylen dị pha (HECO2) nằm trong khoảng từ 35,0 đến 65,0% mol. Comonome có mặt trong phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) là các comonome được xác định trên đây đối với polyme propylen (PP2) và copolyme propylen đàn hồi (E2), lần lượt. Theo một phương án được ưu tiên, comonome chỉ là etylen.

Copolyme propylen dị pha (HECO2) có thể còn được xác định tiếp bởi các thành phần riêng lẻ của nó, tức là polyme propylen (PP2) và copolyme propylen đàn hồi (E2).

Polyme propylen (PP2) có thể là copolyme propylen hoặc homopolyme propylen, homopolyme propylen được ưu tiên.

Trong trường hợp polyme propylen (PP2) là copolyme propylen, polyme propylen (PP2) bao gồm monome có thể copolyme hóa với propylen, ví dụ, comonome như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt etylen và/hoặc C₄-C₆ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, polyme propylen (PP2) theo sáng chế bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monome có thể copolyme hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn polyme propylen (PP2) theo sáng chế bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Theo phương án được ưu tiên, polyme propylen (PP2) bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen.

Polyme propylen (PP2) theo sáng chế có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C/2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50 đến 200 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 110 đến 190 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 140 đến 170 g/10 phút.

Như được đề cập trên đây, copolyme propylen dị pha (HECO2) được đặc trưng bởi hàm lượng comonome thấp. Theo đó, hàm lượng comonome của polyme propylen (PP2) nằm trong khoảng từ 0,0 đến 5,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 3,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0 đến 1,0% mol. Đặc biệt tốt hơn là, polyme propylen (PP2) là homopolyme propylen.

Tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm từ 60 đến 95% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 60 đến 90% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 65 đến 87% khối lượng của polyme propylen (PP2), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO2).

Ngoài ra, tốt hơn là, copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm từ 5 đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 10 đến 40% khối lượng, còn tốt hơn nữa là từ 13 đến 35%

khối lượng của copolyme propylen đàn hồi (E2), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO2).

Do đó, tốt hơn là, cần hiểu rằng copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm, tốt hơn nữa là cấu thành bởi, từ 60 đến 95% khối lượng, tốt hơn là, từ 60 đến 90% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 65,0 đến 87,0% khối lượng của polyme propylen (PP2) và từ 5 đến 40% khối lượng, tốt hơn là, từ 10 đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 13,0 đến 35,0% khối lượng của copolyme propylen đàn hồi (E2), tính theo tổng khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO2).

Theo đó, thành phần khác nữa của copolyme propylen dị pha (HECO2) là copolyme propylen đàn hồi (E2) được phân tán trong nền (M2) là polyme propylen (PP2). Liên quan đến comonome được sử dụng trong copolyme propylen đàn hồi (E2) đã đề cập đến thông tin cung cấp cho copolyme propylen dị pha (HECO2). Theo đó, copolyme propylen đàn hồi (E2) bao gồm monome có thể copolyme hóa với propylen, ví dụ, comonome như etylen và/hoặc C₄-C₈ α -olefin, đặc biệt etylen và/hoặc C₄-C₆ α -olefin, ví dụ, 1-buten và/hoặc 1-hexen. Tốt hơn là, copolyme propylen đàn hồi (E2) bao gồm, đặc biệt là cấu thành bởi, monome có thể copolyme hóa với propylen từ nhóm bao gồm etylen, 1-buten và 1-hexen. Cụ thể hơn, copolyme propylen đàn hồi (E2) bao gồm - ngoài propylen - các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và/hoặc 1-buten. Do đó, theo phương án được ưu tiên đặc biệt, copolyme propylen đàn hồi (E2) bao gồm các đơn vị chỉ có nguồn gốc từ etylen và propylen.

Tốt hơn là, hàm lượng comonome của copolyme propylen đàn hồi (E2) nằm trong khoảng từ 35,0 đến 70,0% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 37,0 đến 60,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40,0 đến 50,0% mol.

Copolyme propylen dị pha (HECO2) được xác định trong sáng chế có thể chứa lên đến 5,0% khối lượng của chất phụ gia, như tác nhân tạo nhân và chất chống oxy hóa, cũng như chất trượt và chất chống tắc nghẽn. Tốt hơn là, hàm lượng chất phụ gia (không có tác nhân tạo nhân α) thấp hơn 3,0% khối lượng, như thấp hơn 1,0% khối lượng.

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, copolyme propylen dị pha (HECO2) chứa tác nhân tạo nhân α .

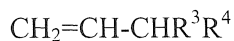
Theo sáng chế tác nhân tạo nhân α không phải là chất phụ gia (AD).

Tốt hơn là, tác nhân tạo nhân α được chọn từ nhóm bao gồm:

- (i) muối của axit monocarboxylic và axit polycarboxylic, ví dụ, natri benzoat hoặc nhôm tert-butylbenzoat, và
- (ii) dibenzylidensorbitol (ví dụ, 1,3 : 2,4 dibenzylidensorbitol) và dibenzylidensorbitol được thế C_1 - C_8 -alkyl dẫn xuất, như metyldibenzylidensorbitol, etyldibenzylidensorbitol hoặc dimetyldibenzylidensorbitol (ví dụ, 1,3 : 2,4 di(metylbenzyliden) sorbitol), hoặc dẫn xuất nonitol được thế, như 1,2,3,-trideoxy-4,6:5,7-bis-O-[(4-propylphenyl)metylen]-nonitol, và
- (iii) muối của dieste của axit phosphoric, ví dụ, natri 2,2'-metylenbis (4,6-di-tert-butylphenyl) phosphat hoặc nhôm-hydroxy-bis[2,2'-metylen-bis(4,6-di-tert-butylphenyl)phosphat], và
- (iv) polyme vinylxycloalkan hoặc polyme vinylalkan, và
- (v) hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là, tác nhân tạo nhân α chứa trong chế phẩm theo sáng chế là polyme vinylxycloalkan và/hoặc polyme vinylalkan, tốt hơn nữa là polyme vinylxycloalkan, như polyme vinylxyclohexan (VCH). Polyme vinyl xyclohexan (VCH) được ưu tiên đặc biệt là tác nhân tạo nhân α . Cần hiểu rằng lượng vinylxycloalkan, như vinylxyclohexan (VCH), polyme và/hoặc polyme vinylalkan, tốt hơn nữa là polyme vinylxyclohexan (VCH), trong chế phẩm không lớn hơn 500 ppm, tốt hơn là, không lớn hơn 200 ppm, tốt hơn nữa là không lớn hơn 100 ppm, như nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500 ppm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 200 ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 100 ppm. Hơn nữa, cần hiểu rằng polyme vinylxycloalkan và/hoặc polyme vinylalkan được đưa vào chế phẩm bằng công nghệ BNT. Đối với công nghệ BNT tham khảo các Công bố đơn quốc tế số WO 99/24478, WO 99/24479 và cụ thể là WO 00/68315. Theo công nghệ này, tốt hơn là, hệ thống xúc tác là chất tiền xúc tác Ziegler-Natta, có thể được cải biến bằng cách polyme hóa hợp

chất vinyl với sự có mặt của hệ thống xúc tác, bao gồm cụ thể là chất tiền xúc tác Ziegler-Natta đặc biệt, chất cho bên ngoài và chất đồng xúc tác, mà hợp chất vinyl có công thức:



trong đó R^3 và R^4 cùng tạo thành vòng bão hòa, không bão hòa hoặc thơm có 5 hoặc 6 cạnh hoặc độc lập là nhóm alkyl bao gồm 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và chất xúc tác đã được cải biến tốt hơn là được sử dụng để điều chế chế phẩm dị pha (HECO) có mặt trong chế phẩm polypropylen đã được cải biến (mPP). Hợp chất vinyl đã được polyme hóa hoạt động như tác nhân tạo nhân alpha. Tốt hơn là, tỷ lệ khối lượng giữa hợp chất vinyl và thành phần xúc tác rắn trong bước cải biến của chất xúc tác lên đến 5 (5:1), tốt hơn nữa là lên đến 3 (3:1), như nằm trong khoảng từ 0,5 (1:2) đến 2 (2:1).

Các tác nhân tạo nhân như vậy có sẵn trên thị trường và được mô tả, ví dụ, trong "Plastic Additives Handbook", 5th edition, 2001 của Hans Zweifel (trang 967 đến 990).

Copolymer propylen dị pha (HECO2) có thể được sản xuất bằng cách phối trộn polymer propylen (PP2) và copolymer propylen đàn hồi (E2). Tuy nhiên, tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) được sản xuất trong quy trình bước tuần tự, bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng theo cấu hình nối tiếp và vận hành ở các điều kiện phản ứng khác nhau. Kết quả là, mỗi phân đoạn điều chế trong thiết bị phản ứng cụ thể có thể có phân bố trọng lượng phân tử riêng của nó và/hoặc phân bố hàm lượng comonomer.

Tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế được sản xuất bằng quy trình polymer hóa tuần tự, tức là trong quy trình nhiều giai đoạn, đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, trong đó polymer propylen (PP2) được sản xuất ít nhất trong một thiết bị phản ứng huyền phù đặc, tốt hơn là, trong thiết bị phản ứng huyền phù đặc và tùy ý trong thiết bị phản ứng pha khí tiếp theo, và sau đó copolymer propylen đàn hồi (E2) được sản xuất ít nhất trong một, tức là một hoặc hai, thiết bị phản ứng pha khí.

Theo đó, tốt hơn là, copolymer propylen dị pha (HECO2) được sản xuất bằng quy trình polymer hóa tuần tự bao gồm các bước:

- (a) polyme hóa propylen và tùy ý ít nhất một etylen và/hoặc C_4-C_{12} α -olefin trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) thu được phân đoạn polypropylen thứ nhất của polyme propylen (PP2), tốt hơn là, phân đoạn polypropylen thứ nhất này là homopolyme propylen,
- (b) tùy ý chuyển phân đoạn polypropylen thứ nhất vào thiết bị phản ứng thứ hai (R2),
- (c) polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) và với sự có mặt của phân đoạn polypropylen thứ nhất này propylen và tùy ý ít nhất một etylen và/hoặc C_4-C_{12} α -olefin thu được bằng cách ấy phân đoạn polypropylen thứ hai, tốt hơn là, phân đoạn polypropylen thứ hai này là homopolyme propylen thứ hai, phân đoạn polypropylen thứ nhất này và phân đoạn polypropylen thứ hai này tạo thành polyme propylen (PP2), tức là nền của copolyme propylen dị pha (HECO2),
- (d) chuyển polyme propylen (PP2) của bước (c) vào thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- (e) polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3) và với sự có mặt của polyme propylen (PP2) thu được trong bước (c) propylen và etylen để thu được copolyme propylen đàn hồi (E2) được phân tán trong polyme propylen (PP2), polyme propylen (PP2) và copolyme propylen đàn hồi (E2) tạo thành copolyme propylen dị pha (HECO2).

Tất nhiên, trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) phân đoạn polypropylen thứ hai có thể được sản xuất và trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2) phân đoạn polypropylen thứ nhất có thể thu được. Điều này cũng đúng đối với pha copolyme propylen đàn hồi.

Tốt hơn là, giữa thiết bị phản ứng thứ hai (R2) và thiết bị phản ứng thứ ba (R3) monome được bật ra.

Thuật ngữ “quy trình polyme hóa tuần tự” chỉ ra rằng copolyme propylen dị pha (HECO2) được sản xuất trong ít nhất hai, như ba hoặc bốn thiết bị phản ứng được nối tiếp. Theo đó, quy trình theo sáng chế bao gồm ít nhất thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) và thiết bị phản ứng thứ hai (R2), tốt hơn nữa là thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), thiết bị phản ứng thứ hai (R2), và thiết bị phản ứng thứ ba (R3). Đối với thuật ngữ “thiết bị phản ứng polyme hóa”, tham khảo định nghĩa được cung cấp trên đây.

Tốt hơn là, thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) và có thể là thiết bị phản ứng dạng thùng theo mẻ khuấy liên tục hoặc đơn giản hoặc thiết bị phản ứng dạng vòng vận hành với khối lượng lớn hoặc huyền phù đặc bất kỳ. Khối lượng lớn nghĩa là quá trình polyme hóa trong môi trường phản ứng bao gồm là ít nhất 60% (khối lượng/khối lượng) monome. Theo sáng chế, tốt hơn là, thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) là thiết bị phản ứng dạng vòng (LR) (khối lượng lớn).

Thiết bị phản ứng thứ hai (R2) có thể là thiết bị phản ứng huyền phù đặc, như thiết bị phản ứng dạng vòng, dưới dạng thiết bị phản ứng thứ nhất hoặc theo cách khác là thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Tốt hơn là, thiết bị phản ứng thứ ba (R3) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Thiết bị phản ứng pha khí (GPR) như vậy có thể là thiết bị phản ứng hỗn hợp cơ học hoặc thiết bị phản ứng tầng sôi. Tốt hơn là, thiết bị phản ứng pha khí (GPR) bao gồm thiết bị phản ứng tầng sôi được lắp cơ học với vận tốc khí là ít nhất 0,2 m/giây. Do đó, cần hiểu rằng thiết bị phản ứng pha khí là thiết bị phản ứng dạng tầng sôi tốt hơn là, với thanh khuấy cơ học.

Do đó, theo phương án được ưu tiên thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), trong khi thiết bị phản ứng thứ hai (R2) và thiết bị phản ứng thứ ba (R3) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR). Theo đó, đối với quy trình theo sáng chế ít nhất ba, tốt hơn là, thiết bị phản ứng polyme hóa, cụ thể là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), thiết bị phản ứng pha khí thứ nhất (GPR-1) và thiết bị phản ứng pha khí thứ hai (GPR-2) được nối nối tiếp được sử dụng. Nếu cần, trước thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR) thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ được đặt.

Theo phương án được ưu tiên khác, thiết bị phản ứng thứ nhất (R1) và thiết bị phản ứng thứ hai (R2) là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), trong khi thiết bị phản ứng thứ ba (R3) là thiết bị phản ứng pha khí (GPR). Theo đó, đối với quy trình theo sáng chế ít nhất ba, tốt hơn là, thiết bị phản ứng polyme hóa, cụ thể là hai thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như hai thiết bị

phản ứng dạng vòng (LR), và thiết bị phản ứng pha khí (GPR-1) được nối nối tiếp được sử dụng. Nếu cần, trước thiết bị phản ứng huyền phù đặc thứ nhất (SR) thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ được đặt.

Quy trình nhiều giai đoạn được ưu tiên là quy trình “pha khí vòng”, như được phát triển bởi Borealis A/S, Denmark (được gọi là công nghệ BORSTAR®) được mô tả, ví dụ, trong tài liệu sáng chế, như trong EP 0 887 379, WO 92/12182 WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 hoặc in WO 00/68315.

Một quy trình pha huyền phù-khí phù hợp hơn nữa là quy trình Spheripol® của Basell.

Tốt hơn là, trong quy trình theo sáng chế để sản xuất copolyme propylen dị pha (HECO2) như được mô tả trên đây các điều kiện cho thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), tức là thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), của bước (a) có thể là như sau:

- nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 110°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60°C và 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 68 và 95°C,
- áp suất nằm trong khoảng từ 20 bar đến 80 bar, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 bar đến 70 bar,
- hydro có thể được bổ sung để kiểm soát khối lượng phân tử theo cách đã biết thực chất.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng từ bước (a) được chuyển vào thiết bị phản ứng thứ hai (R2), tức là thiết bị phản ứng pha khí (GPR-1), tức là vào bước (c), theo đó các điều kiện trong bước (c) tốt hơn là, như sau:

- nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 130°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60°C và 100°C,
- áp suất nằm trong khoảng từ 5 bar đến 50 bar, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 bar đến 35 bar,
- hydro có thể được bổ sung để kiểm soát khối lượng phân tử theo cách đã biết thực chất.

Điều kiện trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), tốt hơn là, trong thiết bị phản ứng pha khí thứ hai (GPR-2) là tương tự với thiết bị phản ứng thứ hai (R2).

Thời gian ổn định có thể thay đổi trong ba vùng phản ứng.

Theo một phương án của quy trình để sản xuất polypropylen thời gian ổn định trong thiết bị phản ứng khối lượng lớn, ví dụ, chu trình nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,5 giờ, ví dụ, từ 0,15 đến 1,5 giờ và thời gian ổn định trong thiết bị phản ứng pha khí thường sẽ nằm trong khoảng từ 0,2 đến 6,0 giờ, như từ 0,5 đến 4,0 giờ.

Nếu muốn, quá trình polyme hóa có thể được thực hiện theo cách đã biết trong các điều kiện siêu tới hạn trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1), tức là trong thiết bị phản ứng huyền phù đặc (SR), như trong thiết bị phản ứng dạng vòng (LR), và/hoặc dưới dạng kiểu ngưng tụ trong thiết bị phản ứng pha khí (GPR).

Tốt hơn là, quy trình cũng bao gồm polyme hóa sơ bộ với hệ thống xúc tác, như được xác định chi tiết dưới đây, bao gồm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta, chất cho bên ngoài và tùy ý chất đồng xúc tác.

Theo phương án được ưu tiên, quá trình polyme hóa sơ bộ được thực hiện dưới dạng quá trình polyme hóa huyền phù đặc khối lượng lớn trong propylen lỏng, tức là pha lỏng chủ yếu bao gồm propylen, với một lượng nhỏ các chất phản ứng khác và tùy ý thành phần trợ hòa tan trong đó.

Sự phản ứng polyme hóa sơ bộ thường được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 45°C.

Áp suất trong thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ không quan trọng nhưng phải đủ cao để duy trì hỗn hợp phản ứng trong pha lỏng. Do đó, áp suất có thể nằm trong khoảng từ 20 đến 100 bar, ví dụ, từ 30 đến 70 bar.

Các thành phần xúc tác tốt hơn là, tất cả được đưa vào bước polyme hóa sơ bộ. Tuy nhiên, khi thành phần xúc tác rắn (i) và chất đồng xúc tác (ii) có thể được nạp riêng biệt có thể là chỉ một phần của chất đồng xúc tác được đưa vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ và phần còn lại đưa vào các giai đoạn polyme hóa sau đó. Ngoài ra, trong những trường hợp như vậy, cần phải đưa nhiều chất đồng xúc tác vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ để thu được trong đó phản ứng polyme hóa đủ.

Cũng có thể bổ sung các thành phần khác vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ. Do đó, hydro có thể được bổ sung vào giai đoạn polyme hóa sơ bộ để kiểm soát khối lượng phân tử của tiền polyme như đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Hơn nữa, chất phụ gia chống tĩnh điện có thể được sử dụng để ngăn ngừa hạt kết dính với nhau hoặc vào thành của thiết bị phản ứng.

Việc kiểm soát chính xác các điều kiện polyme hóa sơ bộ và các thông số phản ứng nằm trong phạm vi hiểu biết của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Theo copolyme propylen dị pha (HECO2) theo sáng chế thu được bằng cách quy trình polyme hóa nhiều giai đoạn, như được mô tả trên đây, với sự có mặt của hệ thống xúc tác bao gồm dưới dạng thành phần (i) chất tiền xúc tác Ziegler-Natta chứa sản phẩm chuyển este hóa của rượu bậc thấp và este phtalic.

Đối với hệ thống xúc tác được ưu tiên, tham khảo chất xúc tác được xác định trên đây đối với copolyme propylen dị pha (HECO1).

Theo phương án được ưu tiên khác, chất xúc tác Ziegler-Natta để điều chế copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm chất xúc tác dạng Ziegler-Natta hiệu suất cao bao gồm thành phần chất cho bên trong, có thể được sử dụng ở nhiệt độ polyme hóa cao bằng 80°C hoặc cao hơn. Chất xúc tác Ziegler-Natta hiệu suất cao như vậy có thể bao gồm succinat, diete, phtalat v.v, hoặc hỗn hợp từ đó dưới dạng chất cho bên trong (ID) và là, ví dụ, có sẵn trên thị trường từ LyondellBasell dưới tên thương mại Avant ZN. Ví dụ về dòng Avant ZN là Avant ZN 126 và Avant ZN 168. Avant ZN 126 là chất xúc tác Ziegler-Natta với 3,5% khối lượng titan và hợp chất diete dưới dạng

chất cho điện tử bên trong, có sẵn trên thị trường từ LyondellBasell. Avant ZN 168 là chất xúc tác Ziegler-Natta với 2,6% khối lượng titan và hợp chất succinat dưới dạng chất cho điện tử bên trong, có sẵn trên thị trường từ LyondellBasell. Ví dụ khác nữa về dòng Avant ZN là chất xúc tác ZN180M của LyondellBasell.

Theo phương án khác nữa, chất tiền xúc tác Ziegler-Natta để sản xuất copolyme propylen dị pha thứ hai (HECO2) cũng có thể được cải biến bằng cách polyme hóa hợp chất vinyl với sự có mặt của hệ thống xúc tác như được mô tả trên đây.

Chất dẻo nhiệt rắn (PL)

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) còn bao gồm chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α -olefin.

Chất dẻo nhiệt rắn (PL) có thể là polyolefin đàn hồi bất kỳ với điều kiện nó khác về mặt hóa học với copolyme propylen đàn hồi (E1) và (E2) như được xác định trong bản mô tả này. Tốt hơn nữa là, chất dẻo nhiệt rắn (PL) là polyolefin tỷ trọng rất thấp, còn tốt hơn nữa là polyolefin tỷ trọng rất thấp được polyme hóa bằng cách sử dụng chất xúc tác một vị trí, tốt hơn là, chất xúc tác metallocen. Thông thường, chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme etylen.

Chất dẻo nhiệt rắn (PL) có tỷ trọng thấp hơn 0,900 g/cm³. Tốt hơn nữa là, tỷ trọng của chất dẻo nhiệt rắn (PL) là bằng hoặc thấp hơn 0,890 g/cm³, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,845 đến 0,890 g/cm³.

Tốt hơn là, chất dẻo nhiệt rắn (PL) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (190°C, 2,16 kg) thấp hơn 50 g/10 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10,0 đến 40 g/10 phút, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15,0 đến 35 g/10 phút, như nằm trong khoảng từ 25,0 đến 33,0 g/10 phút.

Tốt hơn là, chất dẻo nhiệt rắn (PL) bao gồm các đơn vị được dẫn xuất từ etylen và C₄-C₂₀ α -olefin.

Chất dẻo nhiệt rắn (PL) bao gồm, tốt hơn là, cấu thành bởi, các đơn vị có nguồn gốc từ (i) etylen và (ii) ít nhất một C_4 - C_{20} α -olefin khác, như C_4 - C_{10} α -olefin, tốt hơn nữa là các đơn vị có nguồn gốc từ (i) etylen và (ii) ít nhất α -olefin khác được chọn từ nhóm bao gồm 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-hepten và 1-octen. Đặc biệt tốt hơn là, chất dẻo nhiệt rắn (PL) bao gồm ít nhất các đơn vị có nguồn gốc từ (i) etylen và (ii) 1-buten hoặc 1-octen. Đặc biệt tốt hơn là, chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và 1-octen.

Theo phương án được ưu tiên đặc biệt, chất dẻo nhiệt rắn (PL) cấu thành bởi các đơn vị có nguồn gốc từ etylen và 1-octen.

Hàm lượng comonome, như hàm lượng C_4 - C_{20} α -olefin, của chất dẻo nhiệt rắn (PL) nằm trong khoảng từ 3,0 đến 25,0% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,0 đến 20,0% mol, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 15,0% mol, như nằm trong khoảng từ 6,0 đến 10,0% mol.

Theo một phương án được ưu tiên, chất dẻo nhiệt rắn (PL) được điều chế với ít nhất một chất xúc tác metaloxen. Chất dẻo nhiệt rắn (PL) có thể cũng được điều chế với hơn một chất xúc tác metaloxen hoặc có thể là hỗn hợp của nhiều chất đàn hồi được điều chế với các chất xúc tác metaloxen khác nhau. Theo một số phương án, chất dẻo nhiệt rắn (PL) về cơ bản là polyme etylen mạch thẳng (SLEP). SLEP và các chất dẻo nhiệt rắn được xúc tác metaloxen khác (PL) là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, US 5,272,236. Các nhựa này cũng là sẵn có trên thị trường, ví dụ, dưới dạng chất dẻo nhiệt rắn Queo™ có sẵn từ Borealis, các nhựa dẻo nhiệt rắn ENGAGE™ có sẵn từ Dow Chemical Co. hoặc polyme EXACT™ từ Exxon hoặc polyme TAFMER™ từ Mitsui.

Polyetylen tỷ trọng cao (HDPE)

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) còn bao gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE).

Cụm từ “polyetylen tỷ trọng cao” được sử dụng theo sáng chế đề cập đến polyetylen thu được với sự có mặt của chất xúc tác Ziegler-Natta hoặc chất xúc tác

metaloxen về cơ bản bao gồm, tức là lớn hơn 99,70% mol, còn tốt hơn nữa là ít nhất 99,80% mol, của đơn vị etylen. Theo phương án được ưu tiên, chỉ có đơn vị etylen trong polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có thể được phát hiện.

Polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có tỷ trọng là ít nhất $0,800 \text{ g/cm}^3$. Tốt hơn nữa là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có tỷ trọng nằm trong khoảng từ $0,830$ đến $0,970 \text{ g/cm}^3$, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $0,900$ đến $0,965 \text{ g/cm}^3$, như nằm trong khoảng từ $0,940$ đến $0,960 \text{ g/cm}^3$.

Đặc biệt tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có trọng lượng phân tử trung bình khối M_w nằm trong khoảng từ 60 đến 85 kg/mol , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 65 đến 85 kg/mol , còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 80 kg/mol .

Tốt hơn nữa là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có phân phối trọng lượng phân tử khá rộng (M_w/M_n). Theo đó, tốt hơn là, phân phối trọng lượng phân tử (M_w/M_n) của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) nằm trong khoảng từ $6,0$ đến $8,0$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $6,5$ đến $7,5$, như nằm trong khoảng từ $6,5$ đến $7,0$.

Ngoài ra, tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) có tốc độ dòng nóng chảy khá thấp. Theo đó, tốt hơn là tốc độ dòng nóng chảy MFR (190°C , $2,16 \text{ kg}$) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 của polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) nằm trong khoảng từ $0,1$ đến $15,0 \text{ g/10 phút}$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $1,0$ đến $10,0 \text{ g/10 phút}$, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $2,0$ đến $4,0 \text{ g/10 phút}$ ở 190°C .

Tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) theo sáng chế là polyetylen tỷ trọng cao đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Cụ thể, tốt hơn là, polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) là homopolyme etylen thương mại MB7541 của Borealis AG.

Chất phụ gia (AD)

Ngoài các thành phần nêu trên, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế có thể còn bao gồm chất phụ gia (AD). Chất phụ gia thông thường là chất khử axit, chất chống oxy hóa, chất tạo màu, chất ổn định ánh sáng, chất làm dẻo, chất trượt, chất chống trầy xước, chất phân tán, chất trợ xử lý, chất làm trơn, chất màu, và các chất

tương tự. Như đã chỉ ra trên đây, tác nhân tạo nhân (NU) và chất độn vô cơ (F) không được xem là chất phụ gia (AD).

Các chất phụ gia như vậy là có sẵn trên thị trường và, ví dụ, được mô tả trong “Plastic Additives Handbook”, 6th edition 2009 của Hans Zweifel (trang 1141 đến 1190).

Hơn nữa, thuật ngữ “chất phụ gia (AD)” theo sáng chế cũng bao gồm vật liệu vận chuyển, đặc biệt là vật liệu mang polyme.

Vật liệu mang polyme

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế không bao gồm (a) (các) polyme khác nữa khác với copolyme propylen dị pha (HECO1), copolyme propylen dị pha (HECO2) tùy ý, homopolyme propylen (H-PP) tùy ý, chất dẻo nhiệt rắn (PL) tùy ý và polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) tùy ý, với lượng vượt quá 15% khối lượng, tốt hơn là, với lượng vượt quá 10% khối lượng, tốt hơn nữa là với lượng vượt quá 9% khối lượng, tính theo khối lượng của chế phẩm polypropylen (C). Polyme bất kỳ cũng là vật liệu mang cho chất phụ gia (AD) không được tính toán với lượng hợp chất polyme như được chỉ ra trong sáng chế, nhưng với lượng chất phụ gia tương ứng.

Vật liệu mang polyme của chất phụ gia (AD) là polyme mang để đảm bảo sự phân bố đồng đều trong chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế. Vật liệu mang polyme không bị giới hạn ở polyme cụ thể. Vật liệu mang polyme có thể là homopolyme etylen, copolyme etylen thu được từ etylen và comonome α -olefin như comonome C₃-C₈ α -olefin, homopolyme propylen và/hoặc copolyme propylen thu được từ propylen và comonome α -olefin như etylen và/hoặc comonome C₄-C₈ α -olefin.

Vật phẩm và sử dụng

Tốt hơn là, chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo sáng chế được sử dụng để sản xuất bộ phận đã được tạo bột, tốt hơn nữa là của bộ phận của ô tô đã được tạo bột. Thậm chí được ưu tiên hơn nữa là sử dụng để sản xuất bộ phận của ô tô đã được tạo bột, đặc biệt là của nội thất và ngoại thất ô tô, như phần đỡ va đập, phần trang

trí mặt bên, bậc bước hỗ trợ, bảng điều khiển thân xe, tấm chắn, tấm chắn bùn, phần trang trí nội thất và các bộ phận tương tự.

Sáng chế cũng đề xuất bộ phận đã được tạo bọt, tốt hơn nữa là của bộ phận của ô tô đã được tạo bọt, bao gồm, tốt hơn là, bao gồm ít nhất 60% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 80% khối lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 95% khối lượng, như cấu thành bởi, chế phẩm theo sáng chế. Theo đó, sáng chế đề xuất cụ thể các bộ phận dành cho ô tô, đặc biệt là nội thất và ngoại thất ô tô, như phần đỡ va đập, phần trang trí mặt bên, bậc bước hỗ trợ, bảng điều khiển thân xe, tấm chắn, tấm chắn bùn, phần trang trí nội thất và các bộ phận tương tự, bao gồm, tốt hơn là, bao gồm ít nhất 60% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất 80% khối lượng, còn tốt hơn nữa là ít nhất 95% khối lượng, như cấu thành bởi, chế phẩm theo sáng chế.

Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) theo sáng chế để sản xuất bộ phận đã được tạo bọt như được mô tả trong các đoạn nêu trên.

Bây giờ, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn bằng các ví dụ được cung cấp dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Phương pháp đo

Các định nghĩa về thuật ngữ và phương pháp xác định sau đây áp dụng cho phần mô tả chung trên đây theo sáng chế cũng như cho các ví dụ dưới đây trừ khi có quy định khác.

Tính toán hàm lượng comonome của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{C(PP) - w(PP12) \times C(PP12)}{w(PP3)} = C(PP3)$$

trong đó:

w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),

- w(PP3) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- C(PP12) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- C(PP) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- C(PP2) là hàm lượng comonome đã được tính toán [theo % mol] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

Tính toán hàm lượng comonome của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{C(PP) - w(PP123) \times C(PP123)}{w(PP4)} = C(PP4)$$

trong đó:

- w(PP123) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- w(PP4) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4),
- C(PP123) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- C(PP) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư (R1+R2+R3),

C(PP4) là hàm lượng comonome đã được tính toán [theo % mol] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4).

Tính toán hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư (R3+R4), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{XS(HECO) - w(PP12) \times XS(PP12)}{w(E)} = XS(E)$$

trong đó:

w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),

w(E) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư (R3 + R4)

XS(PP12) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),

XS(HECO) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư (R1 + R2 + R3 + R4),

XS(E) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) đã được tính toán [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư (R3+R4).

Tính toán hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{XS(PP) - w(PP12) \times XS(PP12)}{w(PP3)} = XS(PP3)$$

trong đó:

w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),

- w(PP3) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3)
- XS(PP12) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen nhựa đàn hồi thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- XS(PP) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- XS(PP3) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) đã được tính toán [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

Tính toán hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4):

$$\frac{XS(PP) - w(PP123) \times XS(PP123)}{w(PP4)} = XS(PP4)$$

trong đó:

- w(PP123) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- w(PP4) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4)
- XS(PP123) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1+R2+R3),
- XS(PP) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo

ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba ($R1 + R2 + R3 + R4$),

XS(PP4) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) đã được tính toán [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4).

Tính toán tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) của phân đoạn polyme propylen thứ hai, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$MFR(PP2) = 10^{\left[\frac{\log(MFR(PP)) - w(PP1) \times \log(MFR(PP1))}{w(PP2)} \right]}$$

trong đó:

w(PP1) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1),

w(PP2) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2),

MFR(PP1) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) [theo g/10 phút] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất (R1),

MFR(PP) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) [theo g/10 phút] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai ($R1 + R2$),

MFR(PP2) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 đã được tính toán (230°C) [theo g/10 phút] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai (R2).

Tính toán độ nhớt trong của phân đoạn hòa tan xylen của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{IV(PP) - XCS(PP12) \times IV(PP12)}{XCS(PP3)} = IV(PP3)$$

trong đó:

- XCS(PP12) là phân đoạn hòa tan xylen [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- XCS(PP3) là phân đoạn hòa tan xylen [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- IV(PP12) là độ nhớt trong [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- IV(PP) là độ nhớt trong [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1 + R2 + R3),
- IV(PP3) là độ nhớt trong đã được tính toán [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

Tính toán độ nhớt trong của phân đoạn hòa tan xylen của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{IV(PP) - XCS(PP123) \times IV(PP123)}{XCS(PP4)} = IV(PP4)$$

trong đó:

- XCS(PP123) là phân đoạn hòa tan xylen [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1 + R2 + R3),
- XCS(PP4) là phân đoạn hòa tan xylen [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư (R4),
- IV(PP123) là độ nhớt trong [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1 + R2 + R3),

IV(PP) là độ nhớt trong [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư ($R1 + R2 + R3 + R4$),

IV(PP4) là độ nhớt trong đã được tính toán [theo dl/g] của phân đoạn hòa tan xylen của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ tư ($R4$).

Tính toán hàm lượng comonome của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư ($R3+R4$), của copolyme propylen dị pha (HECO1):

$$\frac{C(HECO) - w(PP12) \times C(PP12)}{w(E)} = C(E)$$

trong đó:

w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai ($R1+R2$),

w(E) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư ($R3 + R4$)

C(PP12) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai ($R1+R2$),

C(HECO) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai, thứ ba và thứ tư ($R1 + R2 + R3 + R4$),

C(E) là hàm lượng comonome đã được tính toán [theo % mol] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba và thứ tư ($R3+R4$).

Tính toán hàm lượng comonome của phân đoạn copolyme nhựa đàn hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba ($R3$), của copolyme propylen dị pha (HECO2):

$$\frac{C(PP) - w(PP12) \times C(PP12)}{w(PP3)} = C(PP3)$$

trong đó:

- w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- w(PP3) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đản hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- C(PP12) là hàm lượng comonome [theo % mol] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- C(PP) là hàm lượng comonome [theo % mol] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất, phân đoạn polyme propylen thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đản hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba (R1 + R2 + R3),
- C(PP3) là hàm lượng comonome đã được tính toán [theo % mol] của phân đoạn copolyme propylen đản hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

Tính toán hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) của phân đoạn copolyme propylen đản hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO2):

$$\frac{XS(HECO) - w(PP12) \times XS(PP12)}{w(E)} = XS(E)$$

trong đó:

- w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- w(E) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đản hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3)
- XS(PP12) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),

- XS(HECO) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) [theo % khối lượng] của phân đoạn polyme propylen thứ nhất, phân đoạn polyme propylen thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba ($R1 + R2 + R3$),
- XS(E) là hàm lượng phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) đã được tính toán [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai và thứ ba ($R2+3$).

Tính toán tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO2):

$$MFR(PP3) = 10^{\left[\frac{\log(MFR(PP)) - w(PP12) \times \log(MFR(PP12))}{w(PP3)} \right]}$$

trong đó:

- w(PP12) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai ($R1+R2$),
- w(PP3) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- MFR(PP12) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) [theo g/10 phút] của phân đoạn propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai ($R1+R2$),
- MFR(PP) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) [theo g/10 phút] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai và phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất, thứ hai và thứ ba ($R1 + R2 + R3$),
- MFR(PP3) là tốc độ dòng nóng chảy MFR2 đã được tính toán (230°C) [theo g/10 phút] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

Tính toán hàm lượng comonome của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là phân đoạn polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3), của copolyme propylen dị pha (HECO2):

$$\frac{C(HECO) - w(PP) \times C(PP)}{w(E)} = C(E)$$

trong đó:

- w(PP) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- w(E) là phân đoạn khối lượng [theo % khối lượng] của copolyme propylen đàn hồi, tức là của polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- C(PP) là hàm lượng comonome [theo % mol] của các phân đoạn polyme propylen thứ nhất và thứ hai, tức là polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ nhất và thứ hai (R1+R2),
- C(HECO) là hàm lượng comonome [theo % mol] của copolyme propylen, tức là là hàm lượng comonome [theo % mol] của polyme thu được sau khi polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3),
- C(E) là hàm lượng comonome đã được tính toán [theo % mol] của phân đoạn copolyme propylen đàn hồi, tức là của polyme được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ ba (R3).

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

MFR₂ (190°C) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 (190°C, tải trọng 2,16 kg).

Định lượng cấu trúc vi mô bằng quang phổ NMR

Quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân định lượng (NMR) được sử dụng để định lượng hàm lượng comonome và sự phân bố trình tự comonome của polyme. Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR định lượng được ghi lại ở trạng thái dung dịch bằng cách sử dụng phổ kế Bruker Advance III 400 NMR vận hành ở 400,15 và 100,62 MHz cho lần lượt ^1H và ^{13}C . Toàn bộ phổ được ghi lại bằng cách sử dụng đầu dò nhiệt độ mở rộng 10 mm được tối ưu hóa ^{13}C ở 125°C bằng cách sử dụng khí nitơ cho tất cả các khí nén. Khoảng 200 mg vật liệu được hòa tan trong 3 ml 1,2-tetracloetan- d_2 (TCE- d_2) cùng với crom-(III)-axetylaxetonat ($\text{Cr}(\text{acac})_3$) dẫn đến thu được 65 mM dung dịch tác nhân làm giãn trong dung môi (Singh, G., Kothari, A., Gupta, V., Polymer Testing 28 5 (2009), 475). Để đảm bảo dung dịch đồng nhất, sau khi điều chế mẫu ban đầu trong khối nhiệt, ống NMR được làm nóng tiếp trong lò quay trong ít nhất 1 giờ. Khi đặt vào nam châm, ống được quay ở tần số 10 Hz. Thiết lập này được chọn chủ yếu cho độ phân giải cao và cần định lượng để chính xác sự định lượng hàm lượng etylen. Kích thích xung đơn tiêu chuẩn được sử dụng mà không có NOE, bằng cách sử dụng góc đầu nhọn được tối ưu

hóa, độ trễ tuần hoàn 1 giây và sơ đồ tách WALTZ16 hai cấp (Zhou, Z., Kuemmerle, R., Qiu, X., Redwine, D., Cong, R., Taha, A., Baugh, D. Winniford, B., J. Mag. Reson. 187 (2007) 225; Busico, V., Carbonniere, P., Cipullo, R., Pellecchia, R., Severn, J., Talarico, G., Macromol. Rapid Commun. 2007, 28, 1128). Tổng cộng có 6144 (6k) hiện tượng chuyển tiếp thu được trên mỗi phổ.

Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR định lượng được xử lý, tích hợp và các đặc tính định lượng liên quan được xác định từ các tích phân bằng cách sử dụng các chương trình máy tính độc quyền. Tất cả các chuyển dịch hóa học đều được quy chiếu gián tiếp đến nhóm metylen trung tâm của khối etylen (EEE) ở 30.00 ppm bằng cách sử dụng sự chuyển dịch hóa học của dung môi. Cách tiếp cận này cho phép tham chiếu có thể so sánh được ngay cả khi đơn vị cấu trúc này không có mặt. Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với sự kết hợp của etylen đã được quan sát Cheng, H. N., Macromolecules 17 (1984), 1950). Đối với polyhomopolyme propylen tất cả các dịch chuyển hóa học được quy chiếu nội bộ đến gốc hóa trị năm đẳng cấu metyl (mmmm) ở 21,85 ppm.

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

Sự phân bố chiến thuật được định lượng thông qua sự tích hợp của vùng metyl nằm trong khoảng 23,6-19,7 ppm sửa chữa cho các vị trí bất kỳ không liên quan đến chuỗi âm thanh nổi quan tâm (Busico, V., Cipullo, R., Prog. Polym. Sci. 26 (2001) 443; Busico, V., Cipullo, R., Monaco, G., Vacatello, M., Segre, A.L., Macromolecules 30 (1997) 6251).

Cụ thể là ảnh hưởng của khuyết tật vùng và comonome đến việc định lượng sự phân bố chiến thuật được sửa chữa bằng cách trừ đi khuyết tật vùng đại diện và tích phân comonome từ các vùng tích phân cụ thể của chuỗi âm thanh nổi.

Tính đẳng cấu được xác định ở mức gốc hóa trị năm và được báo cáo dưới dạng phần trăm của chuỗi đẳng cấu gốc hóa trị năm (mmmm) đối với tất cả các chuỗi gốc hóa trị năm:

$$[\text{mmmm}] \% = 100 * (\text{mmmm} / \text{tổng của tất cả các gốc hóa trị năm})$$

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

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

Lượng 2,1 khuyết tật vùng erythro được định lượng bằng cách sử dụng tích phân trung bình của hai vị trí methyl đặc trưng tại 17,7 và 17,2 ppm:

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

Lượng 1,2 propen được chèn chính được định lượng dựa trên vùng methyl với việc hiệu chỉnh được thực hiện đối với các vị trí nằm trong vùng này không liên quan đến việc chèn chính và đối với các vị trí chèn chính bị loại trừ khỏi vùng này:

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

Tổng lượng propen được định lượng là tổng của propen được chèn chính và tất cả các vùng khuyết thiếu khác hiện có:

$$P_{\text{tổng}} = P_{12} + P_{21e}$$

Phần trăm mol của 2,1 khuyết tật vùng erythro được định lượng đối với tất cả propen:

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

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

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

Phân đoạn comonome được định lượng bằng cách sử dụng phương pháp của Wang et. al. (Wang, W-J., Zhu, S., Macromolecules 33 (2000), 1157) thông qua tích hợp nhiều tín hiệu trên toàn bộ vùng quang phổ trong phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$. Phương pháp này được chọn vì tính chất mạnh mẽ và khả năng giải thích cho sự có mặt của khuyết tật vùng khi cần. Các vùng tích phân được điều chỉnh một chút để tăng khả năng ứng dụng trên toàn bộ phạm vi của comonome hàm lượng gặp phải.

Đối với các hệ thống chỉ quan sát thấy etylen đã được tách trong trình tự PPEPP, phương pháp của Wang et. al. được cải biến để giảm ảnh hưởng của tích phân khác 0 của các vị trí đã biết là không có mặt. Cách tiếp cận này làm giảm sự đánh giá quá cao về hàm lượng etylen cho các hệ thống như vậy và đạt được bằng cách giảm số lượng các vị trí được sử dụng để xác định hàm lượng etylen tuyệt đối đến:

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

Thông qua việc sử dụng tập hợp các vị trí này, phương trình tích phân tương ứng trở thành:

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

bằng cách sử dụng cùng một ký hiệu được sử dụng trong bài báo của Wang et. al. (Wang, W.-J., Zhu, S., *Macromolecules* 33 (2000), 1157). Các phương trình được sử dụng đối với hàm lượng propylen tuyệt đối không được cải biến.

Sự kết hợp comonome phần trăm mol được tính toán từ phân đoạn mol:

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

Sự kết hợp comonome phần trăm trọng lượng được tính toán từ phân đoạn mol:

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

Sự phân bố trình tự comonome ở mức bộ ba được xác định bằng cách sử dụng phương pháp phân tích của Kakugo et al. (Kakugo, M., Naito, Y., Mizunuma, K., Miyatake, T. *Macromolecules* 15 (1982) 1150). Phương pháp này được chọn vì tính chất mạnh mẽ của nó và các khu vực tích hợp được điều chỉnh một chút để tăng khả năng áp dụng cho phạm vi rộng hơn của hàm lượng comonome.

Định lượng hàm lượng comonome của chất dẻo nhiệt rắn (PL) bằng quang phổ NMR

Quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân định lượng (NMR) được sử dụng để định lượng hàm lượng comonome của polyme.

Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR định lượng ghi lại ở trạng thái nóng chảy bằng cách sử dụng phổ kế Bruker Avance III 500 NMR vận hành ở 500,13 và 125,76 MHz cho lần lượt ^1H và ^{13}C . Toàn bộ phổ được ghi lại bằng cách sử dụng đầu dò quay tròn góc ma thuật (MAS) 7 mm được tối ưu hóa ^{13}C ở 150°C bằng cách sử dụng khí nitơ cho tất cả các khí nén. Khoảng 200 mg vật liệu được đóng gói vào một roto zirconi MAS đường kính ngoài 7 mm và quay ở tần số 4 kHz. Thiết lập này được chọn chủ yếu cho độ nhạy cao cần thiết để xác định nhanh chóng và định lượng chính xác (Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006;207:382.; Parkinson, M., Klimke, K., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2007;208:2128.; Castignolles, P., Graf, R., Parkinson, M., Wilhelm, M., Gaborieau, M., *Polymer* 50 (2009) 2373; *NMR Spectroscopy of Polymers: Innovative Strategies for Complex Macromolecules*, Chapter 24, 401 (2011)). Kích thích xung đơn tiêu chuẩn được sử dụng bằng cách sử dụng NOE tạm thời với độ trễ chu kỳ ngắn 3

giây (Pollard, M., Klimke, K., Graf, R., Spiess, H.W., Wilhelm, M., Sperber, O., Piel, C., Kaminsky, W., *Macromolecules* 2004;37:813.; Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H.W., Wilhelm, M., *Macromol. Chem. Phys.* 2006;207:382.) và lược đồ tách RS-HEPT (Filip, X., Tripon, C., Filip, C., *J. Mag. Resn.* 2005, 176, 239.; Griffin, J.M., Tripon, C., Samoson, A., Filip, C., and Brown, S.P., *Mag. Res. in Chem.* 2007 45, S1, S198). Tổng cộng có 1024 (1k) hiện tượng chuyển tiếp được thu nhận trên mỗi phổ. Thiết lập này được chọn do độ nhạy cao đối với hàm lượng comonome thấp. Phổ $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ NMR định lượng được xử lý, tích hợp và xác định các đặc tính định lượng bằng cách sử dụng các chương trình tự động hóa phân tích quang phổ tùy chỉnh. Tất cả các chuyển dịch hóa học được tham chiếu nội bộ đến tín hiệu metylen lớn (δ^+) ở 30.00 ppm (J. Randall, *Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys.* 1989, C29, 201.).

Hàm lượng poly(etylen-co-octen) - octen

Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với sự kết hợp của 1-octen được quan sát (J. Randall, *Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys.* 1989, C29, 201.; Liu, W., Rinaldi, P., McIntosh, L., Quirk, P., *Macromolecules* 2001, 34, 4757; Qiu, X., Redwine, D., Gobbi, G., Nuamthanom, A., Rinaldi, P., *Macromolecules* 2007, 40, 6879) và tất cả hàm lượng comonome được tính toán đối với tất cả các monome khác có mặt trong polyme.

Các tín hiệu đặc trưng tạo ra từ sự kết hợp 1-octen đã được tách, tức là trình tự comonome EEOEE, được quan sát. Sự kết hợp 1-octen đã được tách được định lượng bằng cách sử dụng sự tích phân của tín hiệu ở 38,37 ppm. Tích phân này được gán cho các tín hiệu chưa được phân giải tương ứng với cả vị trí $*B6$ và $*\beta B6B6$ của lần lượt trình tự 1-octen kép đã tách (EEOEE) và đã tách không liên tiếp (EEOEOEE). Để bù cho ảnh hưởng của hai vị trí $*\beta B6B6$ tích phân của vị trí $\beta\beta B6B6$ ở 24,7 ppm được sử dụng:

$$O = I_{*B6+*\beta B6B6} - 2 * I_{\beta\beta B6B6}$$

Các tín hiệu đặc trưng do sự kết hợp 1-octen liên tiếp, tức là chuỗi comonome EEOOEE, cũng được quan sát. Sự kết hợp 1-octen liên tiếp như vậy được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 40,57 ppm được gán cho các vị trí $\alpha\alpha B6B6$ tính cho số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$OO = 2 * I_{\alpha\alpha B6B6}$$

Các tín hiệu đặc trưng do sự kết hợp 1-octen đã được tách không liên tiếp, tức là chuỗi comonome EEOEOEE, cũng được quan sát. Sự kết hợp 1-octen đã được tách không liên tiếp như vậy được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 24,7 ppm được gán cho các vị trí $\beta\beta B_6B_6$ tính cho số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$OEO = 2 * I_{\beta\beta B_6B_6}$$

Các tín hiệu đặc trưng do sự kết hợp 1-octen ba đã tách liên tiếp, tức là chuỗi comonome EEOOOEE, cũng được quan sát. Sự kết hợp 1-octen ba đã tách liên tiếp như vậy được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 41,2 ppm được gán cho các vị trí $\alpha\alpha\gamma B_6B_6B_6$ tính cho số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$OOO = 3/2 * I_{\alpha\alpha\gamma B_6B_6B_6}$$

Không có tín hiệu nào khác cho thấy các trình tự comonome khác được quan sát tổng hàm lượng comonome 1-octen được tính toán chỉ dựa trên lượng trình tự comonome 1-octen đã tách (EEOEE), đã tách kép liên tiếp (EEOOOEE), đã tách không liên tiếp (EEOEOEE) và đã tách ba liên tiếp (EEOOOEE):

$$O_{\text{tổng}} = O + OO + OEO + OOO$$

Các tín hiệu đặc trưng do các nhóm kết thúc bão hòa được quan sát. Các nhóm kết thúc bão hòa như vậy được định lượng bằng cách sử dụng tích phân trung bình của hai tín hiệu được phân giải tại 22,84 và 32,23 ppm. Tích phân 22,84 ppm được gán cho các tín hiệu chưa được phân giải tương ứng với cả hai vị trí 2B6 và 2S của lần lượt 1-octen và đầu mạch bão hòa. Tích phân 32,23 ppm được gán cho các tín hiệu chưa được phân giải tương ứng với cả hai vị trí 3B6 và 3S của lần lượt 1-octen và đầu mạch bão hòa. Để bù ảnh hưởng của các vị trí 1-octen 2B6 và 3B6 tổng hàm lượng 1-octen được sử dụng:

$$S = (1/2) * (I_{2S+2B_6} + I_{3S+3B_6} - 2 * O_{\text{tổng}})$$

Hàm lượng comonome etylen được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của các tín hiệu metylen (số lượng lớn) ở 30.00 ppm. Tích phân này bao gồm các vị trí γ và 4B6 từ vị trí 1-octen cũng như δ^+ . Tổng etylen hàm lượng comonome được tính toán dựa trên tích phân lượng lớn và bù cho trình tự 1-octen và các nhóm kết thúc quan sát được:

$$E_{\text{tổng}} = (1/2) * [I_{\text{số lượng lớn}} + 2 * O + 1 * OO + 3 * OEO + 0 * OOO + 3 * S]$$

Cần lưu ý rằng không đòi hỏi phần bù của tích phân số lượng lớn cho sự có mặt của trình tự 1-octen kết hợp ba đã tách (EEOOOEE) vì số lượng dưới và trên đơn vị etylen đã tính là bằng nhau.

Tổng phân đoạn mol của 1-octen trong polyme sau đó được tính toán là:

$$fO = (O_{\text{tổng}} / (E_{\text{tổng}} + O_{\text{tổng}}))$$

Tổng mức kết hợp comonome của 1-octen theo phần trăm mol được tính toán từ phân đoạn mol theo cách tiêu chuẩn:

$$O[\text{mol}\%] = 100 * fO$$

Sự kết hợp phần trăm mol etylen được tính toán từ công thức:

$$E[\text{mol}\%] = 100 - O[\text{mol}\%].$$

Hàm lượng poly(etylen-co-buten) - buten

Các tín hiệu đặc trưng tương ứng với sự kết hợp của 1-buten được quan sát (J. Randall, Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys. 1989, C29, 201) và tất cả hàm lượng comonome được tính toán đối với tất cả các monome khác có mặt trong polyme.

Các tín hiệu đặc trưng do mức kết hợp 1-buten đã tách, tức là EEBEE trình tự comonome, được quan sát. Mức kết hợp 1-buten đã tách được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 39,9 ppm được gán cho các vị trí *B2, tính đến số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$B = I_{*B2}$$

Các tín hiệu đặc trưng do mức kết hợp 1-buten kép liên tiếp, tức là trình tự comonome EEBBEE được quan sát. Mức kết hợp 1-buten kép liên tiếp được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 39,4 ppm được gán cho các vị trí $\alpha\alpha B2B2$ tính đến số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$BB = 2 * I_{\alpha\alpha B2B2}$$

Các tín hiệu đặc trưng do mức kết hợp 1-buten không liên tiếp, tức là trình tự comonome EEBEBEE cũng được quan sát. Mức kết hợp 1-buten không liên tiếp được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 24,7 ppm được gán cho các vị trí $\beta\beta B2B2$ tính đến số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$BEB = 2 * I_{\beta\beta B2B2}$$

Do sự chồng lấp của các vị trí *B2 và $\beta\beta B2B2$ của lần lượt 1-buten đã kết hợp tách (EEBEE) và không liên tiếp (EEBEBEE) tổng lượng của mức kết hợp 1-buten đã tách được hiệu chỉnh dựa trên lượng 1-buten không liên tiếp có mặt:

$$B = I_{*B2} - 2 * I_{\beta\beta B2B2}$$

Các tín hiệu đặc trưng do mức kết hợp 1-buten liên tiếp ba, tức là trình tự comonome EEBBBEE được quan sát. Mức kết hợp 1-buten ba liên tiếp được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của tín hiệu ở 40,4 ppm được gán cho các vị trí $\alpha\alpha\gamma B2B2B2$ tính đến số lượng các vị trí báo cáo trên mỗi comonome:

$$BBB = 3 * I_{\alpha\alpha\gamma B2B2B2}$$

Không có tín hiệu nào khác cho thấy trình tự comonome khác, tức là sự khởi đầu chuỗi buten, tổng hàm lượng comonome 1-buten quan sát được được tính toán chỉ dựa trên lượng trình tự comonome 1-buten đã tách (EEBEE), liên tiếp kép (EEBBEE), không liên tiếp (EEBEBEE) và liên tiếp ba (EEBBBEE):

$$B_{\text{tổng}} = B + BB + BEB + BBB$$

Các tín hiệu đặc trưng do các nhóm kết thúc bão hòa được quan sát. Hàm lượng của các nhóm kết thúc bão hòa như vậy được định lượng bằng cách sử dụng giá trị trung bình của tích phân của các tín hiệu tại 22,84 và 32,23 ppm được gán cho lần lượt các vị trí 2s và 3s:

$$S = (1/2) * (I_{2s} + I_{3s})$$

Hàm lượng tương đối của etylen được định lượng bằng cách sử dụng tích phân của số lượng lớn tín hiệu metylen ($\square +$) ($\delta +$) ở 30.00 ppm:

$$E = (1/2) * I_{\delta +}$$

Tổng etylen hàm lượng comonome được tính toán dựa trên các tín hiệu metylen số lượng lớn và tính đến đơn vị etylen có mặt trong trình tự comonome được quan sát được khác hoặc các nhóm kết thúc:

$$E_{\text{tổng}} = E + (5/2) * B + (7/2) * BB + (9/2) * BEB + (9/2) * BBB + (3/2) * S$$

Tổng phân đoạn mol của 1-buten trong polyme sau đó được tính toán là:

$$fB = (B_{\text{tổng}} / (E_{\text{tổng}} + B_{\text{tổng}}))$$

Tổng mức kết hợp comonome của 1-buten theo phần trăm mol được tính toán từ phân đoạn mol theo cách thông thường:

$$B [\text{mol}\%] = 100 * fB$$

Sự kết hợp phần trăm mol etylen được tính toán từ công thức:

$$E [\text{mol}\%] = 100 - B [\text{mol}\%].$$

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

Các giá trị trung bình của khối lượng phân tử (M_w , M_n), và phân phối trọng lượng phân tử (MWD), tức là M_w/M_n (trong đó M_n là trọng lượng phân tử trung bình

số và Mw là trọng lượng phân tử trung bình khối), được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm gel (GPC) theo tiêu chuẩn ISO 16014-4:2003 và ASTM D 6474-99. A Thiết bị PolymerChar GPC, được trang bị đầu dò hồng ngoại (IR) được sử dụng với 3 cột Olexis và 1x Olexis Guard từ Polymer Laboratories và 1,2,4-trichlorobenzene (TCB, được làm ổn định bằng 250 mg/L 2,6-Di tert butyl-4-methyl-phenol) làm dung môi ở 160°C và ở tốc độ dòng không đổi là 1 mL/phút. 200 µL dung dịch mẫu được phun mỗi lần phân tích. Tập hợp cột được hiệu chỉnh bằng cách sử dụng hiệu chuẩn phổ quát (theo tiêu chuẩn ISO 16014-2:2003) với ít nhất 15 sợi polystyrene narrow MWD hẹp (PS) nằm trong khoảng từ 0,5 kg/mol đến 11 500 kg/mol. Các hằng số Mark Houwink cho PS, PE và PP được sử dụng như được mô tả theo ASTM D 6474-99. Tất cả các mẫu được chuẩn bị bằng cách hòa tan 5,0 - 9,0 mg polyme trong 8 mL (ở 160°C) TCB đã được làm ổn định (giống như pha động) trong 2,5 giờ đối với PP hoặc 3 giờ đối với PE ở mức tối đa. 160°C trong điều kiện lắc nhẹ liên tục trong bộ lấy mẫu tự động của thiết bị GPC.

Nhiệt độ nóng chảy và mức độ kết tinh

Phân tích DSC: nhiệt độ nóng chảy (Tm), nhiệt độ kết tinh (Tc): được đo bằng nhiệt lượng kế quét vi sai Q2000 của TA Instrument (DSC) trên 5 đến 7 mg mẫu. DSC chạy theo tiêu chuẩn ISO 11357/phần 3/phương pháp C2 trong chu trình nhiệt/mát/nhiệt với tốc độ quét 10°C/phút ở nhiệt độ nằm trong khoảng - 30 đến +230°C. Nhiệt độ kết tinh được xác định từ bước làm nguội, trong khi nhiệt độ nóng chảy được xác định từ quá trình quét nhiệt.

Độ nhớt trong được đo theo tiêu chuẩn DIN ISO 1628/1, tháng 10 năm 1999 (tại Decalin ở 135°C).

Phần hòa tan xylen (XCS, % khối lượng): Hàm lượng của phần hòa tan lạnh xylen (XCS) được xác định ở 25°C theo tiêu chuẩn ISO 16152; Ấn bản đầu tiên; 2005-07-01. Phần không hòa tan được là phần đoạn không hòa tan lạnh xylen (XCI).

Môđun uốn: Môđun uốn được xác định trong thử nghiệm uốn cong 3 điểm theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các thanh thử nghiệm 80x10x4 hoặc 3 hoặc 2 mm như được chỉ định được đúc phun ở 23°C phù hợp với EN ISO 1873-2. Trong trường hợp của mẫu không được tạo bọt 80x10x4 mm tốc độ thử nghiệm để xác định mô-đun là 2 mm/giây, trong khi đối với mẫu có kích thước 80x10x3 hoặc 2 mm, tốc độ thử nghiệm là 1,3 mm/giây.

Thử nghiệm va đập có khía Charpy: Độ bền va đập có khía Charpy (Charpy NIS) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179 2C/DIN 53453 ở +23°C, bằng cách sử dụng mẫu thử nghiệm thanh đúc phun có kích thước 80x10x4 mm điều chế được theo tiêu chuẩn ISO 294ISO 294-1:1996.

Năng lượng đâm thủng và năng lượng đến lực tối đa được xác định trên các mẫu có kích thước 100x148x2 hoặc 3 mm trong quá trình thử nghiệm va đập trọng lượng rơi bằng thiết bị theo tiêu chuẩn ISO 6603-2. Thử nghiệm được thực hiện ở nhiệt độ trong phòng với một đầu gạt được bôi trơn có đường kính 20 mm và vận tốc va chạm là 10 mm/giây. Cơ chế biến dạng được phân loại theo tiêu chuẩn ISO 6603-2: 2000 – Chapter 8: Calculations.

Lỗi bình phương trung bình (MSE) là giá trị cung cấp thông tin về tính đồng nhất của bề mặt. Giá trị này được tính toán theo phương pháp được mô tả chi tiết trong WO 2010/149529, toàn bộ nội dung được kết hợp vào bản mô này bằng cách viện dẫn. Một hệ thống đo lường quang học, như được mô tả bởi Sybille Frank et al. trong PPS 25 Intern. Conf. Polym. Proc. Soc 2009 hoặc Proceedings of the SPIE, Volume 6831, pp 68130T-68130T-8 (2008) được sử dụng để mô tả chất lượng bề mặt.

Phương pháp này bao gồm hai khía cạnh:

1. Ghi hình ảnh:

Nguyên tắc cơ bản của hệ thống đo lường là chiếu sáng các tấm bằng một nguồn sáng xác định (LED) trong một môi trường kín và ghi lại hình ảnh bằng hệ thống camera CCD.

2. Phân tích hình ảnh:

Mẫu được chiếu sáng từ một phía và phần phản xạ hướng lên của ánh sáng bị lệch qua hai gương đến cảm biến CCD. Hình ảnh giá trị xám đã tạo được phân tích theo dòng. Từ độ lệch ghi lại của các giá trị màu xám, giá trị trung bình lỗi bình phương trung bình (MSEaverage) hoặc trung bình sai số trung bình tối đa (MSEmax) được tính toán cho phép định lượng chất lượng bề mặt/tính đồng nhất, tức là giá trị MSE càng cao thì khuyết tật bề mặt càng rõ rệt.

Các giá trị MSEaverage được thu thập trên các mẫu đúc phun nhỏ gọn 440x148x2,8 mm được sản xuất bằng hạt K50. Các mẫu được ép phun với thời gian lấp đầy là 3 giây.

Các điều kiện khác:

Nhiệt độ nóng chảy: 240°C

Nhiệt độ khuôn: 30°C

Áp suất động: thủy lực 10 bar

Trong trường hợp các tấm đúc phun có bọt, việc đánh giá định tính bề mặt được thực hiện bằng cách thu thập hình ảnh từ bề mặt của các mảng A5.

2. Ví dụ

Điều chế chất xúc tác cho HECO1 và HECO3

Trước tiên, 0,1 mol $\text{MgCl}_2 \times 3 \text{ EtOH}$ được tạo huyền phù trong điều kiện khí trơ trong 250 ml decan trong thiết bị phản ứng ở áp suất khí quyển. Dung dịch được làm lạnh đến nhiệt độ -15°C và 300 ml TiCl_4 lạnh được bổ sung trong khi duy trì nhiệt độ ở mức này. Sau đó, nhiệt độ của huyền phù được tăng từ từ lên 20°C . Ở nhiệt độ đó, 0,02 mol dioctylphthalat (DOP) được bổ sung vào huyền phù. Sau khi bổ sung phthalat, nhiệt độ được tăng lên 135°C trong 90 phút và huyền phù được để yên trong 60 phút. Sau đó, 300 ml TiCl_4 khác được bổ sung và nhiệt độ được giữ ở 135°C trong 120 phút. Sau đó, chất xúc tác được lọc từ chất lỏng và rửa sáu lần với 300 ml heptan ở 80°C . Sau đó, thành phần xúc tác rắn được lọc và làm khô. Chất xúc tác và khái niệm điều chế nó được mô tả chung, ví dụ, trong các đơn châu Âu số EP 491566, EP 591224 và EP 586390.

Chất xúc tác được cải biến tiếp (cải biến VCH chất xúc tác). 35 ml dầu khoáng (Paraffinum Liquidum PL68) được bổ sung vào thiết bị phản ứng bằng thép không gỉ 125 ml tiếp theo là 0,82 g nhôm trietyl (TEAL) và 0,33 g dixyclopentyl dimetoxi silan (chất cho D) trong điều kiện khí trơ ở nhiệt độ trong phòng. Sau 10 phút, 5,0 g của chất xúc tác được điều chế trên đây (hàm lượng Ti 1,4% khối lượng) được bổ sung và after Ngoài ra 20 minutes 5,0 g vinylxyclohexan (VCH) được bổ sung. Nhiệt độ được tăng lên đến $+60^\circ\text{C}$ trong 30 phút và được giữ ở đó trong 20 giờ. Cuối cùng, nhiệt độ được giảm xuống $+20^\circ\text{C}$ và nồng độ VCH không phản ứng trong hỗn hợp dầu / chất xúc tác được phân tích và được tìm thấy là 200 ppm trọng lượng.

Điều chế chất xúc tác cho HECO2

Chất xúc tác để điều chế HECO2 là chất xúc tác thương mại ZN180M của Lyondell Basell được sử dụng cùng với dixyclopentyl dimetoxi silan (chất cho D) làm chất cho.

Tỷ lệ nhôm và chất cho, tỷ lệ nhôm và titan và điều kiện polyme hóa được chỉ ra trong Bảng 1.

Bảng 1:Điều chế HECO1, HECO2 và HECO3

		HECO1	HECO2	HECO3
Polyme hóa sơ bộ				
TEAL/Ti	[mol/mol]	200	220	220
TEAL/chất cho	[mol/mol]	10,3	10	7,3
Nhiệt độ	[°C]	30	30	30
Thời gian ổn định	[h]	0,26	0,08	0,08
Vòng				
Nhiệt độ	[°C]	76	75	72
Mức tách	[%]	47,5	52	30
Tỷ lệ H2/C3	[mol/kmol]	24,7	22	15
Tỷ lệ C2/C3	[mol/kmol]	0	0	0
MFR ₂	[g/10 phút]	160	160	55
XCS	[% khối lượng]	2,1	2,0	2,0
Hàm lượng C2	[% mol]	0	0	0
GPR 1				
Nhiệt độ	[°C]	80	80	80
Áp suất	[kPa]	2400	2200	2231
Mức tách	[%]	31,7	34	40
Tỷ lệ H2/C3	[mol/kmol]	44,8	175	150
Tỷ lệ C2/C3	[mol/kmol]	0	0	0
MFR ₂	[g/10 phút]	55	160	55
XCS	[% khối lượng]	2,0	13,0	2,0
Hàm lượng C2	[% mol]	0	0	0
GPR 2				
Nhiệt độ	[°C]	67	80	70
Áp suất	[kPa]	2100	2190	2291
Mức tách	[%]	11,7	14	20
Tỷ lệ C2/C3	[mol/kmol]	242	550	584
Tỷ lệ H2/C2	[mol/kmol]	22,8	250	117
MFR ₂	[g/10 phút]	20	95	11
XCS	[% khối lượng]	18	15	18
IV (XCS)	[dl/g]	Nd	2,3	nd
C2 (XCS)	[% mol]	Nd	50	nd
Hàm lượng C2	[% mol]	10	8,7	17,5
GPR 3				
Nhiệt độ	[°C]	67		85
Áp suất	bar	1500		1421
Mức tách	[%]	9,1		15
Tỷ lệ C2/C3	[mol/kmol]	250		585
Tỷ lệ H2/C2	[mol/kmol]	22,4		93
MFR ₂	[g/10 phút]	5,50		11
XCS	[% khối lượng]	25		32
IV (XCS)	[dl/g]	6,3		3,1
C2 (XCS)	[% mol]	28,5		48
Hàm lượng C2	[% mol]	7		18,5

C2	etylen
Tỷ lệ H2/C3	tỷ lệ hydro / propylen
Tỷ lệ C2/C3	tỷ lệ etylen / propylen
Tỷ lệ H2/C2	tỷ lệ hydro / etylen
GPR 1/2/3	thiết bị phản ứng pha khí thứ nhất/thứ hai/thứ ba
Vòng	Thiết bị phản ứng dạng vòng

Trạm thử nghiệm Borstar PP bao gồm thiết bị phản ứng polyme hóa sơ bộ dạng thùng khuấy, thiết bị phản ứng dạng vòng khối lượng lớn chất lỏng, và một, hai hoặc ba thiết bị phản ứng pha khí (GPR1 đến GPR3) được sử dụng cho quy trình polyme hóa chính. Bột polyme thu được được trộn trong máy đùn trục vít kép cùng quay Coperion ZSK 57 ở 220°C với 0,2% khối lượng của Irganox B225 (hỗn hợp phối trộn 1:1 của Irganox 1010 (Pentaerythrityl-tetrakis(3-(3',5'-di-tert.butyl-4-hydroxytoluyl)-propionat và tris (2,4-di-t-5 butylphenyl) phosphat) phosphua) của BASF AG, Đức) và 0,05% khối lượng canxi stearat.

Điều chế chế phẩm (C)

Các ví dụ theo sáng chế IE1, IE2 và IE4 và các ví dụ so sánh CE1, CE2 và CE3 và E4

HECO1, HECO2, HECO3, H-PP, PL, HDPE và chất độn vô cơ được phối trộn trong máy đùn trục vít kép cùng quay với các lượng như được chỉ ra trong Bảng 2. Hỗn hợp polyme nóng chảy được đẩy ra và đóng viên.

Quy trình tạo bột ép phun được thực hiện trên máy Engel E380 bằng cách sử dụng 3% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, mẻ chính của tác nhân thổi hóa chất POLYTHLENE EE25C được sản xuất bởi EIWA CHEMI-CAL IND. CO., LTD, bao gồm tác nhân tạo bột natri hydro cacbonat được phân tán trong nền polyetylen. Vật liệu được tạo bột bằng cách sử dụng công nghệ lõi trở lại từ độ dày ban đầu 2 mm đến độ dày cuối 3 mm.

Bảng 2: Đặc tính của các chế phẩm của các ví dụ so sánh và các ví dụ theo sáng chế

		IE1	CE1	IE2	CE2	E4	IE4	CE3
HECO1	[% khối lượng]	78,50		78,50		21,00	78,50	
HECO2	[% khối lượng]					48,90		
HECO3	[% khối lượng]		61,50		63,50			63,50
H-PP	[% khối lượng]	20,00	37,00	15,00	30,00		5,00	20,00
HDPE	[% khối lượng]					6,00		
PL	[% khối lượng]					7,00		
Bột talc	[% khối lượng]			5,00	5,00	10,00	15,00	15,00
Tác nhân tạo nhân	[% khối lượng]					0,20		
Chất phụ gia chống trượt	[% khối lượng]					2,00		

xước								
Chất phụ gia làm ổn định	[% khối lượng]					1,40		
Muội than	[% khối lượng]	1,50	1,50	1,50	1,50	3,50	1,5	1,5
Đặc tính của mẫu tiêu chuẩn không được tạo bọt, độ dày 4 mm								
XCS được tính toán	[% khối lượng]	20	20	20	20	19	20	20
MFR ₂	[g/10 phút]	10	23	8	22	21	6,18	13,9
Môđun uốn	[MPa]	1202	1240	1514	1532	1700	2150	2200
Độ bền va đập Charpy, +23°C	[kJ/m ²]	36	13	38	12	15	40	11
MSE 3 giây	-	5	8	4	5	6	17	13
Đặc tính của mẫu được cắt từ mảng không được tạo bọt, độ dày 2 mm								
Môđun uốn	[MPa]	1331	1303	1624	1627	1841	2250	2340
Năng lượng đâm thủng, +23°C	[J]	31	28	31	26	29	30	19
Năng lượng ở mức tối đa, +23°C	[J]	11	11	13	12	12	12	11
Đặc tính của mẫu được cắt từ mảng đã được tạo bọt, độ dày 3 mm								
Môđun uốn	[MPa]	875	885	1115	1130	1373	1588	1651
Năng lượng đâm thủng, +23°C	[J]	19	9	19	8,5	15	19	9
Năng lượng ở mức tối đa, +23°C	[J]	10	8	11	7	11	11	6
Cơ chế biến dạng	-	dễ uốn	giòn	dễ uốn	giòn	dễ uốn	dễ uốn	giòn

H-PP là homopolyme propylen thương mại HJ120UB của Borealis AG có tốc độ dòng nóng chảy MFR₂ (230°C) của 75 g/10 phút, tỷ trọng of 905 kg/m³ và nhiệt độ chuyển tiếp thủy tinh T_g là +2°C.

PL là chất dẻo nhiệt rắn copolyme etylen-octen thương mại Engage 8842 của Dow Chemical Co.

HDPE là polyetylen tỷ trọng cao thương mại MB7541 của Borealis.

Tác nhân tạo nhân là ADK STAB NA-21 hydroxybis (2,4,8,10-tetra-tert. butyl-6-hydroxy-12H-dibenzo(d,g)(1,3,2) dioxaphosphocin 6-oxidato) nhôm.

Talc là Talc Luzenac T84 thương mại của Imerys.

Muội than là mẻ chính chứa 70% khối lượng của polyetylen tỷ trọng tuyến tính (LDPE) và 30% khối lượng muội than, với MFR (190°C/21,6 kg) là 15 g/10 phút.

Chất phụ gia chống trầy xước là dimetyl siloxan trên cơ sở mẻ chính từ Dow Corning.

Chất phụ gia làm ổn định 0,2% khối lượng chất ổn định ánh sáng UV (hỗn hợp với tỷ lệ 1:1 của *n*-Hexadexyl-3,5-di-*t*-butyl-4-hydroxybenzoat và hỗn hợp của este của 2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidinol và axit béo bậc cao); 0,15% khối lượng Octadexyl 3-(3',5'-di-tert. butyl-4-hydroxyphenyl)propionat; 0,10% khối lượng của Tris (2,4-di-*t*-

butylphenyl) phosphua; 0,95% khối lượng của polyhomopolyme propylen HC001A-B1.

IE1 của ví dụ theo sáng chế cho thấy mức bổ sung HECO1 đến homopolyme polypropylen lớn hơn 50% khối lượng giúp đạt được năng lượng đâm thủng và năng lượng ở lực tối đa ở mức cao đối với bộ phận đã được tạo bọt đó không phải là trường hợp của ví dụ so sánh tương ứng CE1. Kết quả tương tự đã được quan sát đối với chế phẩm IE2 và E4 được nạp tiếp với chất độn vô cơ.

E4 là chế phẩm có đặc tính tương tự như IE1, IE2 và IE4 đã đạt được ở hàm lượng thấp hơn của HECO1 nhưng kết hợp với HECO2, HDPE và chất dẻo nhiệt rắn là copolyme của etylen và C_8 α -olefin. Về bề ngoài của bề mặt của các chế phẩm của các ví dụ theo sáng chế là rất tốt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) bao gồm:
 - a) copolyme propylen dị pha (HECO1) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 3 đến 10 g/10 phút và phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 10,0 đến 30,0% khối lượng, copolyme propylen dị pha (HECO1) này bao gồm:
 - i) nền (M1) là polyme propylen (PP1) và
 - ii) copolyme propylen đàn hồi (E1) được phân tán trong nền này,
 - b) homopolyme propylen (H-PP),
 - c) tùy ý chất độn vô cơ (F), và
 - d) ít nhất một tác nhân tạo bột (FA) được chọn từ các tác nhân tạo bột hóa học và vật lý, theo đó chế phẩm (C) bao gồm:
 - i) 68,0 đến 96,99% khối lượng của copolyme propylen dị pha (HECO1),
 - ii) 3,0 đến 30,0% khối lượng của homopolyme propylen (H-PP),
 - iii) 0 đến 18,0% khối lượng của chất độn vô cơ (F), và
 - iv) 0,01 đến 4,0% khối lượng của tác nhân tạo bột (FA),tính theo tổng lượng chế phẩm polypropylen (C).
2. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm 1, trong đó copolyme propylen dị pha (HECO1) có:
 - i) hàm lượng comonome của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) $\leq 45,0\%$ mol, tốt hơn là $\leq 40,0\%$ mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5,0 đến 40,0% mol, và/hoặc
 - ii) độ nhớt trong (IV) của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) $> 3,5$ dl/g.
3. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm này còn bao gồm copolyme propylen dị pha (HECO2) bao gồm:
 - i) nền (M2) là polyme propylen (PP2) và
 - ii) copolyme propylen đàn hồi (E2) được phân tán trong nền này.

4. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm 3, trong đó copolyme propylen dị pha (HECO2) có:
 - i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50 đến 120 g/10 phút, và/hoặc
 - ii) phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 12,0 đến 35,0% khối lượng, và/hoặc
 - iii) hàm lượng comonome của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) nằm trong khoảng từ 35,0 đến 65,0% mol, và/hoặc
 - iv) độ nhớt trong (IV) của phân đoạn hòa tan lạnh xylen (XCS) < 3,5 dl/g.
5. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm 4, trong đó chế phẩm này còn bao gồm polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) và/hoặc chất dẻo nhiệt rắn (PL) là copolyme của etylen và C₄-C₈ α-olefin.
6. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nền (M1) của copolyme propylen dị pha (HECO1) và/hoặc nền (M2) của copolyme propylen dị pha (HECO2) có tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C, 2,16 kg) được đo theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 50,0 đến 200,0 g/10 phút.
7. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tốt hơn nếu homopolyme propylen (H-PP) là homopolyme propylen bán kết tinh (H-PP), có:
 - i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 40,0 đến 120,0 g/10 phút, và/hoặc
 - ii) nhiệt độ nóng chảy T_m nằm trong khoảng từ 158 đến 168°C.
8. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất độn vô cơ (F) là bột talc và/hoặc muối than.
9. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bột (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tác nhân tạo bột (FA) là tác nhân tạo bột hóa học, tốt hơn là bicacbonat và hỗn hợp của axit xitric và bicacbonat.

10. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó trước khi tạo bọt chế phẩm này có:
- i) tốc độ dòng nóng chảy MFR2 (230°C) được xác định theo tiêu chuẩn ISO 1133 nằm trong khoảng từ 1,0 đến 40,0 g/10 phút, và/hoặc
 - ii) độ bền va đập Charpy (NIS+23) được đo theo tiêu chuẩn ISO 179-1eA:2000 ở +23°C là ít nhất 14 kJ/m², như nằm trong khoảng từ 14 đến 60 kJ/m², và/hoặc
 - iii) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 trên các tấm có độ dày mm là ít nhất 1300 MPa, như nằm trong khoảng từ 1300 đến 2600 MPa, và/hoặc
 - iv) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 28 J, như nằm trong khoảng từ 28 đến 38 J.
11. Chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó sau khi tạo bọt trên các tấm có độ dày 3 mm chế phẩm này có:
- i) môđun uốn theo tiêu chuẩn ISO 178 là ít nhất 800 MPa, như nằm trong khoảng từ 800 đến 1900 MPa, và/hoặc
 - ii) năng lượng đâm thủng được đo theo tiêu chuẩn ISO 6603-2 (trên các mẫu có kích thước 60x60x2 mm³) ở +23°C là ít nhất 10 J, như nằm trong khoảng từ 10 đến 28 J.
12. Bộ phận đã được tạo bọt, tốt hơn là bộ phận của ô tô đã được tạo bọt, bao gồm chế phẩm polypropylen có thể tạo bọt (C) theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11.