



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

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

(11)



1-0052064

(51)^{2022.01} C08F 4/654; C08F 10/00; C08F 10/06

(13) B

(21) 1-2023-04806

(22) 21/12/2021

(86) PCT/JP2021/047302 21/12/2021

(87) WO 2022/138634 30/06/2022

(30) 2020-211715 21/12/2020 JP

(45) 25/09/2025 450

(43) 27/11/2023 428A

(73) MITSUI CHEMICALS, INC. (JP)

2-1, Yaesu 2-chome, Chuo-ku, Tokyo 104-0028, Japan

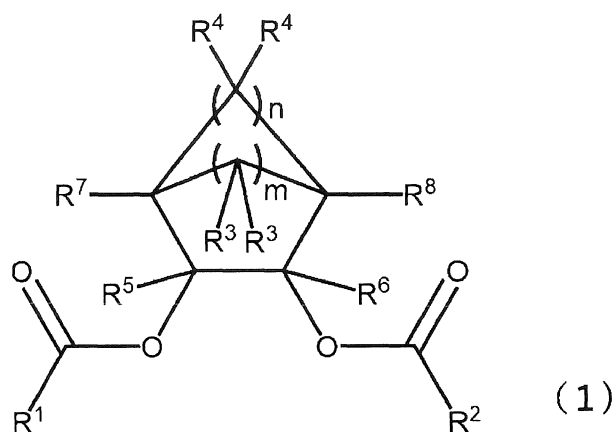
(72) KIMURA Takashi (JP); ISOGAI Makoto (JP); NAKAYAMA Yasushi (JP);
MICHIE Kenji (JP); JINNAI Takashi (JP); YAMADA Wataru (JP); TAKANO
Shotaro (JP); TERAOKA Hiroshi (JP); YANO Takaaki (JP); TOTANI Yoshiyuki (JP);
MOORTHY Sunil Krzysztof (PL); NAKANO Takashi (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) THÀNH PHẦN CHẤT XÚC TÁC TITAN RẮN, CHẤT XÚC TÁC POLYME HÓA
OLEFIN, PHƯƠNG PHÁP POLYME HÓA OLEFIN VÀ POLYME PROPYLEN

(21) 1-2023-04806

(57) Sáng chế đề cập đến thành phần chất xúc tác titan rắn, chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, và phương pháp polyme hóa olefin mà cho phép polyme olefin có tính đều lập thể cao hơn và phân bố trọng lượng phân tử tốt hơn so với các polyme thông thường được sản xuất theo cách rất tích cực. Ngoài ra, sáng chế đề xuất polyme propylen có các đặc tính vật lý khác với các đặc tính vật lý của các polyme propylen thông thường. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) dùng cho sản xuất polyme olefin chứa titan, magie, halogen, và hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây. Ưu tiên là, polyme propylen mà thu được bằng cách phương pháp polyme hóa olefin và có các đặc tính nhiệt cụ thể như được xác định chủ yếu bằng phân tích nhiệt quét vi sai (DSC).



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

[0001]

Sáng chế đề cập đến thành phần chất xúc tác titan rắn, chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin chứa thành phần chất xúc tác titan rắn, phương pháp polyme hóa olefin gồm chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, và polyme propylen.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

[0002]

Cho đến nay, các chất xúc tác đã biết mà được sử dụng để sản xuất polyme olefin như là homopolyme etylen, homopolyme α -olefin hoặc copolyme etylen/ α -olefin gồm các chất xúc tác chứa hợp chất titan được mang trên magie halogenua được hoạt hóa. Dưới đây, “homopolyme hóa” và “copolyme hóa” có thể được gọi chung là “polyme hóa”.

[0003]

Chẳng hạn, các chất xúc tác chứa titan tetrachlorua hoặc titan trichlorua được gọi là các chất xúc tác Ziegler-Natta, và các chất xúc tác chứa hợp chất hữu cơ kim loại và thành phần chất xúc tác titan rắn gồm có magie, titan, halogen, và chất cho điện tử được biết đến rộng rãi là các chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin như vậy.

[0004]

Các chất xúc tác nói sau thể hiện hoạt tính cao trong polyme hóa các α -olefin như là etylen, propylen, và 1-buten. Các polyme α -olefin thu được có thể có tính đều lập thể cao.

[0005]

Trong số các chất xúc tác ở trên, đã được báo cáo rằng hoạt tính polyme hóa và tính lập thể đặc thù tuyệt vời được chứng minh khi chất xúc tác gồm có thành phần chất xúc tác titan rắn mang chất cho điện tử được lựa chọn từ các este axit carboxylic được thể hiện đặc trưng bởi các este axit phtalic, hợp chất nhôm-alkyl là thành phần đồng xúc tác, và hợp chất silic có ít nhất một Si-OR (trong đó R là nhóm hydrocacbon) được sử dụng cụ thể (ví dụ, Tài liệu sáng chế 1). Ngoài các este axit phtalic, một số lượng lớn các chất cho điện tử như là các hợp chất polyete đang được nghiên cứu.

[0006]

Về nghiên cứu liên quan đến hợp chất este là chất cho điện tử, chất xúc tác chứa este axit carboxylic có hai hoặc nhiều nhóm este (ví dụ, Tài liệu sáng chế 2) cũng được bộc lộ. Chủ đơn sáng chế này cũng đã báo cáo về một hợp chất este có cấu tạo vòng cụ thể tạo ra, theo cách rất tích cực, polyolefin có phân bố trọng lượng phân tử rộng (Tài liệu sáng chế 3).

[0007]

Chất xúc tác có este axit succinic được thể là chất cho điện tử được báo cáo là chất xúc tác mà tạo ra polyolefin có phân bố trọng lượng phân tử rộng. Chủ đơn sáng chế này cũng đã báo cáo về một chất xúc tác chứa polyeste axit carboxylic có cấu tạo vòng cụ thể (Tài liệu sáng chế 4).

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

[0008]

Tài liệu sáng chế 1: JP57-63310A

Tài liệu sáng chế 2: JP2005-517746A

Tài liệu sáng chế 3: WO2008/010459

Tài liệu sáng chế 4: WO2006/077945

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

[0009]

Polypropylen (polyme propylen) là polyme của olefin có 3 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn được biết có tiềm năng thể hiện tính chịu nhiệt và độ cứng có thể so sánh được với các chất dẻo kỹ thuật có mục đích thông thường trong khi có cấu tạo hydrocacbon. Polyolefin, mà là cấu tạo hydrocacbon, là vật liệu gây ra gánh nặng môi trường tương đối thấp bởi sinh ra khí độc một cách tối thiểu trong khi thiêu hủy đốt cháy hoặc tái chế nhiệt (phương pháp tái chế để thu hồi năng lượng nhiệt bằng cách đốt cháy như, ví dụ, năng lượng điện).

[0010]

Cũng đã biết rằng tính chịu nhiệt của polyme propylen phụ thuộc nhiều vào tính đều lập thể có nó, và độ cứng bị ảnh hưởng không những bởi tính đều lập thể mà còn cả phân bố trọng lượng phân tử. Trong khi các kỹ thuật đã phát triển mà kiểm soát tính đều lập thể đến mức độ đáng kể, mong đợi rằng với sự tiến bộ gần đây về công nghệ đúc thì các polyme có tính đều lập thể cao hơn có thể thể hiện các đặc tính vật lý ngoài mong đợi. Đồng thời có phân bố trọng lượng phân tử

rộng hơn có thể cũng cải thiện thêm sự cân bằng đặc tính vật lý. Mặt khác, từ quan điểm về bảo vệ môi trường và kinh tế, sự phát triển về các chất xúc tác thể hiện hoạt tính cao hơn được yêu cầu.

[0011]

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất thành phần chất xúc tác titan rắn, chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, và phương pháp polyme hóa olefin mà cho phép polyme olefin có tính đều lập thể cao hơn và phân bố trọng lượng phân tử tốt hơn so với các polyme thông thường được sản xuất theo cách rất tích cực. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất polyme propylen có các đặc tính vật lý khác biệt với các đặc tính của các polyme propylen thông thường.

Biện pháp giải quyết vấn đề

[0012]

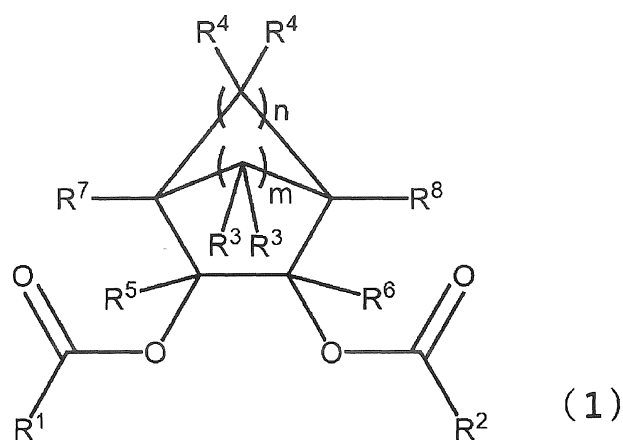
Kết quả của việc nghiên cứu kỹ lưỡng là các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng thành phần chất xúc tác titan rắn chứa hợp chất este đa hóa trị có cấu tạo vòng béo cụ thể cho phép polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng và tính đều lập thể rất cao được sản xuất theo cách rất tích cực, và đã hoàn thành sáng chế. Sáng chế đề cập đến các mục từ [1] đến [13] dưới đây, chẳng hạn.

[0013]

[1] Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) gồm titan, magie, halogen, và hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây:

[0014]

[Công thức 1]



trong đó mỗi m và n độc lập là số nguyên từ 1 đến 5, với mỗi quan hệ là $m+n \geq 4$ được đáp ứng;

R^1 và R^2 mỗi nhóm độc lập là nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon; nhiều R^3 , nhiều R^4 , và R^5 đến R^8 mỗi nhóm độc lập là nhóm được lựa chọn từ nguyên tử hydro, nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc nguyên tử halogen; nguyên tử hydro, nguyên tử cacbon, hoặc cả hai, của R^1 đến R^8 được thay thế tùy ý bởi ít nhất một nguyên tử được lựa chọn từ nhóm gồm có nguyên tử nitơ, nguyên tử oxy, nguyên tử phospho, nguyên tử halogen, và nguyên tử silic; hai hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^5 đến R^8 được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; R^3 được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^4 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; các nhóm R^3 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; trong khi các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mỗi quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội; R^4 được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^3 và R^5 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng

hoặc đa vòng, và các phần tử thể liên kề được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; các nhóm R^4 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; và trong khi các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon liên kề được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội.

[0015]

[2] Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo mục [1], trong đó m là 2 hoặc lớn hơn, và n là 2 hoặc lớn hơn.

[3] Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo mục [1], trong đó R^3 đến R^8 là các phần tử thể độc lập.

[0016]

[4] Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo mục [1], trong đó R^1 và R^2 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyl được thế hoặc không được thế, nhóm aryl được thế hoặc không được thế, hoặc nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế.

[0017]

[5] Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo mục [1], trong đó R^3 đến R^8 mỗi nhóm độc lập là nhóm được lựa chọn từ nguyên tử hydro, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyloxy được thế hoặc không được

thế, nhóm xycloalkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm aryl được thế hoặc không được thế, nhóm aryloxy được thế hoặc không được thế, nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế, hoặc nhóm heteroaryloxy được thế hoặc không được thế.

[0018]

[6] Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, gồm: thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo mục [1]; và thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) gồm nguyên tố kim loại được lựa chọn từ Nhóm 1, Nhóm 2, và Nhóm 13 của bảng tuần hoàn.

[0019]

[7] Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin theo mục [6], còn gồm chất cho điện tử (III).

[8] Phương pháp polyme hóa olefin, gồm polyme hóa olefin với sự có mặt của chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin theo mục [6] hoặc [7].

[0020]

[9] Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αH) đến (δH) dưới đây:

(αH) MFR $\geq 10g/10$ phút

(βH) $\Delta H \geq 80$ J/g

(γH) ΔH (cao) $\geq 10\%$

(δH) [ΔH (trung gian) / ΔH (thấp)] $>$ [ΔH (cao) / ΔH (trung gian)]

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (αH) đến (δH) là như sau:

MFR: Tốc độ dòng nóng chảy (g/10 phút) được xác định ở 230°C ở tải trọng là 2,16kg theo tiêu chuẩn ASTM 1238;

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bằng phương pháp DSC;

ΔH (cao): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH ;

ΔH (trung gian): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%.

[0021]

[10] Polyme propylen theo mục [9], còn đáp ứng yêu cầu (ϵH) dưới đây:

(ϵH) ΔH (thấp) < 61%

[0022]

[11] Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αL) đến (δL) dưới đây:

(αL) MFR < 10g/10 phút

(βL) $\Delta H \geq 80$ J/g

(γL) ΔH (cao) $\geq 18,5\%$, ΔH (trung gian) $\geq 28\%$, và [ΔH (cao) + ΔH (trung gian)] $\leq 80\%$

(δL) $T_{mf} \geq 170,0^\circ\text{C}$

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (αL) đến (δL) là như sau:

MFR: Tốc độ dòng nóng chảy (g/10 phút) được xác định ở 230°C ở tải trọng là 2,16kg theo tiêu chuẩn ASTM 1238;

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bởi phương pháp DSC;

ΔH (cao): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH ;

ΔH (trung gian): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn so với 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%; và

Tmf: Điểm nóng chảy cuối °C được xác định bằng phương pháp dưới đây với phân tích nhiệt quét vi sai (differential scanning calorimeter-DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc.;

3 đến 10mg mẫu được hàn kín bên trong cốc nhôm,

được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 240°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 240°C trong 1 phút,

được làm mát tới 0°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 0°C trong 1 phút,

được gia nhiệt đến 150°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 150°C trong 5 phút, và

được gia nhiệt đến 180°C ở tốc độ 1,35°C/phút để tạo ra đồ thị, và giá trị nhiệt độ của giao điểm giữa đường gốc và tiếp tuyến của điểm uốn ở phía nhiệt độ cao của đỉnh xuất hiện trên đồ thị được xem là điểm nóng chảy cuối.

[0023]

[12] Polyme propylen theo mục [11], còn đáp ứng yêu cầu (ϵL) dưới đây:

(ϵL) $T_{mf} - \Delta H (\text{cao}) \geq 149,0$

[0024]

[13] Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αS) đến (ϵS) dưới đây:

(αS) Hàm lượng thành phần hòa tan decan $\geq 5\%$

(βS) $\Delta H \geq 80 \text{ J/g}$

(γS) $T_{mf} \geq 169^\circ\text{C}$

(δS) $\Delta H (\text{thấp}) \geq 61\%$, và $20\% \geq \Delta H (\text{cao}) \geq 5\%$

(ϵS) Hàm lượng của đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen trong phần không hòa tan decan $\leq 5\% \text{ mol}$

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (αS) đến (ϵS) là như sau:

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bằng phương pháp DSC;

$\Delta H (\text{cao})$: Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn so với 165°C theo ΔH ;

$\Delta H (\text{trung gian})$: Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn so với 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%;
và

T_m : Điểm nóng chảy cuối $^{\circ}\text{C}$ được xác định bằng phương pháp dưới đây với phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc.;

3 đến 10mg mẫu được hàn kín bên trong cốc nhôm,

được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 240°C ở tốc độ $80^{\circ}\text{C}/\text{phút}$,

được giữ ở 240°C trong 1 phút,

được làm mát tới 0°C ở tốc độ $80^{\circ}\text{C}/\text{phút}$,

được giữ ở 0°C trong 1 phút,

được gia nhiệt đến 150°C ở tốc độ $80^{\circ}\text{C}/\text{phút}$,

được giữ ở 150°C trong 5 phút, và

được gia nhiệt đến 180°C ở tốc độ $1,35^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ để tạo ra đồ thị, và giá trị nhiệt độ của giao điểm giữa đường gốc và tiếp tuyến của điểm uốn ở phía nhiệt độ cao của đỉnh xuất hiện trên đồ thị được xem là điểm nóng chảy cuối.

Hiệu quả của sáng chế

[0025]

Theo sáng chế, polyme olefin có tính đều lập thể rất cao, thể hiện các đặc tính là điểm nóng chảy cao và tính phụ thuộc trọng lượng phân tử của nhiệt nóng chảy, và có phân bố trọng lượng phân tử rộng có thể được sản xuất theo cách rất

tích cực. Đối với các ứng dụng như là màng, polyme mà có thể được mong đợi có độ trong suốt tuyệt vời cũng có thể được sản xuất.

[0026]

Có thể được mong đợi rằng việc sử dụng thành phần chất xúc tác titan rắn, chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, và phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế cho phép polyme olefin không những có khả năng đúc và độ cứng mà còn tính chịu nhiệt cao hơn được sản xuất, chẳng hạn.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

[0027]

Fig.1 là đồ thị đo DSC (các điều kiện trong bước gia nhiệt thứ hai) của polyme của Ví dụ 2-1.

Mô tả chi tiết sáng chế

[0028]

Dưới đây, thành phần chất xúc tác titan rắn (I), chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, phương pháp sản xuất polyme olefin, và polyme propylen theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

[0029]

[Thành phần chất xúc tác titan rắn (I)]

Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo sáng chế chứa titan, magie, halogen, và hợp chất este đa hóa trị có cấu tạo vòng cụ thể (dưới đây cũng được gọi là “hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a)”).

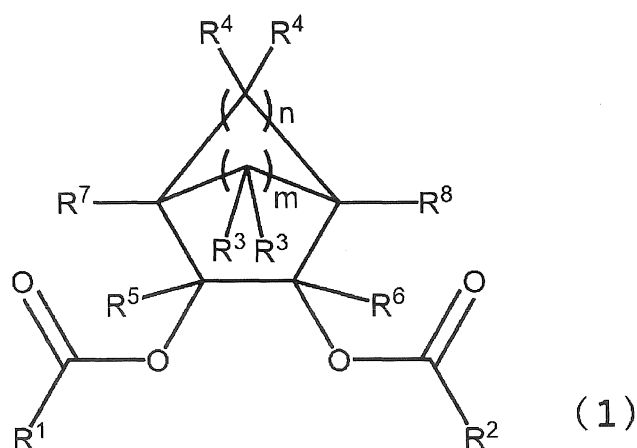
[0030]

<Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a)>

Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây:

[0031]

[Công thức 2]



trong đó mỗi m và n độc lập là số nguyên từ 1 đến 5, với mỗi quan hệ là $m+n \geq 4$ được đáp ứng;

R¹ và R² mỗi nhóm độc lập là nhóm hydrocacbon được thể hoặc không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon; nhiều R³, nhiều R⁴, và R⁵ đến R⁸ mỗi nhóm độc lập là nguyên tử hydro, nhóm hydrocacbon được thể hoặc không được thể có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc nguyên tử halogen; nguyên tử hydro, nguyên tử cacbon, hoặc cả hai, của R¹ đến R⁸ được thay thế tùy ý bởi ít nhất một nguyên tử được lựa chọn từ nhóm gồm có nguyên tử nitơ, nguyên tử oxy, nguyên tử phospho, nguyên tử halogen, và nguyên tử silic; hai hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R⁵ đến R⁸ được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thể liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; R³ được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R⁴ đến R⁸ để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thể liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo

ra liên kết bội; các nhóm R^3 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; trong khi các nhóm R^3 liên kết có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^3 được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội; R^4 được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^3 và R^5 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phân tử thể liên kết được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; các nhóm R^4 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; và trong khi các nhóm R^4 liên kết có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^4 được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội.

[0032]

Mỗi m và n được lựa chọn từ số nguyên từ 1 đến 5, với mỗi quan hệ là $m+x \geq 4$ được đáp ứng.

Mỗi m và n là các giá trị số liên quan đến kích thước và sự cân bằng của cấu tạo vòng. Giới hạn dưới được ưu tiên của m và n là 2. Hơn nữa, theo phương án ưu tiên, cả hai m và n là 2 hoặc lớn hơn.

[0033]

Giới hạn trên của m và n là 5, và giới hạn trên được ưu tiên là 4. Các giá trị số của m và n có thể là giống nhau hoặc khác nhau.

[0034]

R^1 và R^2 mỗi nhóm độc lập là nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon. R^1 và R^2 ưu tiên là hydrocacbon được thế hoặc không được thế có nhóm aryl và 6 đến 20 nguyên tử cacbon, và có thể là cấu tạo chứa nguyên tử khác loại, mà sẽ được mô tả dưới đây. Các ví dụ về nhóm aryl chứa nguyên tử khác loại gồm các nhóm có khung gốc có cấu tạo trong đó bản

thân cấu tạo aryl chứa nguyên tử khác loại, như là vòng pyrol hoặc vòng pyran, và các nhóm trong đó phần tử thế như là nhóm hydrocacbon chứa nguyên tử khác loại, ví dụ, nhóm alkoxy, được liên kết với vòng benzen.

[0035]

Ví dụ đại diện về cấu tạo chứa nguyên tử khác loại là cấu tạo có phần tử thế chứa nguyên tử khác loại, ví dụ được ưu tiên về phần tử thế như vậy là nhóm aryl chứa nguyên tử khác loại, và ví dụ đặc biệt ưu tiên là nhóm aryl chứa oxy.

[0036]

R^3 đến R^8 và R mỗi nhóm độc lập là nhóm được lựa chọn từ nguyên tử hydro, nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc nguyên tử halogen.

[0037]

Nguyên tử hydro, nguyên tử cacbon, hoặc cả hai trong R^1 đến R^8 có thể được thế một phần với ít nhất một nguyên tử được lựa chọn từ nhóm gồm có nguyên tử nitơ, nguyên tử oxy, nguyên tử phospho, nguyên tử halogen, và nguyên tử silic. Tức là, các phương án của R^1 đến R^8 gồm các nhóm hydrocacbon chứa nitơ, oxy, phospho, halogen, và silic. Các nguyên tử này có thể được thế ở một hoặc nhiều vị trí.

[0038]

Trong sáng chế, thuật ngữ “nguyên tử” như trong, chẳng hạn, nguyên tử halogen hoặc nguyên tử hydro trong phần mô tả về phần tử thế có thể đề cập đến, tất nhiên là, các khía cạnh với liên kết như là “H-” hoặc “Cl-” khi được biểu diễn trong công thức cấu tạo.

[0039]

R^1 và R^2 có thể được liên kết với nhau để tạo ra cấu tạo vòng. Ngoài ra, phần tử thế được lựa chọn từ nhóm gồm có R^1 và R^2 và phần tử thế được lựa chọn từ nhóm gồm có R^3 đến R^8 có thể được liên kết với nhau để tạo ra cấu tạo vòng.

[0040]

Về R^3 đến R^8 , các phần tử thế liên kế có thể được liên kết trực tiếp để tạo ra liên kết đôi cacbon-cacbon hoặc liên kết ba.

[0041]

R^3 có thể được liên kết với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^4 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng. Các nhóm R^3 được liên kết với cùng cacbon có thể được liên kết với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng.

Khi các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon liên kế có thể được liên kết trực tiếp với nhau để tạo ra liên kết bội. Ở đây, có mối quan hệ độc lập nghĩa là nhiều nhóm R^3 có thể được phân biệt rõ ràng với nhau về mặt công thức cấu tạo, và, cụ thể là, chẳng hạn, đề cập đến cấu tạo trong đó nhiều nhóm R^3 mà được liên kết với các nguyên tử cacbon khác không được liên kết với nhau để tạo ra cấu tạo vòng có ba hoặc nhiều bộ phận vòng.

[0042]

R^4 có thể được liên kết với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^3 và R^5 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liên kế có thể được liên kết trực tiếp để tạo ra liên kết bội. Các nhóm R^4 được liên kết với cùng cacbon có thể được liên kết với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng.

[0043]

Khi các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon liền kề có thể được liên kết trực tiếp với nhau để tạo ra liên kết bội. Cụm từ “có mối quan hệ độc lập” là như được mô tả cho R^3 .

[0044]

Ít nhất một trong số các phần tử thế R^3 đến R^8 có thể ưu tiên là phần tử thế không phải là hydro từ quan điểm về sự cân bằng giữa hoạt tính, tính đều lập thế, và các đặc tính khác. Hơn nữa, một hoặc nhiều nguyên tử cacbon mà tạo ra cấu tạo vòng có thể ưu tiên là cacbon bậc bốn.

[0045]

Như sẽ được mô tả dưới đây, cấu tạo vòng chính được thể hiện bởi công thức (1) được coi như ảnh hưởng lớn đến đặc tính chất xúc tác, và như vậy R^5 đến R^8 có thể ưu tiên là độc lập với nhau từ quan điểm về chi phí sản xuất và dễ kiểm soát. R^5 đến R^8 cũng ưu tiên là độc lập với R^3 và R^4 . Mặt khác, các phương án về R^5 đến R^8 có thể được liên kết với nhau để tạo ra cấu tạo vòng như được mô tả ở trên. Phần gốc mà tạo ra vòng có thể có cấu tạo một vòng cũng như cấu tạo đa vòng. Phần gốc mà tạo ra vòng có thể là cấu tạo có cấu tạo kép và cấu tạo vòng nữa. Cấu tạo vòng mà được tạo ra bởi các phần tử thế được liên kết với nhau có thể ưu tiên là cấu tạo có liên kết đôi. Liên kết đôi ưu tiên hơn là liên kết đôi cacbon-cacbon. Liên kết đôi cacbon-cacbon gồm cấu tạo thiom. Cấu tạo vòng như vậy là giống như cấu tạo chứa R^3 và R^4 được liên kết với cacbon, mà sẽ được mô tả dưới đây.

[0046]

Nhóm hydrocacbon là nhóm hydrocacbon hóa trị một có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, ưu tiên là 1 đến 10 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là 2 đến 8 nguyên tử cacbon, còn ưu tiên hơn là 3 đến 8 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn nữa là 4 đến 8 nguyên tử cacbon, và đặc biệt ưu tiên là 4 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về nhóm hydrocacbon gồm các nhóm hydrocacbon béo, các nhóm hydrocacbon vòng béo, và các nhóm hydrocacbon thơm, như là nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, nhóm isopropyl, nhóm n-butyl, nhóm isobutyl, nhóm hexyl, nhóm heptyl, nhóm octyl, nhóm 2-ethylhexyl, nhóm dexyl, nhóm dodexyl, nhóm tetradexyl, nhóm hexadexyl, nhóm octadexyl, nhóm eicosyl, nhóm xyclohexyl, nhóm aryl được thế hoặc không được thế như là nhóm phenyl, và nhóm xycloalkenyl được thế hoặc không được thế. Các nhóm hydrocacbon vòng béo và các nhóm hydrocacbon thơm có thể chứa phần tử thế. Trong số các phần tử thế như vậy, ưu tiên là, chẳng hạn, nhóm n-butyl, nhóm isobutyl, nhóm hexyl, nhóm octyl, và nhóm phenyl, và ưu tiên hơn là nhóm n-butyl, nhóm isobutyl, và nhóm phenyl.

[0047]

R^1 đến R^8 có thể là các nhóm hydrocacbon chứa nitơ, oxy, phospho, halogen, và silic. Các phần tử thế như vậy có thể được lựa chọn từ các cấu tạo đã biết. Cụ thể hơn là, các ví dụ được ưu tiên gồm nhóm chứa cấu tạo carbonyl như là nhóm este axit carboxylic, nhóm aldehyt, nhóm axetyl, hoặc nhóm oxycarbonylalkyl, nhóm alkoxy, nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm aryloxy được thế hoặc không được thế, nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế, nhóm heteroaryloxy được thế hoặc không được thế, và nhóm siloxy. Nguyên tử khác loại ưu tiên là nitơ và oxy, và ưu tiên hơn là oxy.

[0048]

Phần tử thể chứa nguyên tử khác loại ưu tiên là nhóm aryl chứa phần tử thể chứa oxy, và ví dụ được ưu tiên là, cụ thể, cấu tạo trong đó phần tử thể chứa oxy như là nhóm alkoxy, nhóm aryloxy, nhóm alkoxyalkyl, nhóm aryloxyalkyl, và phần tử thể trong đó oxy của phần tử thể ở trên được thay thế bằng nhóm carbonyl hoặc nhóm carboxyl được liên kết với khung thơm. Trong số các phần tử thể như vậy, phần tử thể trong đó nhóm alkoxy hoặc nhóm aryloxy được liên kết với khung thơm là được ưu tiên, và phần tử thể trong đó nhóm alkoxy được liên kết với khung thơm là ưu tiên hơn. Số lượng các nguyên tử cacbon trong phần tử thể chứa oxy ưu tiên là 1 đến 10, ưu tiên hơn là 1 đến 8, và còn ưu tiên hơn là 1 đến 6. Cụ thể hơn, các ví dụ ưu tiên ngoài nhóm metoxyphenyl gồm nhóm etoxyphenyl, nhóm propyloxyphenyl, nhóm isopropyloxyphenyl, nhóm butoxyphenyl, và nhóm phenoxyphenyl. Nhóm aryl chứa phần tử thể chứa oxy như vậy có thể được sử dụng ưu tiên cụ thể cho R^1 và R^2 .

[0049]

Ưu tiên là, ít nhất một trong số R^1 đến R^8 là phần tử thể của các phương án ưu tiên ở trên, và, ưu tiên hơn là, tất cả là các phần tử thể của các phương án ưu tiên ở trên.

[0050]

Trong số các phần tử thể như vậy, mỗi nhóm R^3 đến R^8 ưu tiên độc lập là nguyên tử hydro, nhóm hydrocacbon như là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyloxy được thế hoặc không

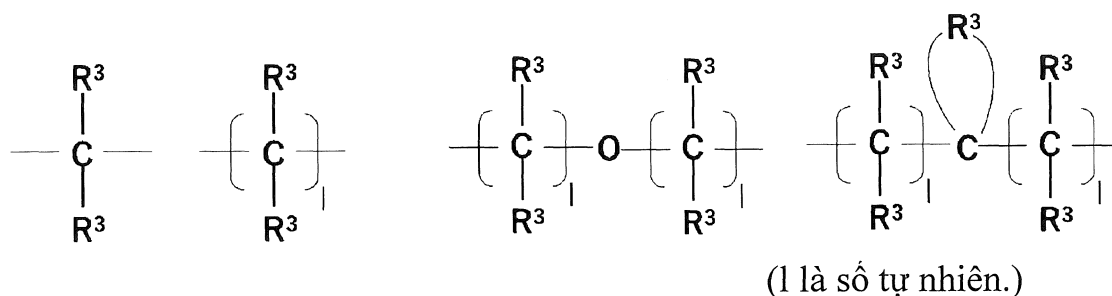
được thế, hoặc nhóm aryl được thế hoặc không được thế; hoặc nhóm hydrocacbon chứa nguyên tử khác loại như là nhóm xycloalkyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm aryloxy được thế hoặc không được thế, nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế, hoặc nhóm heteroaryloxy được thế hoặc không được thế. Trong số này, nhóm hydrocacbon là ưu tiên hơn, và nhóm alkyl được thế hoặc không được thế là đặc biệt ưu tiên.

[0051]

Cấu tạo mạch cacbon gồm cấu tạo C-R³ và cấu tạo C-R⁴ của công thức (1) có thể là cấu tạo gồm có bất kỳ liên kết nào trong số liên kết đơn, liên kết đôi, và liên kết ba, và ưu tiên là gồm có chủ yếu liên kết đơn. Nguyên tử khác loại có thể có giữa các cấu tạo mạch cacbon. Các ví dụ về các cấu tạo mạch như vậy gồm các công thức cấu tạo (hóa trị hai) như được thể hiện dưới đây:

[0052]

[Công thức 3]



[0053]

Cụ thể, ít nhất một trong số R³ đến R⁸, hoặc R⁴ đến R⁸, ưu tiên là phần tử thế không phải là hydro. Hơn nữa, hai hoặc nhiều phần tử thế có thể ưu tiên là các phần tử thế không phải là hydro. Trong trường hợp như vậy, hai hoặc nhiều loại

trong số các phần tử thế có thể có mặt cùng lúc, hoặc tất cả các phần tử thế có thể là loại đơn. Các phần tử thế như vậy có thể được lựa chọn từ các phần tử thế được lấy làm ví dụ như R^1 đến R^8 . Phần tử thế không phải là hydro ưu tiên là nhóm hydrocacbon hoặc nhóm hydrocacbon chứa oxy, và đặc biệt ưu tiên là nhóm hydrocacbon. Cụ thể hơn là, phần tử thế không phải là hydro là phần tử thế được lựa chọn từ nhóm alkyl được thế hoặc không được thế và nhóm xycloalkyl, và đặc biệt là nhóm alkyl không được thế.

[0054]

Trong số R^3 đến R^8 , ít nhất một trong số R^7 và R^8 đặc biệt ưu tiên là phần tử thế không phải là hydro.

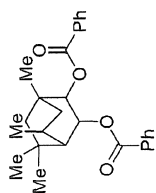
Thành phần chất xúc tác titan rắn chứa hợp chất có cấu tạo ở trên có xu hướng có sự cân bằng tuyệt vời giữa, chẳng hạn, hoạt tính, tính lập thể đặc thù, khả năng kiểm soát trọng lượng phân tử, và kiểm soát phản ứng.

[0055]

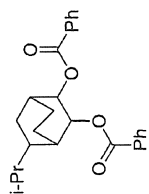
Các ví dụ về các hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) như vậy gồm các cấu tạo dưới đây. Một số công thức cấu tạo của các hợp chất ví dụ dưới đây có chất đồng phân lập thể, và khi một số cấu tạo đồng phân được mô tả, có thể có các cấu tạo đồng phân khác mà không được lấy làm ví dụ.

[0056]

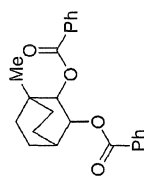
[Công thức 4]



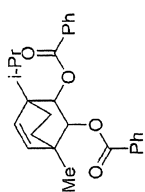
1-5



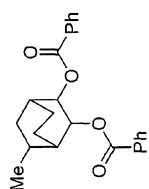
1-10



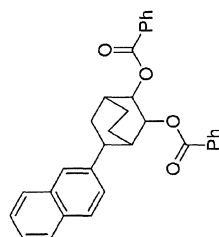
1-15



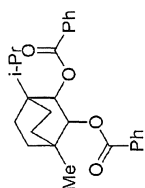
1-4



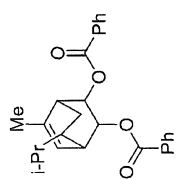
1-9



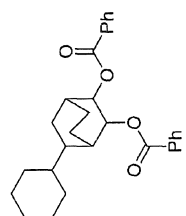
1-14



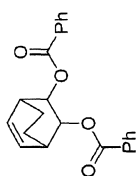
1-3



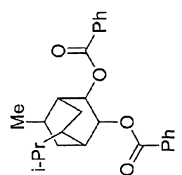
1-8



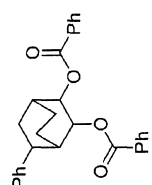
1-13



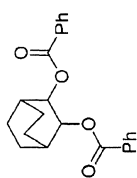
1-2



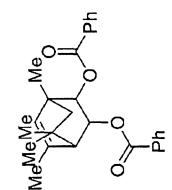
1-7



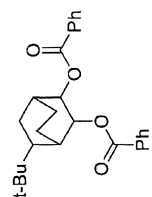
1-12



1-1



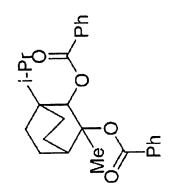
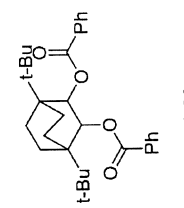
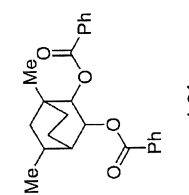
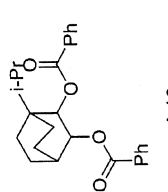
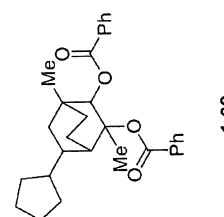
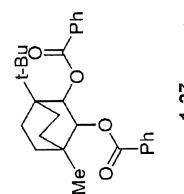
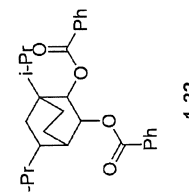
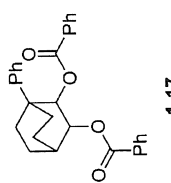
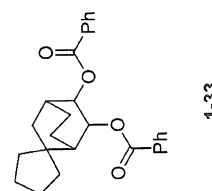
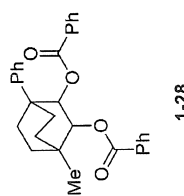
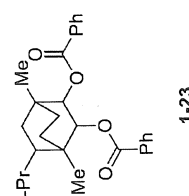
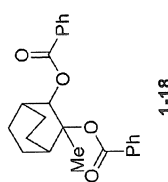
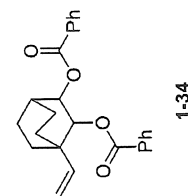
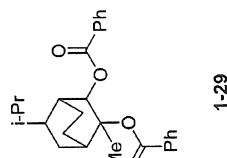
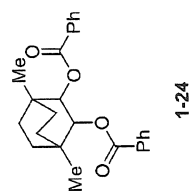
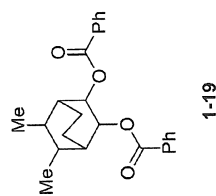
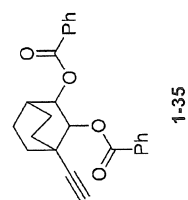
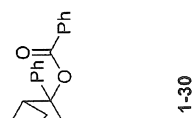
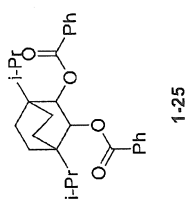
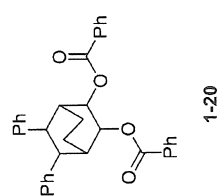
1-6



1-11

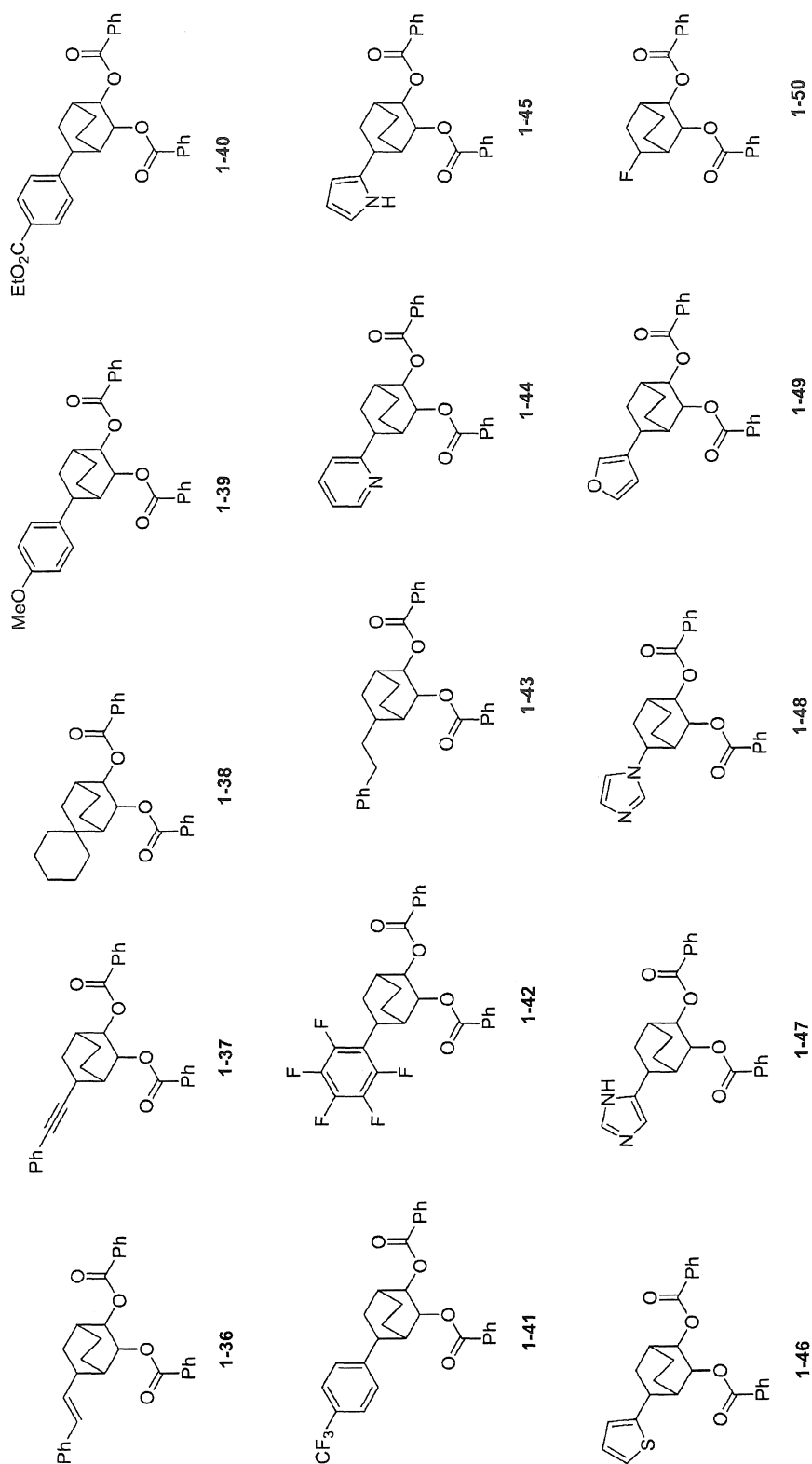
[0057]

[Công thức 5]



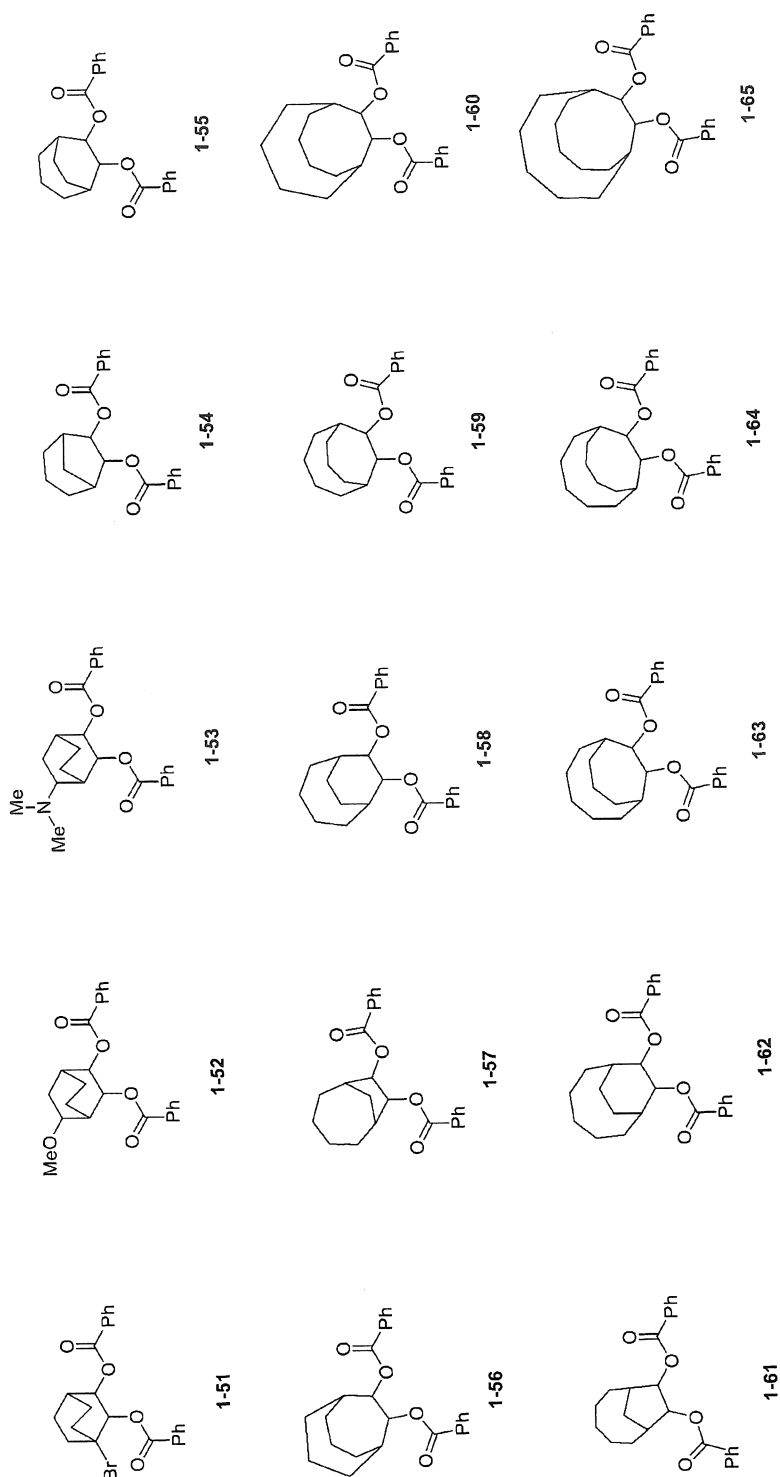
[0058]

[Công thức 6]



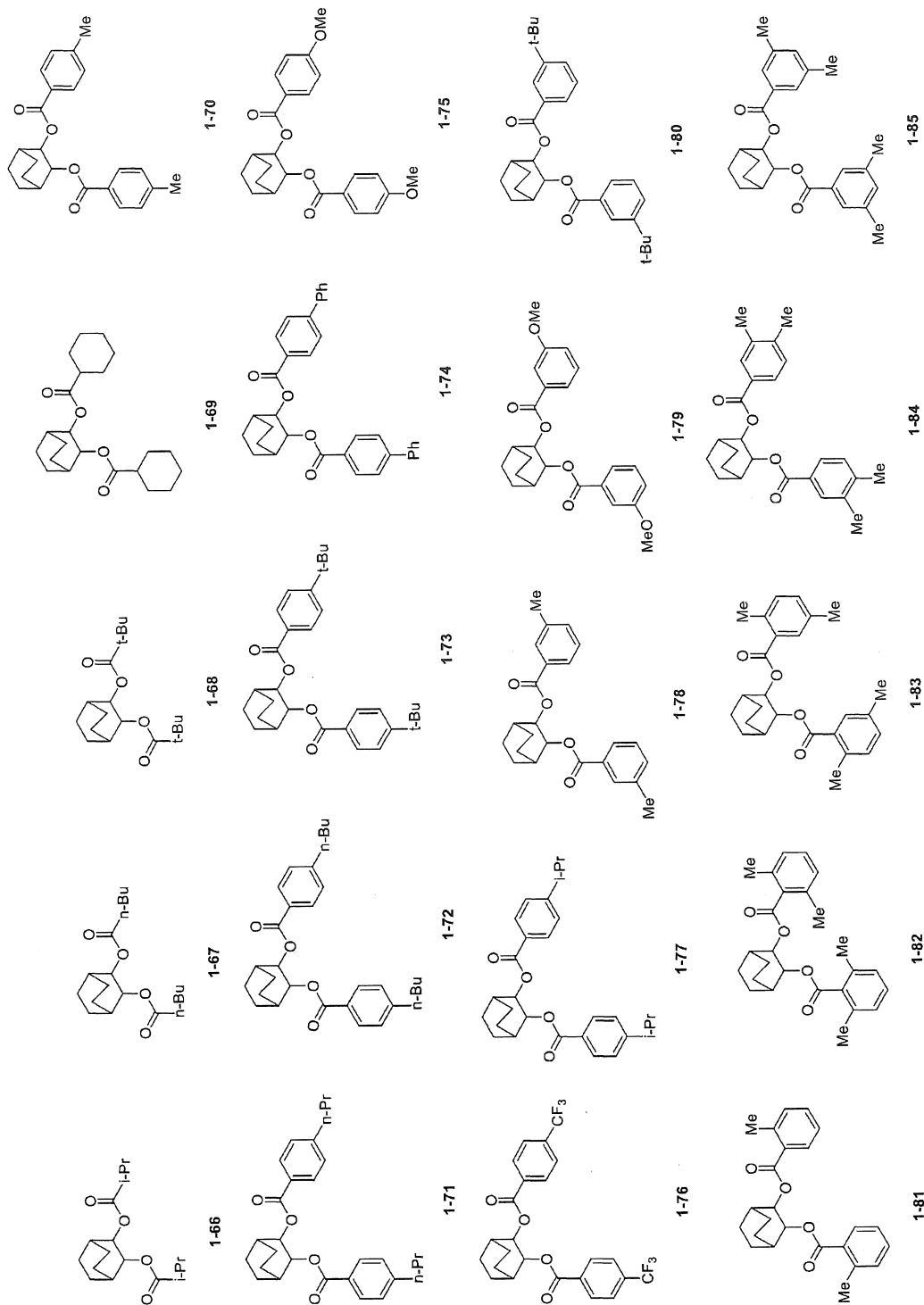
[0059]

[Công thức 7]



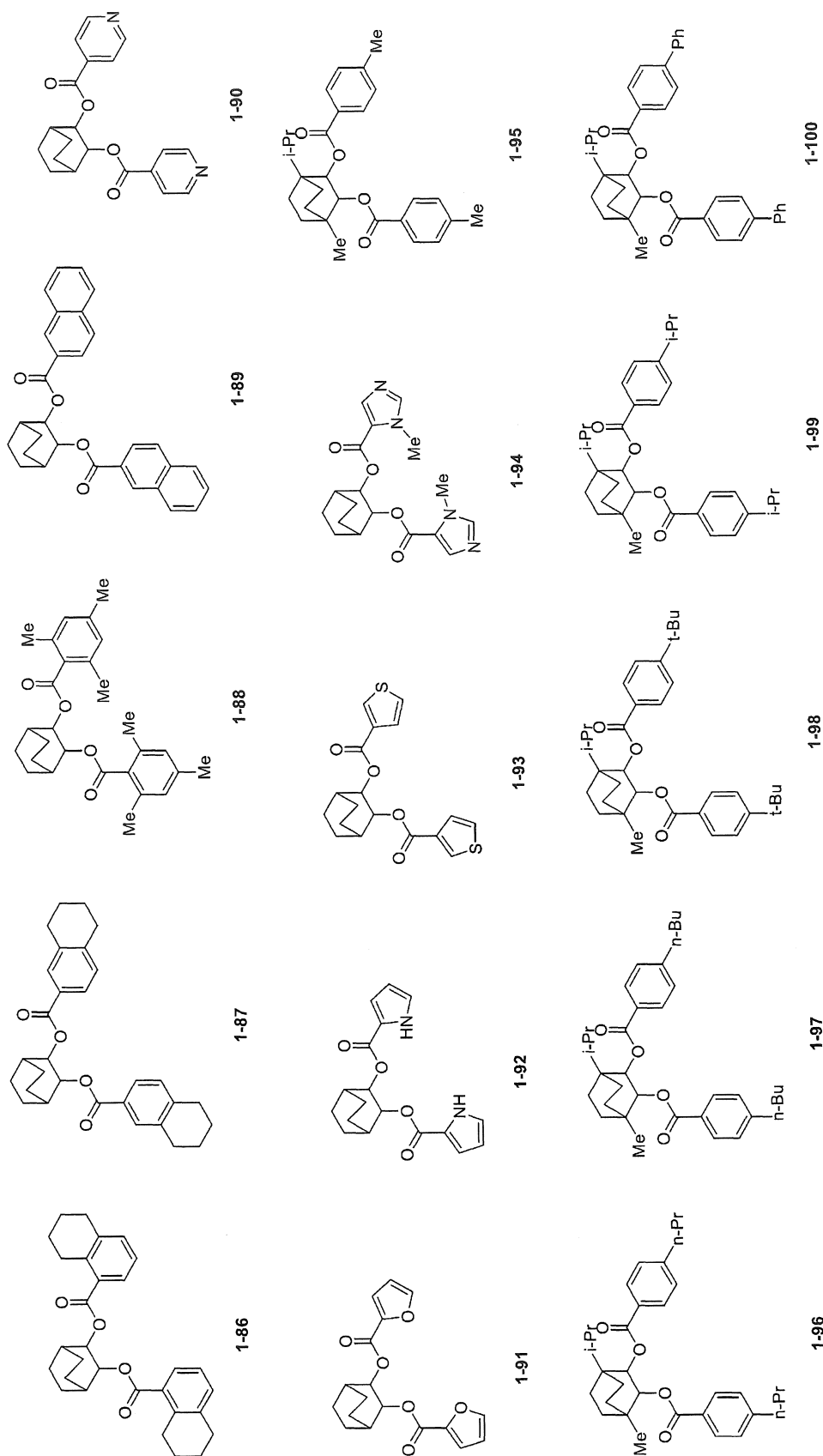
[0060]

[Công thức 8]



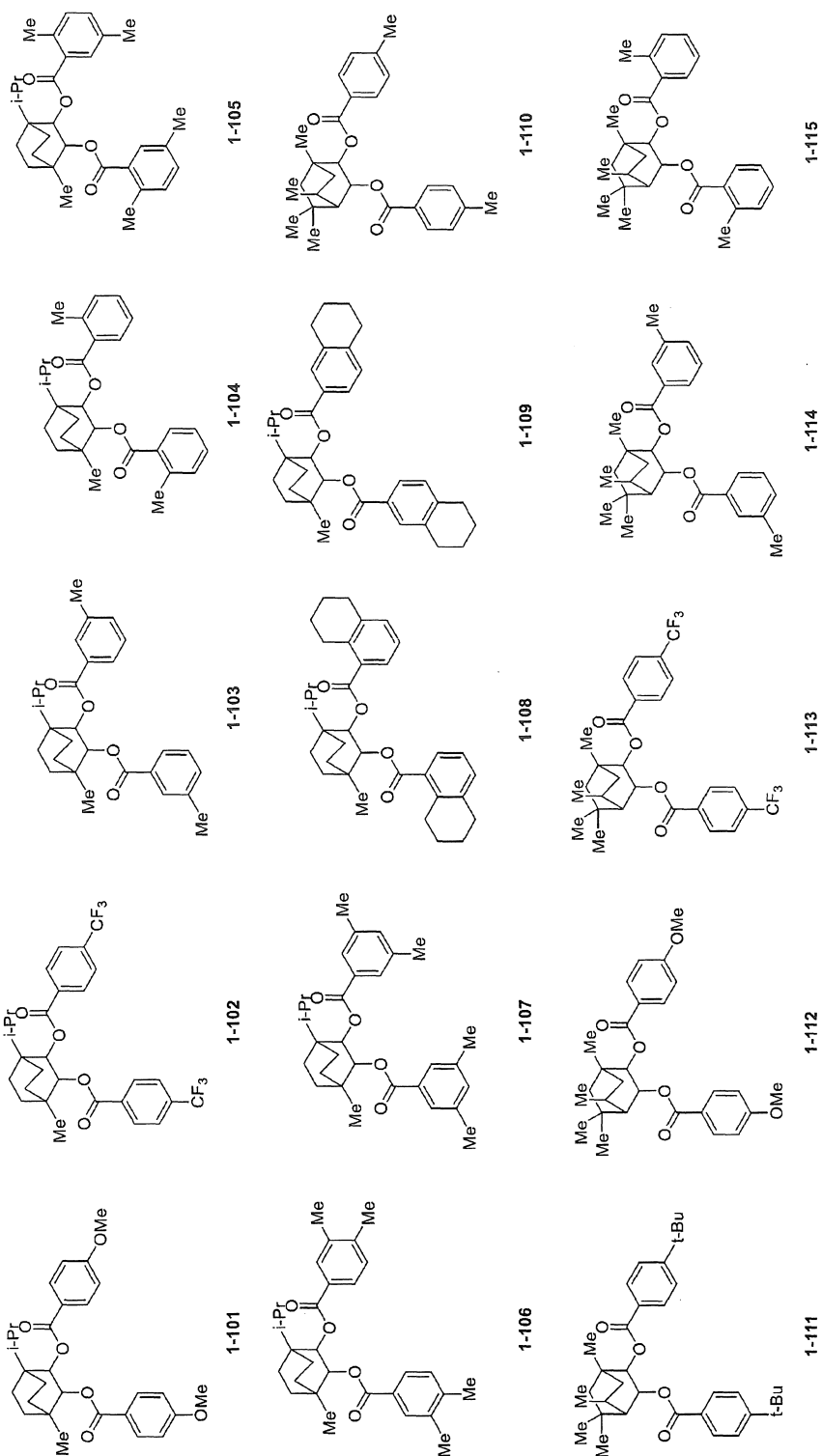
[0061]

[Công thức 9]



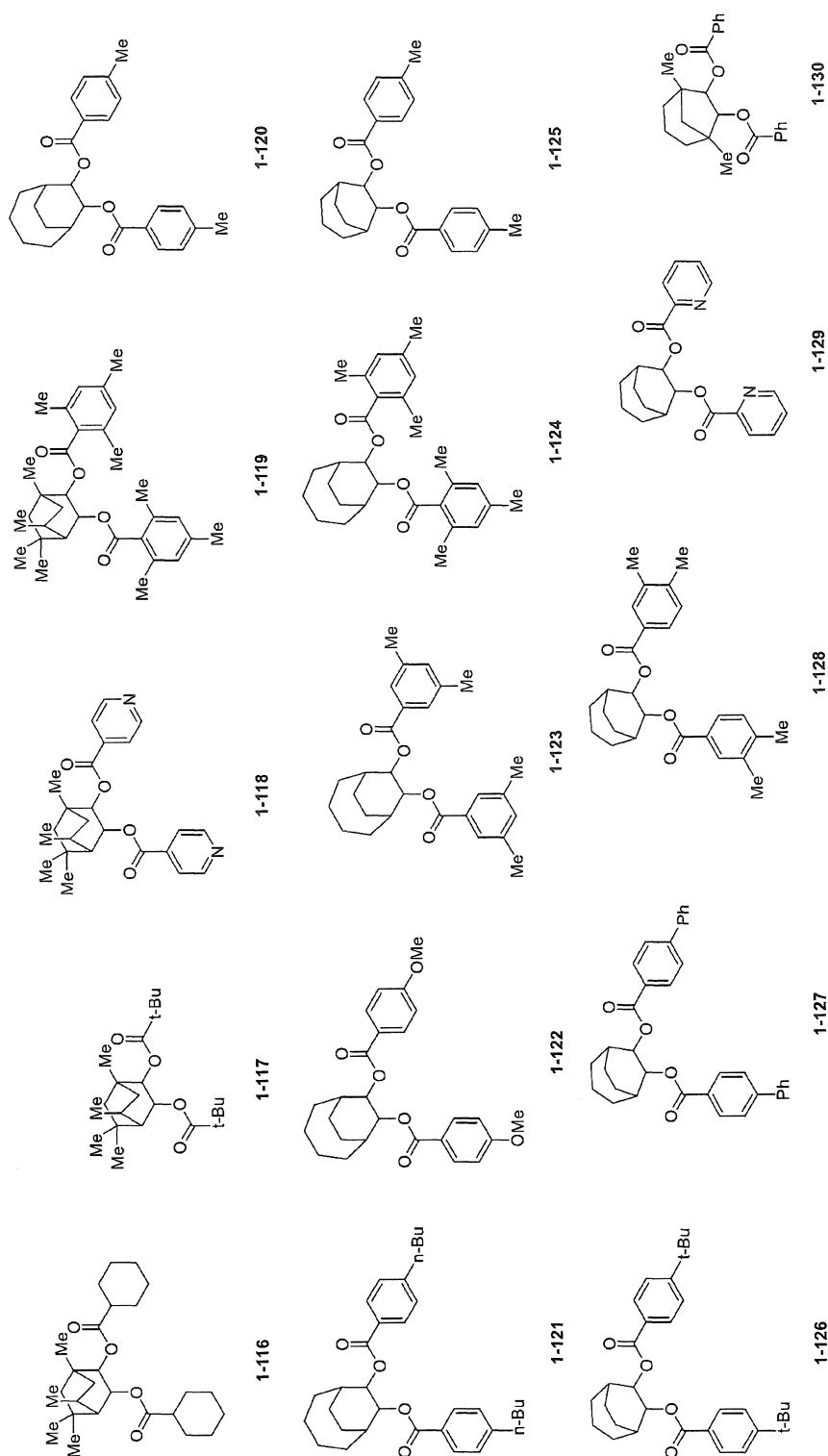
[0062]

[Công thức 10]



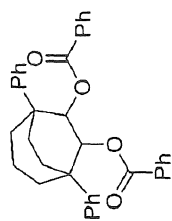
[0063]

[Công thức 11]

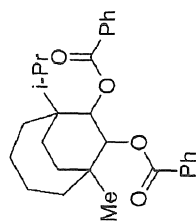


[0064]

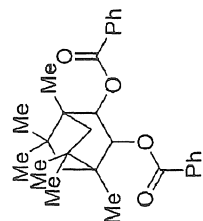
[Công thức 12]



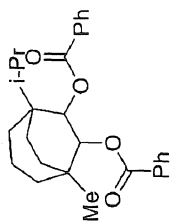
1-135



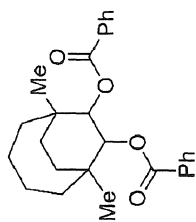
1-140



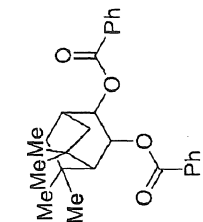
1-145



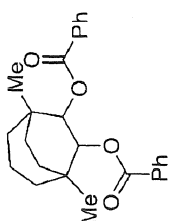
1-134



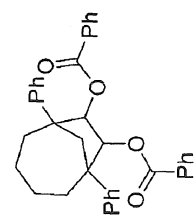
1-139



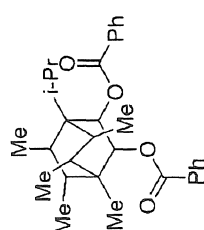
1-144



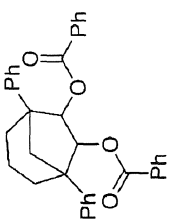
1-133



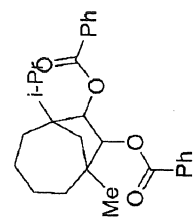
1-138



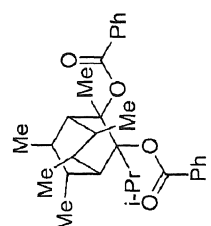
1-143



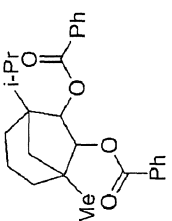
1-132



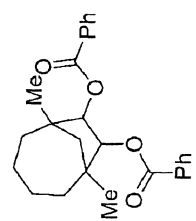
1-137



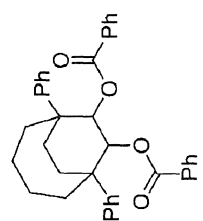
1-142



1-131



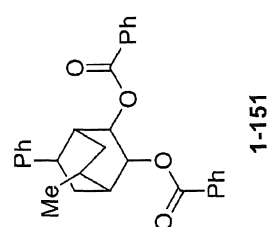
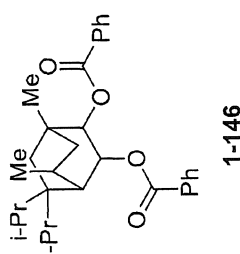
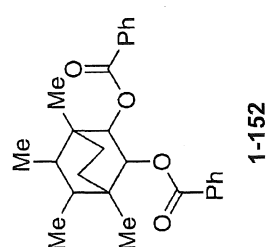
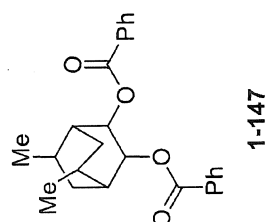
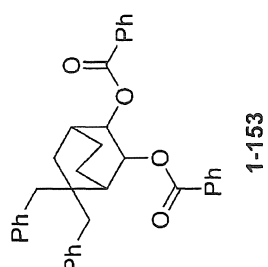
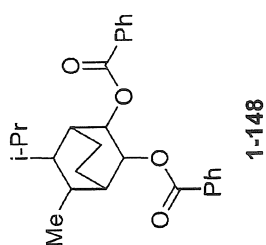
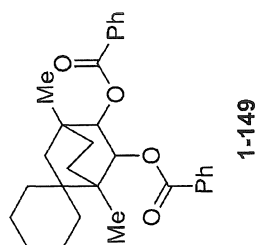
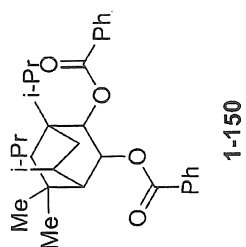
1-136



1-141

[0065]

[Công thức 13]



[0066]

Trong các công thức cấu tạo được mô tả ở trên, nhóm metyl được biểu thị là “Me”, nhóm etyl được biểu thị là “Et”, nhóm butyl được biểu thị là “Bu”, và nhóm phenyl được biểu thị là “Ph”. Đồng thời, “i” là “iso”, và “t” là “bậc ba”.

[0067]

Các hợp chất có cấu tạo dieste như ở trên có các chất đồng phân như là các dạng cis và trans được dẫn xuất từ nhóm OCOR^1 và nhóm OCOR^2 trong công thức (1), và bất kỳ cấu tạo nào có hiệu quả mà phù hợp mục đích của sáng chế. Dạng cis là ưu tiên hơn. Hàm lượng cao hơn của dạng cis có xu hướng dẫn đến hoạt tính cao hơn, và tính đều lập thể cao hơn của polyme thu được.

[0068]

Một trong số các hợp chất này có thể được sử dụng đơn, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp. Miễn là mục đích của sáng chế không bị ảnh hưởng, hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) có thể được sử dụng kết hợp với thành phần chất xúc tác (b) và thành phần chất xúc tác (c) mà sẽ được mô tả dưới đây.

[0069]

Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) có thể được tạo ra trong quá trình điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn (I). Chẳng hạn, khi điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn (I), bố trí bước cho, chẳng hạn, anhydrit axit carboxylic hoặc axit carboxylic halogenua tương ứng với thành phần chất xúc tác (a) chủ yếu là tiếp xúc với polyol tương ứng đồng thời cho phép hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được chứa trong thành phần chất xúc tác titan rắn.

[0070]

Có khuynh hướng là phương pháp sản xuất polyme olefin của sáng chế có khả năng tạo polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng và tính đều lập thể cao theo cách rất tích cực. Trong khi lý do cho vấn đề này hiện chưa rõ, nhưng được giả định như sau.

[0071]

Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được sử dụng trong sáng chế có, như được mô tả ở trên, cấu tạo đa vòng cụ thể, và như vậy được giả định rằng hợp chất có độ cứng phù hợp như hợp chất, và sự dịch chuyển cấu tạo là tương đối nhỏ. Mặt khác, cấu tạo có thể được hiểu là cũng có cùng lúc các phần gốc mà cho phép sự vận động khá linh hoạt. Do đó, dường như là khi hợp chất este (A) phối hợp với hợp chất titan hoặc hợp chất magie mà sẽ được mô tả dưới đây, nó duy trì cấu tạo ổn định, và những biến đổi về tính lập thể đặc thù và hoạt tính phản ứng polyme hóa như chất xúc tác trong khi phản ứng polyme hóa olefin là nhỏ. Các phần gốc cấu tạo linh hoạt được mong đợi làm giảm bớt biến dạng do cấu tạo vòng, và như vậy có thể có chức năng giống như phần đệm chống lại những thay đổi của môi trường phản ứng. Từ các quan điểm này, dường như là polyme có tính đều lập thể cao có thể thu được theo cách rất tích cực. Đồng thời, từ các quan điểm như vậy, có thể được giả định rằng hợp chất este (A) còn tạo ra thành phần trọng lượng phân tử cao một cách tiềm năng.

[0072]

Mặt khác, trong trường hợp cấu tạo ổn định với sự dịch chuyển cấu tạo chút ít, có sự băn khoăn ban đầu về phân bố trọng lượng phân tử hẹp, nhưng như được thể hiện trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây, phương pháp của sáng chế cho phép polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng được sản xuất. Điều này, như được giả định bởi các tác giả sáng chế, là do khả năng là, trong trường hợp hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), những biến đổi nhỏ của các cấu tạo vòng và những kết hợp của các biến đổi như vậy của các cấu tạo vòng tương ứng ảnh hưởng lớn đến trọng lượng phân tử của polyme thu được, và có nhiều cấu tạo vòng dẫn đến sự đa dạng các kết hợp của các cấu tạo đồng phân lập thể mà các

vòng tương ứng có thể có (như là cấu hình riêng kiểu ghế và cấu hình riêng kiểu thuyền).

[0073]

Ngoài hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), hợp chất magie và hợp chất titan được sử dụng trong điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn (I) của sáng chế.

[0074]

<Hợp chất magie >

Các ví dụ cụ thể về các hợp chất magie như vậy gồm các hợp chất magie đã biết như là:

các magie halogenua như là magie clorua và magie bromua;

các alkoxymagie halogenua như là metoxymagie clorua, etoxymagie clorua, và phenoxymagie clorua;

alkoxymagie như là etoxymagie, isopropoxymagie, butoxymagie, và 2-ethylhexoxymagie;

aryloxymagie như là phenoxymagie; và

các muối axit carboxylic của magie, như là magie stearat.

[0075]

Một trong số các hợp chất magie có thể được sử dụng đơn, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp. Đồng thời, hợp chất magie như vậy có thể là hợp chất phức với kim loại khác, hợp chất composit, hoặc hỗn hợp với hợp chất kim loại khác.

[0076]

Trong số các hợp chất magie này, hợp chất magie chứa halogen là được ưu tiên. Cụ thể, magie halogenua và, magie clorua là được ưu tiên sử dụng. Alkoxymagie như là etoxymagie cũng được ưu tiên sử dụng. Hợp chất magie có thể là hợp chất mà được dẫn xuất từ chất khác, như là hợp chất thu được bằng cách cho hợp chất hữu cơ magie như là thuốc thử Grignard tiếp xúc với, chẳng hạn, titan halogenua, silic halogenua, hoặc rượu halogenua.

[0077]

<Hợp chất titan>

Các ví dụ về hợp chất titan gồm các hợp chất titan hóa trị bốn được thể hiện bởi công thức chung:



trong đó R' là nhóm hydrocacbon, X là nguyên tử halogen, và g là $0 \leq g \leq 4$. Các ví dụ cụ thể hơn gồm:

các titan tetrahalogenua như là TiCl_4 và TiBr_4 ;

các alkoxytitan trihalogenua như là $\text{Ti}(\text{OCH}_3)\text{Cl}_3$, $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{Cl}_3$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_4\text{H}_9)\text{Cl}_3$, $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{Br}_3$, và $\text{Ti}(\text{O-iso-C}_4\text{H}_9)\text{Br}_3$;

các alkoxytitan dihalogenua như là $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_2\text{Cl}_2$ và $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$;

các alkoxytitan monohalogenua như là $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_3\text{Cl}$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_4\text{H}_9)_3\text{Cl}$, và $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3\text{Br}$; và

tetraalkoxytitan như là $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$, và $\text{Ti}(\text{O-2-ethylhexyl})_4$.

[0078]

Trong số này, các titan tetrahalogenua là được ưu tiên, và titan tetraclorea đặc biệt ưu tiên. Một trong số các hợp chất titan này có thể được sử dụng đơn, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

Các ví dụ về các hợp chất magie và các hợp chất titan như vậy có thể cũng gồm các hợp chất được mô tả chi tiết, chẳng hạn, trong Tài liệu sáng chế 1 và Tài liệu sáng chế 2.

[0079]

Trong điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn (I) được sử dụng trong sáng chế, các phương pháp đã biết có thể được sử dụng mà không có giới hạn ngoại trừ rằng hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được sử dụng. Các ví dụ về các phương pháp ưu tiên cụ thể gồm các phương pháp (P-1) đến (P-4) dưới đây.

[0080]

(P-1) Phương pháp gồm cho sản phẩm cộng rắn gồm có hợp chất magie và thành phần chất xúc tác (b), hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), và hợp chất titan lỏng tiếp xúc với nhau ở trạng thái huyền phù với sự có mặt của dung môi hydrocacbon trơ.

[0081]

(P-2) Phương pháp gồm cho sản phẩm cộng rắn gồm có hợp chất magie và thành phần chất xúc tác (b), hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), và hợp chất titan lỏng tiếp xúc với nhau theo các phần được phân chia.

[0082]

(P-3) Phương pháp gồm cho sản phẩm cộng rắn gồm có hợp chất magie và thành phần chất xúc tác (b), hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), và hợp chất

titan lỏng tiếp xúc với nhau ở trạng thái huyền phù và theo các phần được phân chia với sự có mặt của dung môi hydrocacbon trơ.

[0083]

(P-4) Phương pháp gồm cho hợp chất magie lỏng gồm có hợp chất magie và thành phần chất xúc tác (b), hợp chất titan lỏng, và hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) tiếp xúc với nhau.

[0084]

Nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng ưu tiên là -30°C đến 150°C , ưu tiên hơn là -25°C đến 130°C , và còn ưu tiên hơn là -25°C đến 120°C .

[0085]

Sản xuất thành phần chất xúc tác titan rắn cũng có thể được tiến hành với sự có mặt của môi trường đã biết nếu cần. Các ví dụ về môi trường gồm các hydrocacbon thơm phân cực yếu như là toluen và các hydrocacbon béo đã biết và các hợp chất hydrocacbon vòng béo như là heptan, octan, decan, và xyclohexan, và các ví dụ được ưu tiên trong số này là các hydrocacbon béo.

[0086]

Khi phản ứng được tiến hành trong khoảng ở trên, hiệu quả là thu được polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng, hoạt tính, và tính đều lập thể của polyme thu được có thể đạt được đồng thời ở mức độ cao hơn.

[0087]

(Thành phần chất xúc tác (b))

Thành phần chất xúc tác (b) được sử dụng để tạo ra sản phẩm cộng rắn và hợp chất magie lỏng ưu tiên là hợp chất đã biết có khả năng hòa tan hợp chất

magie trong khoảng nhiệt độ là khoảng nhiệt độ trong phòng đến 300°C, và, chẳng hạn, các rượu, các aldehyt, các amin, các axit carboxylic, và các hỗn hợp của chúng là được ưu tiên. Các ví dụ về các hợp chất này gồm các hợp chất được mô tả chi tiết trong Tài liệu sáng chế 1 và Tài liệu sáng chế 2.

[0088]

Các ví dụ cụ thể hơn về các rượu có khả năng hòa tan hợp chất magie gồm:

các rượu béo như là metanol, etanol, propanol, butanol, isobutanol, etylen glycol, 2-metylpentanol, 2-etylbutanol, n-heptanol, n-octanol, 2-ethylhexanol, decanol, và dodecanol;

các rượu vòng béo như là xyclohexanol và metylxyclohexanol;

các rượu thơm như là rượu benzyl và rượu metylbenzyl; và

các rượu béo có nhóm alkoxy, như là n-butyl xenlosolve.

[0089]

Các ví dụ về các axit carboxylic gồm các axit carboxylic hữu cơ có 7 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, như là axit caprylic và axit 2-ethylhexanoic. Các ví dụ về các aldehyt gồm các aldehyt có 7 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, như là capric aldehyt và 2-ethylhexyl aldehyt.

[0090]

Các ví dụ về các amin gồm các amin có 6 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, như là heptylamin, octylamin, nonylamin, laurylamin, và 2-ethylhexylamin.

[0091]

Các ví dụ ưu tiên về thành phần chất xúc tác (b) là các rượu ở trên, và, chẳng hạn, etanol, propanol, butanol, isobutanol, hexanol, 2-ethylhexanol, và decanol là đặc biệt ưu tiên.

[0092]

Khi lượng của hợp chất magie và thành phần chất xúc tác (b) được sử dụng khi điều chế sản phẩm cộng rắn và hợp chất magie lỏng cũng thay đổi theo, chẳng hạn, loại và các điều kiện tiếp xúc, hợp chất magie được sử dụng với lượng là 0,1 đến 20 mol/lit và ưu tiên là 0,5 đến 5 mol/lit dựa trên thể tích đơn vị của thành phần chất xúc tác (b). Đồng thời, môi trường mà là trợ đối với sản phẩm cộng rắn có thể được sử dụng kết hợp nếu cần. Các ví dụ được ưu tiên về môi trường gồm các hợp chất hydrocacbon đã biết như là heptan, octan, và decan.

[0093]

Khi tỷ lệ hợp phần của magie so với thành phần chất xúc tác (b) trong sản phẩm cộng rắn thu được và hợp chất magie lỏng có thể không được nêu cụ thể nói chung vì tỷ lệ thay đổi theo loại của hợp chất được sử dụng, thành phần chất xúc tác (b) trên mỗi mol magie trong hợp chất magie nằm trong khoảng ưu tiên là 2,0mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 2,2mol hoặc nhiều hơn, còn ưu tiên hơn là 2,6mol hoặc nhiều hơn, và đặc biệt ưu tiên là 2,7mol hoặc nhiều hơn, và ưu tiên là 5mol hoặc nhiều hơn.

[0094]

<Este axit carboxylic thơm và/hoặc hợp chất có hai hoặc nhiều liên kết ete qua nhiều nguyên tử cacbon>

Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) của sáng chế có thể còn chứa este axit carboxylic thơm và/hoặc hợp chất có hai hoặc nhiều liên kết ete qua nhiều nguyên

tử cacbon (dưới đây cũng được gọi là “thành phần xúc tác (c)”). Thành phần chất xúc tác (c) khi được chứa trong thành phần chất xúc tác titan rắn (I) của sáng chế có thể gia tăng hoạt tính và tính đều lập thể và còn mở rộng phân bố trọng lượng phân tử.

[0095]

Các este axit carboxylic thơm và các hợp chất polyete đã biết mà ưu tiên là được sử dụng trong các chất xúc tác thông thường dùng để polyme hóa olefin, như là các hợp chất được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2 và JP2001-354714A, có thể được sử dụng mà không có các giới hạn là thành phần chất xúc tác (c).

[0096]

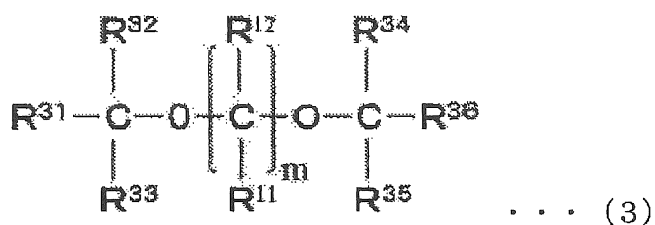
Các ví dụ cụ thể về các este axit carboxylic thơm gồm các monoeste axit carboxylic thơm như là các este axit benzoic và các este axit toluic, và các este axit polycarboxylic thơm như là các este axit phthalic. Trong số này, các este axit polycarboxylic thơm là được ưu tiên, và các este axit phthalic là ưu tiên hơn. Các este axit phthalic ưu tiên là các alkyl phthalat như là etyl phthalat, n-butyl phthalat, isobutyl phthalat, hexyl phthalat, và heptyl phthalat, và diisobutyl phthalat là đặc biệt ưu tiên.

[0097]

Các ví dụ cụ thể hơn về hợp chất polyete gồm các hợp chất được thể hiện bởi công thức (3) dưới đây:

[0098]

[Công thức 14]



[0099]

trong đó m là số nguyên mà $1 \leq m \leq 10$ và ưu tiên hơn là số nguyên mà $3 \leq m \leq 10$; và R^{11} , R^{12} , và R^{31} đến R^{36} mỗi nhóm độc lập là nguyên tử hydro hoặc phần tử thể có ít nhất một nguyên tố được lựa chọn từ carbon, hydro, oxy, flo, clo, brom, iot, nitơ, lưu huỳnh, phospho, bo, và silic.

[0100]

Khi m là 2 hoặc lớn hơn, nhiều R^{11} và R^{12} có thể giống nhau hoặc khác nhau. Bất kỳ R^{11} , R^{12} , R^{31} đến R^{36} , và ưu tiên là R^{11} và R^{12} , có thể cùng tạo ra vòng không phải là vòng benzen.

[0101]

Các ví dụ cụ thể về các hợp chất như vậy gồm:

các dialkoxypentan được thế một phần tử như là 2-isopropyl-1,3-dimethoxypentan, 2-s-butyl-1,3-dimethoxypentan, và 2-cumyl-1,3-dimethoxypentan;

các dialkoxypentan được thế hai phần tử như là 2-isopropyl-2-isobutyl-1,3-dimethoxypentan, 2,2-dicyclohexyl-1,3-dimethoxypentan, 2-methyl-2-isopropyl-1,3-dimethoxypentan, 2-methyl-2-cyclohexyl-1,3-dimethoxypentan, 2-methyl-2-isobutyl-1,3-dimethoxypentan, 2,2-diisobutyl-1,3-dimethoxypentan, 2,2-bis(cyclohexylmethyl)-1,3-dimethoxypentan, 2,2-diisobutyl-1,3-dimethoxypentan, 2,2-diisobutyl-1,3-dibutoxypentan, 2,2-di-s-butyl-1,3-dimethoxypentan, 2,2-

dineopentyl-1,3-dimetoxypropan, 2-isopropyl-2-isopentyl-1,3-dimetoxypropan, và 2-xyclohexyl-2-xyclohexylmetyl-1,3-dimetoxypropan;

các dialkoxyalkan như là 2,3-dixyclohexyl-1,4-dietoxybutan, 2,3-dixyclohexyl-1,4-dietoxybutan, 2,3-diisopropyl-1,4-dietoxybutan, 2,4-diphenyl-1,5-dimetoxypentan, 2,5-diphenyl-1,5-dimetoxyhexan, 2,4-diisopropyl-1,5-dimetoxypentan, 2,4-diisobutyl-1,5-dimetoxypentan, và 2,4-diisoamyl-1,5-dimetoxypentan;

các trialkoxyalkan như là 2-metyl-2-metoxymetyl-1,3-dimetoxypropan, 2-xyclohexyl-2-etoxymetyl-1,3-dimetoxypropan, và 2-xyclohexyl-2-metoxymetyl-1,3-dimetoxypropan; và

các dialkoxyxycloalkan như là 2,2-diisobutyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-isopropyl-2-isoamyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-xyclohexyl-2-metoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-isopropyl-2-metoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-isobutyl-2-metoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-xyclohexyl-2-etoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, 2-isopropyl-2-etoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl, và 2-isobutyl-2-etoxymetyl-1,3-dimetoxy-4-xyclohexenyl.

[0102]

Trong số này, các 1,3-diete là được ưu tiên, và 2-isopropyl-2-isobutyl-1,3-dimetoxypropan, 2,2-diisobutyl-1,3-dimetoxypropan, 2-isopropyl-2-isopentyl-1,3-dimetoxypropan, 2,2-dixyclohexyl -1,3-dimetoxypropan, và 2,2-bis(xyclohexylmetyl) 1,3-dimetoxypropan là đặc biệt ưu tiên.

Một trong số các hợp chất này có thể được sử dụng đơn, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

[0103]

Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), thành phần chất xúc tác (b), và thành phần chất xúc tác (c) như ở trên nói chung có thể được xem là thuộc về các thành phần mà được gọi là các chất cho điện tử bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Các thành phần chất cho điện tử đã được biết là thể hiện, chẳng hạn, hiệu quả gia tăng tính đều lập thể của polyme thu được, hiệu quả kiểm soát sự phân bố hợp phần của copolyme thu được, hiệu quả tổ hợp chất là kiểm soát hình dạng hạt và kích thước hạt của các hạt chất xúc tác, trong khi duy trì hoạt tính chất xúc tác cao.

[0104]

Hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) của sáng chế được xem như cũng thể hiện hiệu quả có khả năng kiểm soát thêm phân bố trọng lượng phân tử bằng chất cho điện tử.

[0105]

Trong thành phần chất xúc tác titan rắn (I) được sử dụng trong sáng chế, halogen/titan (tỷ lệ nguyên tử) (tức là, số lượngmol của các nguyên tử halogen/số lượngmol của các nguyên tử titan) mong muốn là 2 đến 100 và ưu tiên là 4 đến 90;

hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a)/titan (tỷ lệ mol) (tức là, số lượngmol của hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a)/số lượngmol của các nguyên tử titan) mong muốn là 0,01 đến 100 và ưu tiên là 0,2 đến 10; và

đối với thành phần chất xúc tác (b) và thành phần chất xúc tác (c), thành phần chất xúc tác (b)/các nguyên tử titan (tỷ lệ mol) mong muốn là 0 đến 100 và

ưu tiên là 0 đến 10; và thành phần chất xúc tác (c)/các nguyên tử titan (tỷ lệ mol) mong muốn là 0 đến 100 và ưu tiên là 0 đến 10.

Magie/titan (tỷ lệ nguyên tử) (tức là, số lượngmol của các nguyên tử magie/số lượngmol của các nguyên tử titan) mong muốn là 2 đến 100, và ưu tiên là 4 đến 50.

[0106]

Hàm lượng của các thành phần mà có thể được chứa trong không phải là hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a), như là thành phần chất xúc tác (b) và thành phần chất xúc tác (c), ưu tiên là 20% trọng lượng hoặc ít hơn và ưu tiên hơn là 10% trọng lượng hoặc ít hơn dựa trên 100% trọng lượng của hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a).

[0107]

Đối với các điều kiện chi tiết hơn để điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn (I), các điều kiện được mô tả trong tài liệu EP585869A1 (bản mô tả của Công bố đơn sáng chế Châu Âu số 0585869) và Tài liệu sáng chế 2, chẳng hạn, có thể ưu tiên được sử dụng ngoại trừ rằng hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được sử dụng.

[0108]

[Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin]

Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin theo sáng chế chứa:

thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo sáng chế, và

thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) chứa nguyên tử kim loại được lựa chọn từ Nhóm 1, Nhóm 2, và Nhóm 13 của bảng tuần hoàn.

[0109]

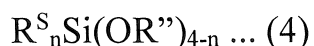
<Thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II)>

Hợp chất chứa kim loại Nhóm 13 như là hợp chất hữu cơ nhôm, hợp chất phức alkyl của kim loại Nhóm 1 và nhôm, hoặc hợp chất hữu cơ kim loại của kim loại Nhóm 2 có thể được sử dụng làm thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II). Trong số này, hợp chất hữu cơ nhôm là được ưu tiên. Các ví dụ ưu tiên cụ thể về thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) gồm các thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại được mô tả trong các tài liệu đã biết như là EP585869A1 được nêu ở trên.

[0110]

<Chất cho điện tử (III)>

Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin của sáng chế có thể chứa, cùng với thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II), chất cho điện tử (III) nếu cần. Chất cho điện tử (III) ưu tiên là hợp chất silic hữu cơ. Các ví dụ về hợp chất silic hữu cơ gồm các hợp chất được thể hiện bởi công thức chung (4) dưới đây:



trong đó R^S và R'' là các nhóm hydrocacbon, và n là số nguyên mà $0 < n < 4$.

[0111]

Cụ thể, đối với hợp chất silic hữu cơ được thể hiện bởi công thức chung (4), chẳng hạn, diisopropyldimethoxysilan, t-butylmethyldimethoxysilan, t-butylmethyldietoxysilan, t-amylmethyldietoxysilan, dicyclohexyldimethoxysilan, cyclohexylmethyldimethoxysilan, cyclohexylmethyldietoxysilan, vinyltrimethoxysilan, vinyltriethoxysilan, t-butyltriethoxysilan, phenyltriethoxysilan, cyclohexyltrimethoxysilan, cyclopentyltrimethoxysilan, 2-

methylxyclopentyltrimetoxysilan, xyclopentyltriethoxysilan, dioxyclopentyl dimetoxysilan, dioxyclopentyl diethoxysilan, trixyclopentylmetoxysilan, dioxyclopentylmethylmetoxysilan, dioxyclopentylethylmetoxysilan, và xyclopentyl dimethyletoxysilan được sử dụng.

[0112]

Trong số này, vinyltriethoxysilan, diphenyldimetoxysilan, dioxyclohexyldimetoxysilan, xyclohexylmetyldimetoxysilan, và dioxyclopentyl dimetoxysilan được ưu tiên sử dụng.

[0113]

Đồng thời, các hợp chất silan được thể hiện bởi công thức (5) dưới đây như được mô tả trong tài liệu WO2004/016662 là các ví dụ ưu tiên về hợp chất silic hữu cơ:



[0114]

trong đó R^a là nhóm hydrocacbon có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, các ví dụ về R^a gồm các nhóm hydrocacbon béo chưa bão hòa hoặc bão hòa có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và các ví dụ đặc biệt ưu tiên gồm các nhóm hydrocacbon có 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể gồm nhóm methyl, nhóm ethyl, nhóm n-propyl, nhóm iso-propyl, nhóm n-butyl, nhóm iso-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm iso-pentyl, nhóm xyclopentyl, nhóm n-hexyl, và nhóm xyclohexyl, và, trong số này, nhóm ethyl là đặc biệt ưu tiên.

[0115]

Trong công thức (5), R^b là nhóm hydrocacbon có 1 đến 12 nguyên tử cacbon hoặc hydro, và các ví dụ về R^b gồm các nhóm hydrocacbon béo chưa

bão hòa hoặc bão hòa có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và hydro. Các ví dụ cụ thể gồm nguyên tử hydro, nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, nhóm iso-propyl, nhóm n-butyl, nhóm iso-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm iso-pentyl, nhóm xyclopentyl, nhóm n-hexyl, nhóm xyclohexyl, và nhóm octyl, và, trong số này, nhóm etyl là đặc biệt ưu tiên.

[0116]

Trong công thức (5), R^c là nhóm hydrocacbon có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, và các ví dụ về R^c gồm các nhóm hydrocacbon béo chưa bão hòa hoặc bão hòa có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và hydro. Các ví dụ cụ thể gồm nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, nhóm iso-propyl, nhóm n-butyl, nhóm iso-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm iso-pentyl, nhóm xyclopentyl, nhóm n-hexyl, nhóm xyclohexyl, và nhóm octyl, và, trong số này, nhóm etyl là đặc biệt ưu tiên.

[0117]

Các ví dụ cụ thể về hợp chất được thể hiện bởi công thức (5) gồm dimethylaminotrietoxysilan, diethylaminotrietoxysilan, diethylaminotrimetoxysilan, diethylaminotrietoxysilan, diethylaminotri n-propoxysilan, di-n-propylaminotrietoxysilan, metyl-n-propylaminotrietoxysilan, t-butylaminotrietoxysilan, etyl-n-propylaminotrietoxysilan, etyl-iso-propylaminotrietoxysilan, và metyletylaminotrietoxysilan.

[0118]

Các ví dụ khác về hợp chất silic hữu cơ gồm các hợp chất được thể hiện bởi công thức (6) dưới đây.



[0119]

trong đó $R^N N$ là nhóm amino vòng, và các ví dụ về nhóm amino vòng gồm nhóm perhydroquinolino, nhóm perhydroisoquinolino, nhóm 1,2,3,4-tetrahydroquinolino, nhóm 1,2,3,4-tetrahydroisoquinolino, và nhóm octametylenimino.

[0120]

Các ví dụ cụ thể về các hợp chất được thể hiện bởi công thức (6) gồm (perhydroquinolino)trietoxysilan, (perhydroisoquinolino)trietoxysilan, (1,2,3,4-tetrahydroquinolino)trietoxysilan, (1,2,3,4-tetrahydroisoquinolino)trietoxysilan, và octametyleniminotrietoxysilan.

Hai hoặc nhiều loại trong số các hợp chất silic hữu cơ này có thể được sử dụng kết hợp.

[0121]

Các ví dụ ưu tiên về các hợp chất hữu ích khác làm chất cho điện tử (III) gồm các hợp chất polyete được mô tả là các ví dụ về este axit carboxylic thơm và/hoặc hợp chất có hai hoặc nhiều liên kết ete qua nhiều nguyên tử cacbon (thành phần chất xúc tác (c)).

[0122]

Trong số các hợp chất polyete này, các 1,3-diete là được ưu tiên, và 2-isopropyl-2-isobutyl-1,3-dimethoxypropan, 2,2-diisobutyl-1,3-dimethoxypropan, 2-isopropyl-2-isopentyl-1,3-dimethoxypropan, 2,2-dicyclohexyl-1,3-dimethoxypropan, và 2,2-bis(cyclohexylmethyl)-1,3-dimethoxypropan là đặc biệt ưu tiên.

Một trong số các hợp chất này có thể được sử dụng đơn, và hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp.

[0123]

Việc sử dụng cùng lúc chất cho điện tử (III) thường cho phép tính đều lập thể và trọng lượng phân tử được điều chỉnh. Cụ thể là, khi tỷ lệ của chất cho điện tử (III) so với thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại gia tăng, có xu hướng là polyme có tính đều lập thể cao có khả năng thu được, và polyme có trọng lượng phân tử cao có khả năng thu được. Mặt khác, khi tỷ lệ của chất cho điện tử (III) được sử dụng giảm đi, có xu hướng là polyme có tính đều lập thể tương đối thấp (chẳng hạn, hàm lượng thành phần hòa tan decan, mà sẽ được mô tả dưới đây, là tương đối cao) có khả năng thu được, và polyme có trọng lượng phân tử thấp có khả năng thu được.

[0124]

Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin của sáng chế có thể chứa, không phải là các thành phần được mô tả ở trên, các thành phần khác hữu ích để polyme hóa olefin nếu cần. Các ví dụ về các thành phần khác gồm các chất mang như là oxit silic, các chất chống tĩnh điện, các chất tổ hợp hạt, và các chất làm ổn định lưu trữ.

[0125]

[Phương pháp olefin polyme hóa]

Phương pháp polyme hóa olefin theo sáng chế gồm tiến hành polyme hóa olefin sử dụng chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin của sáng chế. Ở đây, “polyme hóa” có thể gồm ý nghĩa là homopolyme hóa cũng như copolyme hóa như là copolyme hóa ngẫu nhiên và copolyme hóa khối.

[0126]

Trong phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế, polyme hóa có thể cũng được tiến hành với sự có mặt của chất xúc tác tiền polyme hóa thu được bằng cách tiền polyme hóa α -olefin với sự có mặt của chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin của sáng chế. Tiền polyme hóa này được tiến hành bằng cách tiền polyme hóa α -olefin với lượng là 0,1 đến 1000g, ưu tiên là 0,3 đến 500g, và đặc biệt ưu tiên là 1 đến 200g trên mỗi gam chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin.

[0127]

Trong tiền polyme hóa, chất xúc tác có thể được sử dụng với nồng độ cao hơn so với nồng độ chất xúc tác trong hệ polyme hóa.

Nồng độ thành phần chất xúc tác titan rắn (I) trong tiền polyme hóa, xét theo nguyên tử titan, mong muốn là nằm trong khoảng thường là khoảng 0,001 đến 200mmol, ưu tiên là khoảng 0,01 đến 50mmol, và đặc biệt ưu tiên là 0,1 đến 20mmol trên mỗi lit môi trường lỏng.

[0128]

Phù hợp khi lượng của thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) trong tiền polyme hóa là lượng mà 0,1 đến 1000g và ưu tiên là 0,3 đến 500g polyme được sản xuất trên mỗi gam thành phần chất xúc tác titan rắn (I), và mong muốn rằng lượng này thường là khoảng 0,1 đến 300mol, ưu tiên là khoảng 0,5 đến 100mol, và đặc biệt ưu tiên là 1 đến 50mol trên mỗi mol của các nguyên tử titan trong thành phần chất xúc tác titan rắn (I).

[0129]

Trong tiền polyme hóa, chẳng hạn, chất cho điện tử (III) có thể cũng được sử dụng nếu cần, và, ở thời điểm này, các thành phần như vậy được sử dụng với

lượng là 0,1 đến 50mol, ưu tiên là 0,5 đến 30mol, và còn ưu tiên hơn là 1 đến 10mol trên mỗi mol của các nguyên tử titan trong thành phần chất xúc tác titan rắn (I). Bằng cách điều chỉnh lượng của chất cho điện tử (III), tính đều lập thể của polyme olefin thu được có thể được điều chỉnh.

[0130]

Tiền polyme hóa có thể được tiến hành ở các điều kiện ôn hòa sau khi bổ sung olefin và các thành phần chất xúc tác ở trên vào môi trường hydrocacbon trơ.

[0131]

Trong trường hợp này, các ví dụ cụ thể về môi trường hydrocacbon trơ được sử dụng gồm:

các hydrocacbon béo như là propan, butan, pentan, hexan, heptan, octan, decan, dodecan, và dầu hỏa;

các hydrocacbon vòng béo như là xycloheptan, metylxycloheptan, 4-xycloheptan, và metyl-4-xycloheptan;

các hydrocacbon thơm như là benzen, toluen, và xylen;

các hydrocacbon được halogen hóa như là etylenclorua và clobenzen; và các hỗn hợp của chúng.

[0132]

Trong số các môi trường hydrocacbon trơ này, các hydrocacbon béo ưu tiên là được sử dụng đặc biệt. Trong trường hợp sử dụng môi trường hydrocacbon trơ, tiền polyme hóa ưu tiên là được tiến hành theo cách từng mẻ.

[0133]

Mặt khác, tiền polyme hóa có thể cũng được tiến hành sử dụng bản thân olefin làm dung môi, và tiền polyme hóa có thể cũng được tiến hành trong trạng thái về cơ bản không có dung môi. Trong trường hợp này, tiền polyme hóa ưu tiên là được tiến hành theo cách liên tục.

[0134]

Olefin được sử dụng trong tiền polyme hóa có thể là giống hoặc khác với olefin được sử dụng trong polyme hóa mà sẽ được mô tả dưới đây, và, cụ thể, propylen là được ưu tiên.

[0135]

Mong muốn là, nhiệt độ trong tiền polyme hóa nằm trong khoảng thường là khoảng -20 đến $+100^{\circ}\text{C}$, ưu tiên là khoảng -20 đến $+80^{\circ}\text{C}$, và còn ưu tiên hơn là 0 đến $+40^{\circ}\text{C}$.

[0136]

Tiếp theo, polyme hóa sẽ được mô tả mà được tiến hành bằng con đường tiền polyme hóa được mô tả ở trên hoặc không có tiền polyme hóa.

[0137]

Các ví dụ về các olefin mà sử dụng được (tức là, được polyme hóa) trong polyme hóa gồm các α -olefin có 3 đến 20 nguyên tử cacbon, ví dụ, các olefin mạch thẳng như là propylen, 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-octen, 1-dexen, 1-dodexen, 1-tetradexen, 1-hexadexen, 1-octadexen, và 1-eicosen, và các olefin mạch nhánh như là 4-metyl-1-penten, 3-metyl-1-penten, và 3-metyl-1-buten, và ưu tiên là propylen, 1-buten, 1-penten, 4-metyl-1-penten, và 3-metyl-1-buten. Từ quan điểm rằng các ưu điểm của polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng có

khả năng được thể hiện trong nhựa cứng cao, propylen, 1-buten, 4-metyl-1-penten, và 3-metyl-1-buten là đặc biệt ưu tiên.

[0138]

Ngoài các α -olefin này, cũng sử dụng được là etylen, các hợp chất vinyl thơm như là styren và allylbenzen, và các hợp chất vinyl vòng béo như là vinylxyclohexan và vinylxycloheptan. Hơn nữa, xyclopenten, xyclohepten, norbornen, tetraxyclododexen, và các hợp chất có nhiều liên kết chưa bão hòa như là các dien liên hợp và các dien không liên hợp, ví dụ, các dien như là isopren và butadien, có thể cũng được sử dụng làm các nguyên liệu polyme hóa cùng với etylen và α -olefin. Một trong số các hợp chất này có thể được sử dụng đơn, hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được sử dụng kết hợp (dưới đây, các olefin được sử dụng với etylen hoặc “các α -olefin có 3 đến 20 nguyên tử cacbon” cũng được gọi là “các olefin khác”).

[0139]

Trong số các olefin khác, etylen và các hợp chất vinyl thơm là được ưu tiên. Ngoài tổng 100% trọng lượng của các olefin, một lượng nhỏ, ví dụ, 10% trọng lượng hoặc ít hơn và ưu tiên là 5% trọng lượng hoặc ít hơn, của các olefin khác như là etylen có thể được sử dụng kết hợp.

[0140]

Trong sáng chế, tiền polyme hóa và polyme hóa có thể được tiến hành bởi bất kỳ phương pháp nào trong số các phương pháp polyme hóa pha lỏng như là polyme hóa khối, polyme hóa dung dịch, và polyme hóa huyền phù, và các phương pháp polyme hóa pha khí.

[0141]

Khi polyme hóa có dạng phản ứng là polyme hóa huyền phù, hydrocacbon trơ như được sử dụng trong tiền polyme hóa được mô tả ở trên có thể được sử dụng làm dung môi phản ứng, và olefin mà là lỏng ở nhiệt độ phản ứng có thể cũng được sử dụng.

[0142]

Trong polyme hóa theo phương pháp polyme hóa của sáng chế, thành phần chất xúc tác titan rắn (I) được sử dụng với lượng, xét theo nguyên tử titan, thường là khoảng 0,0001 đến 0,5mmol và ưu tiên là khoảng 0,005 đến 0,1mmol trên mỗi lit của thể tích polyme hóa. Thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) được sử dụng với lượng thường là khoảng 1 đến 2000mol, ưu tiên là khoảng 5 đến 500mol, ưu tiên hơn là 10 đến 350mol, còn ưu tiên hơn là 30 đến 350mol, và đặc biệt ưu tiên là 50 đến 350mol trên mỗi mol của các nguyên tử titan trong các thành phần chất xúc tác tiền polyme hóa trong hệ polyme hóa. Chất cho điện tử (III), nếu được sử dụng, được sử dụng với lượng là 0,001 đến 50mol, ưu tiên là 0,01 đến 30mol, và đặc biệt ưu tiên là 0,05 đến 20mol trên mỗi mol của các nguyên tử kim loại của thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II). Như được mô tả ở trên, tính đều lập thể và trọng lượng phân tử có thể được điều chỉnh nhờ lượng của chất cho điện tử (III) được sử dụng.

[0143]

Tiến hành polyme hóa với sự có mặt của hydro làm cho có thể điều chỉnh trọng lượng phân tử của polyme thu được, và tạo cho polyme có tốc độ dòng nóng chảy cao.

[0144]

Trong polyme hóa trong sáng chế, nhiệt độ polyme hóa olefin thường là khoảng 20 đến 200°C, ưu tiên là khoảng 30 đến 100°C, và ưu tiên hơn là 50 đến 90°C. Áp suất thường được thiết lập ở áp suất bình thường đến 10MPa, và ưu tiên là 0,20 đến 5MPa. Trong phương pháp polyme hóa của sáng chế, polyme hóa có thể được tiến hành theo bất kỳ trong số các cách theo từng mẻ, bán liên tục, và liên tục. Hơn nữa, polyme hóa có thể được tiến hành ở hai hoặc nhiều giai đoạn được phân chia bằng cách thay đổi các điều kiện phản ứng. Tiến hành polyme hóa đa giai đoạn như vậy cho phép phân bố trọng lượng phân tử của polyme olefin được mở rộng thêm.

[0145]

Polyme olefin thu được như vậy có thể là bất kỳ, chẳng hạn, homopolyme, copolyme ngẫu nhiên, và copolyme khối.

Khi polyme hóa olefin, hoặc cụ thể là polyme hóa propylen, được tiến hành sử dụng chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin được mô tả ở trên, polyme gốc propylen có tính đều lập thể cao có hàm lượng thành phần không hòa tan decan là 70% hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 85% hoặc nhiều hơn, và đặc biệt ưu tiên là 90% hoặc nhiều hơn có thể thu được.

[0146]

Hơn nữa, theo phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế, polyolefin hoặc, cụ thể là, polypropylen có phân bố trọng lượng phân tử rộng có thể thu được ngay cả không tiến hành polyme hóa đa giai đoạn, hoặc ngay cả qua polyme hóa có số giai đoạn ít như là polyme hóa đơn giai đoạn. Cụ thể, đặc điểm của phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế là polyme olefin thường thu được mà có tỷ lệ cao hơn về các thành phần trọng lượng phân tử cao và tỷ lệ thấp hơn về các

thành phần trọng lượng phân tử thấp (mà được gọi cụ thể là các hợp chất dính) so với các polyme olefin thông thường có tốc độ dòng nóng chảy (MFR) có thể so sánh được. Đặc điểm này có thể được xác nhận bằng đo sắc ký thấm gel (GPC) mà sẽ được mô tả dưới đây, và polyme có cả giá trị M_w/M_n cao và giá trị M_z/M_w cao có thể thu được.

[0147]

Polypropylen thu được sử dụng các thành phần chất xúc tác titan rắn thông thường gồm magie, titan, halogen, và chất cho điện tử nói chung có giá trị M_w/M_n là 5 hoặc thấp hơn và giá trị M_z/M_w là thấp hơn 4, mà là các chỉ số của phân bố trọng lượng phân tử như được xác định bằng đo GPC, trong khoảng MFR là 1 đến 10g/10 phút, nhưng khi phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế được sử dụng, polyme olefin có giá trị M_w/M_n là 6 đến 30 và ưu tiên là 7 đến 20 có thể thu được ở cùng các điều kiện polyme hóa. Hơn nữa, polyme olefin có giá trị M_z/M_w ưu tiên là 4 đến 15 và ưu tiên hơn là 4,5 đến 10 có thể thu được. Cụ thể là, theo phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế, polyme có giá trị M_z/M_w cao thường thu được.

[0148]

Hiểu biết thông thường trong số những người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này là polypropylen có giá trị M_w/M_n cao có khả năng đúc và độ cứng tuyệt vời. Mặt khác, giá trị M_z/M_w cao biểu thị tỷ lệ hàm lượng cao của thành phần trọng lượng phân tử cao, và được mong đợi rằng polypropylen thu được có thể có sức căng nóng chảy cao và khả năng đúc tuyệt vời.

[0149]

Việc sử dụng phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế cho phép polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng thu được mà không tiến hành polyme hóa đa giai đoạn và như vậy, có thể là, thiết bị sản xuất polyme được đơn giản hóa. Đồng thời, việc áp dụng cho phương pháp polyme hóa nhiều giai đoạn thông thường được mong đợi cho phép thu được polyme có sức căng nóng chảy và khả năng đúc tốt hơn

[0150]

Trong khi có các phương pháp khác để thu được polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng như là phương pháp liên quan đến trộn nóng chảy hoặc phối trộn nóng chảy các polyme có các trọng lượng phân tử khác nhau, các polyme thu được bởi các phương pháp như vậy trong một số trường hợp không có sức căng nóng chảy hoặc khả năng đúc gia tăng phù hợp dù cách thức tương đối phức tạp. Điều này có lẽ là vì các polyme có các trọng lượng phân tử khác nhau, về cơ bản, không có khả năng trộn. Mặt khác, polyme thu được bởi phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế, vì các polyme có các trọng lượng phân tử khác nhau có các khoảng rất rộng được trộn ở mức độ chất xúc tác, tức là, mức độ nano, mong muốn có sức căng nóng chảy cao và khả năng đúc tuyệt vời.

[0151]

Polyme thu được bởi phương pháp polyme hóa olefin của sáng chế có tính đều lập thể cao như được mô tả ở trên. Do đó, polyme olefin thu được bởi phương pháp của sáng chế có xu hướng có điểm nóng chảy cao. Điểm nóng chảy thường được xác định bởi phương pháp phân tích nhiệt quét vi sai (DSC).

[0152]

Như được mô tả ở trên, polyme olefin, hoặc cụ thể là polyme propylen, thu được bởi phương pháp của sáng chế có xu hướng có phân bố trọng lượng phân tử rộng và cụ thể là M_z lớn, và như vậy có xu hướng có phân bố mà mở rộng về phía trọng lượng phân tử cao. Vì độ linh động phân tử của polyme olefin thay đổi theo trọng lượng phân tử, đồ thị thu được bởi phép đo DSC trong trường hợp polyme có phân bố trọng lượng phân tử rộng có thể không có hình dạng một kiểu mà là hình dạng nhiều kiểu hoặc hình dạng rộng. Tức là, vì thành phần trọng lượng phân tử siêu cao không có khả năng dễ kết tinh hơn, nên hiểu rằng đồ thị có hình dạng rộng trên phía nhiệt độ thấp trong phương pháp đo DSC là có thể do thành phần trọng lượng phân tử siêu cao. Do đó, ΔH mà được đo là nhiệt nóng chảy (lượng nhiệt kết tinh) có thể cũng có xu hướng là thấp.

[0153]

Mặt khác, đã phát hiện ra rằng đồ thị DSC của polyme propylen thu được sử dụng phương pháp của sáng chế có xu hướng thể hiện sự mở rộng tương đối nhỏ về phía nhiệt độ thấp và đồng thời ΔH cao. Điều này là có thể vì polyme thu được bởi phương pháp của sáng chế, đặc biệt là các thành phần trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao, có tính đều lập thể cao, và như vậy đã thể hiện xu hướng là polyme kết tinh dễ dàng, và đồ thị có sự mở rộng chút ít về phía nhiệt độ thấp.

[0154]

Được cho rằng các thành phần trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao có thể gây ra các vấn đề, như là các vết mắt cá, trong các ứng dụng mà tính trong suốt và các đặc tính nhìn xuyên qua được nhấn mạnh, như là các ứng dụng màng. Polyme olefin thu được bởi phương pháp của sáng chế có xu hướng có khả năng đạt được trạng thái được phân tán nhỏ mà có thể cũng được gọi là mức độ loại hoạt hóa về mặt xúc tác, tức là, mức độ nano, như được mô tả ở trên, và như vậy

có xu hướng không có khả năng gây ra các vấn đề như vậy. Đồng thời, việc lựa chọn cấu tạo của hợp chất este (a) được sử dụng trong chất xúc tác của sáng chế cho phép sự cân bằng giữa trọng lượng phân tử và hàm lượng của các thành phần trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao và trọng lượng phân tử và tốc độ dòng nóng chảy (MFR) của toàn bộ polyme cũng được điều chỉnh.

[0155]

Lý do tại sao polyme thể hiện các đặc tính như vậy thu được có lẽ là, như được mô tả ở trên, hợp chất este được chứa trong chất xúc tác của sáng chế này có cấu tạo cụ thể, và như vậy trường phản ứng là tương đối ổn định. Tức là, như được giả định bởi các tác giả sáng chế, vị trí hoạt động lập thể đặc thù cao, trong khi có đặc tính của mức độ cao về khả năng kiểm soát tính đều lập thể, có thể có hiệu quả ngăn chặn trở thành tình trạng cụ thể mà gây ra phản ứng chuyển mạch.

[0156]

Polyme thu được bằng phương pháp của sáng chế thể hiện phân bố trọng lượng phân tử mà cũng có mức độ nhất định là trải rộng về phía trọng lượng phân tử thấp. Thành phần trọng lượng phân tử thấp có xu hướng có cấu tạo tinh thể yếu và điểm nóng chảy thấp do trọng lượng phân tử thấp.

Cũng hiểu rằng polyme propylen thu được bằng phương pháp của sáng chế, vì tính đều lập thể của thành phần trọng lượng phân tử thấp là cao, có thể thể hiện đồ thị DSC mà có sự trải rộng ít về phía nhiệt độ thấp.

Ngoài ra, nhiều yếu tố như là khả năng thể hiện hiệu quả tác nhân hình thành nhân trong bước kết tinh cũng có thể hiểu được.

[0157]

Từ các quan điểm này, hiểu rằng polyme propylen thu được bởi phương pháp của sáng chế có thể có tính đều lập thể cao bất kể khoảng trọng lượng phân tử của nó. Do đó, polyme có nhiệt nóng chảy cao và thể hiện mức độ độ kết tinh tương đối cao.

[0158]

[Polyme propylen]

Các polyme gốc propylen của sáng chế có thể được phân loại sơ bộ thành ba loại (polyme propylen (H), polyme propylen (L), và polyme propylen (S)), mà sẽ được mô tả dưới đây, chủ yếu phụ thuộc vào trọng lượng phân tử (tốc độ dòng nóng chảy (MFR) là một chỉ số đánh giá) và tính đều lập thể (hàm lượng thành phần hòa tan decan là một chỉ số) của nó.

[0159]

Các định nghĩa về các yêu cầu khác nhau để cụ thể hóa các polyme propylen của sáng chế là như sau:

MFR: Tốc độ dòng nóng chảy (đơn vị: g/10 phút) được xác định ở 230°C ở tải trọng là 2,16kg theo tiêu chuẩn ASTM 1238

T_{mf}: Nhiệt độ (đơn vị: °C) được xác định bởi các điều kiện được mô tả trong các Ví dụ, mà được gọi là điểm nóng chảy cuối

ΔH: Tổng lượng nhiệt nóng chảy (đơn vị: J/g) được xác định bằng đo DSC (bước gia nhiệt thứ hai) ở các điều kiện được mô tả trong các Ví dụ

ΔH (cao): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH

ΔH (trung gian): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn 160°C của ΔH

[0160]

ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là các giá trị số đạt được khi lượng nhiệt ΔH là 100% (tức là, tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%), và có thể được tính toán bằng tỷ lệ của các lượng nhiệt được hấp thụ trong các vùng nhiệt độ tương ứng được xác định trong đồ thị DSC tương ứng (tương ứng với tỷ lệ diện tích trong đồ thị DSC).

[0161]

Các polyme propylen của sáng chế, mà sẽ được mô tả chi tiết dưới đây, tất cả có thể thu được bằng cách polyme hóa propylen ưu tiên là sử dụng chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin được mô tả ở trên, nhưng phương pháp sản xuất chúng không bị giới hạn.

[0162]

<Polyme propylen (H)>

Polyme propylen (H) của sáng chế là polyme propylen mà có xu hướng có trọng lượng phân tử tương đối thấp, khả năng đúc tuyệt vời, và độ cứng cao, và đáp ứng tất cả các yêu cầu dưới đây:

(αH) MFR ≥ 10 g/10 phút

(βH) $\Delta H \geq 80$ J/g

(γH) ΔH (cao) $\geq 10\%$

$$(\delta H) [\Delta H (\text{trung gian}) / \Delta H (\text{thấp})] > [\Delta H (\text{cao}) / \Delta H (\text{trung gian})]$$

Mỗi yêu cầu sẽ được mô tả dưới đây.

[0163]

Polyme propylen (H) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (αH): MFR ≥ 10 g/10 phút. MFR được biết rõ là chỉ số đánh giá đơn giản đối với trọng lượng phân tử của polyme propylen và chỉ số đánh giá đơn giản đối với khả năng chảy nóng chảy của polyme. Cụ thể là, MFR được xác định bằng phương pháp theo tiêu chuẩn ASTM 1238 như được mô tả ở trên. MFR của polyme propylen (H) của sáng chế ưu tiên là 15 g/10 phút hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn là 20 g/10 phút hoặc cao hơn. Giới hạn trên được ưu tiên là 1000 g/10 phút, ưu tiên hơn là 800 g/10 phút, và còn ưu tiên hơn là 700 g/10 phút.

[0164]

Polyme propylen (H) của sáng chế có khoảng MFR tương đối cao như được mô tả ở trên, và do đó đặc biệt thích hợp cho đúc phun trong số các phương pháp đúc khác nhau đã biết.

[0165]

Polyme propylen (H) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (βH): $\Delta H \geq 80$ J/g. ΔH là lượng nhiệt nóng chảy của polyme propylen (H), và được thừa nhận rằng giá trị này cao hơn, thì mức độ kết tinh cao hơn. Khi giá trị này là cao, một lượng nhiệt lớn được yêu cầu đến khi nóng chảy hoàn thành ngay cả sau khi nhiệt độ ở đó nóng chảy bắt đầu đạt tới, và yêu cầu (βH) như vậy cũng là chỉ số về tính chịu nhiệt tuyệt vời. ΔH của polyme propylen (H) của sáng chế ưu tiên là 83 J/g hoặc cao hơn, ưu tiên hơn là 85 J/g hoặc cao hơn, và còn ưu tiên hơn là 88 J/g hoặc cao

hơn. Mặt khác, giới hạn trên được ưu tiên là 150 J/g, ưu tiên hơn là 130 J/g, và còn ưu tiên hơn là 110 J/g.

[0166]

Polyme propylen (H) đáp ứng yêu cầu này có tính chịu nhiệt cao, và do đó được sử dụng thích hợp đặc biệt trong vật dụng được đúc phun.

[0167]

Polyme propylen (H) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (γH): $\Delta H (\text{cao}) \geq 10\%$. $\Delta H (\text{cao})$ có thể được coi như chỉ số về tính chịu nhiệt đặc biệt là trong vùng nhiệt độ nóng chảy cao (trên 165°C). Giá trị cao của nó biểu thị tính chịu nhiệt tuyệt vời, đặc biệt là ở các nhiệt độ cao. Khi chỉ số này là 10% hoặc cao hơn, polyme propylen (H) của đơn này được coi như có tính chịu nhiệt đặc biệt cao, mà là một trong số các yêu cầu quan trọng đặc trưng cho polyme propylen (H).

[0168]

Yêu cầu $\Delta H (\text{cao})$ ưu tiên là 11% hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn là 13% hoặc cao hơn. Các tác giả sáng chế hiểu rằng các thành phần polyme propylen tương ứng với vùng $\Delta H (\text{cao})$ có tính đều lập thể rất cao và lượng tương đối lớn về các thành phần trọng lượng phân tử siêu cao có tính đều lập thể cao. Đồng thời, các tác giả sáng chế hiểu rằng các thành phần polyme propylen tương ứng với vùng $\Delta H (\text{cao})$, không phải là chỉ có tính chịu nhiệt cao, mà có thể có chức năng là tác nhân hình thành nhân kết tinh cho độ kết tinh được gia tăng của toàn bộ polyme propylen (H).

[0169]

Hiển nhiên là khi giá trị $\Delta H (\text{cao})$ cao hơn là có lợi hơn xét theo tính chịu nhiệt, giới hạn trên được ưu tiên của nó là 35%, ưu tiên hơn là 30%, và còn ưu

tiên hơn là 28% xét về các chi tiết của yêu cầu (δH), mà sẽ được mô tả dưới đây, và sự cân bằng giữa, chẳng hạn, mô đun đàn hồi và khả năng đúc.

[0170]

Polyme propylen (H) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (δH): $[\Delta H (\text{trung gian}) / \Delta H (\text{thấp})] > [\Delta H (\text{cao}) / \Delta H (\text{trung gian})]$. Người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ hiểu rằng yêu cầu (δH) này là chỉ số mà không những ΔH (cao) mà còn ΔH (trung gian) là tương đối cao. Cụ thể hơn là, hoặc nói cách khác, có thể cho rằng yêu cầu này (δH) là chỉ số biểu thị rằng hàm lượng của các thành phần polyme propylen tương ứng với ΔH (cao) và ΔH (trung gian) là tương đối cao hơn so với hàm lượng của các thành phần polyme propylen tương ứng với ΔH (thấp).

[0171]

Các tác giả sáng chế hiểu rằng polyme propylen (H) đáp ứng mối quan hệ như vậy có thể thể hiện phương án trong đó, chẳng hạn, khi một phần của các thành phần tương ứng với ΔH (cao) có chức năng là thành phần tác nhân hình thành nhân kết tinh, do đó hàm lượng của các thành phần mà có khả năng kết tinh là tương đối cao, và như vậy polyme propylen có mức độ cao về độ kết tinh, điểm nóng chảy, và nhiệt nóng chảy là thu được dễ dàng.

[0172]

$[\Delta H (\text{trung gian}) / \Delta H (\text{thấp})]$ ưu tiên là cao hơn so với $[\Delta H (\text{cao}) / \Delta H (\text{trung gian})]$ là 0,03 hoặc hơn, và ưu tiên hơn là 0,05 hoặc hơn. Giới hạn trên của chênh lệch giữa $[\Delta H (\text{trung gian}) / \Delta H (\text{thấp})]$ và $[\Delta H (\text{cao}) / \Delta H (\text{trung gian})]$ là không bị giới hạn cụ thể, và ưu tiên là 0,50, ưu tiên hơn là 0,45, còn ưu tiên hơn là 0,40, và đặc biệt ưu tiên là 0,35.

[0173]

Hơn nữa, polyme propylen (H) của sáng chế ưu tiên là có ΔH (thấp) là thấp hơn 61% (yêu cầu (ϵH)), ưu tiên hơn là 60% hoặc thấp hơn, còn ưu tiên hơn là 59% hoặc thấp hơn, và đặc biệt ưu tiên là 57% hoặc thấp hơn.

[0174]

Các tác giả sáng chế hiểu rằng polyme propylen (H) đáp ứng yêu cầu này cũng thể hiện phương án trong đó, như được mô tả ở trên, khi một phần của các thành phần tương ứng với ΔH (cao) có chức năng là thành phần tác nhân hình thành nhân kết tinh, do đó hàm lượng của các thành phần mà có khả năng kết tinh là tương đối cao, và như vậy polyme propylen có mức độ cao về độ kết tinh, điểm nóng chảy, và nhiệt nóng chảy là dễ dàng thu được.

[0175]

Điểm nóng chảy cuối T_{mf} của polyme propylen (H) của sáng chế ưu tiên là 169,0°C hoặc cao hơn, ưu tiên hơn là 169,5°C hoặc cao hơn, và còn ưu tiên hơn là 170,0°C hoặc cao hơn. Như được mô tả ở trên, polyme propylen (H) của sáng chế có tính đều lập thể rất cao, các thành phần trọng lượng phân tử siêu cao có tính đều lập thể cao, và như vậy T_{mf} có xu hướng là cao. Polyme như vậy được mong đợi cũng thể hiện tính chịu nhiệt cao. Mặt khác, trong khi không quan trọng để thiết lập giới hạn trên của T_{mf} , polyme có T_{mf} quá cao có thể cần các phương pháp đúc và các điều kiện đúc cụ thể để có được ưu điểm về các đặc tính của nó, và như vậy giới hạn trên của T_{mf} ưu tiên là 200°C, ưu tiên hơn là 195°C, và còn ưu tiên hơn là 190°C.

[0176]

Polyme propylen (H) của sáng chế được mong đợi thể hiện không những tính chịu nhiệt cao mà còn cả độ cứng cao. Do đó, polyme propylen (H) của sáng chế được sử dụng thích hợp trong các ứng dụng trong đó độ cứng cao và tính chịu nhiệt cao được yêu cầu. Như được mô tả ở trên, độ kết tinh của polyme propylen (H) của sáng chế dễ được gia tăng, và như vậy có xu hướng là vật dụng được đúc có tính năng đặc tính cao hơn có khả năng thu được bằng cách sử dụng phương pháp đúc mà cho phép sự định hướng cụ thể đạt được. Do đó, polyme propylen (H) của sáng chế có thể được mong đợi là thích hợp cho các ứng dụng như là các vật dụng được đúc phun, các màng được kéo căng (ví dụ, các màng được kéo căng đơn trục và được kéo căng các màng hai trục), và các loại sợi.

[0177]

<Polyme propylen (L)>

Polyme propylen (L) của sáng chế là polyme mà có trọng lượng phân tử tương đối cao và có xu hướng thích hợp cho lĩnh vực các vật liệu bao gói như là các tấm và các màng, và là polyme propylen mà đáp ứng các yêu cầu dưới đây:

(α L) MFR < 10g/10 phút

(β L) $\Delta H \geq 80$ J/g

(γ L) ΔH (cao) $\geq 18,5\%$, ΔH (trung gian) $\geq 28\%$, và [ΔH (cao) + ΔH (trung gian)] $\leq 80\%$

(δ L) $T_{mf} \geq 170,0^\circ\text{C}$

Mỗi yêu cầu sẽ được mô tả dưới đây.

[0178]

Polyme propylen (L) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (αL): MFR < 10g/10 phút. MFR là chỉ số đã được biết rõ như được mô tả ở trên. MFR của polyme propylen (L) của sáng chế ưu tiên là 8 g/10 phút hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn là 6 g/10 phút hoặc thấp hơn, và còn ưu tiên hơn là 5 g/10 phút hoặc thấp hơn. Giới hạn dưới được ưu tiên là 0,001 g/10 phút, ưu tiên hơn là 0,005 g/10 phút, và còn ưu tiên hơn là 0,01 g/10 phút.

[0179]

Polyme propylen (L) của sáng chế có khoảng MFR tương đối thấp như được mô tả ở trên, và như vậy được sử dụng thích hợp trong, chẳng hạn, các tấm ép đùn, các màng khuôn T, các màng thổi, các vật dụng được đúc thổi, và các vật dụng được đúc chân không.

[0180]

Polyme propylen (L) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (βL): $\Delta H \geq 80$ J/g. ΔH về cơ bản là giống như yêu cầu (βH).

[0181]

Polyme propylen (L) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (γL): ΔH (cao) $\geq 18,5\%$, ΔH (trung gian) $\geq 28\%$, và $[\Delta H$ (cao) + ΔH (trung gian)] $\leq 80\%$.

[0182]

Giới hạn dưới của ΔH (cao) ưu tiên là 19,0%, ưu tiên hơn là 19,5%, và còn ưu tiên hơn là 20,0%. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là 35%, ưu tiên hơn là 30%, và còn ưu tiên hơn là 28%.

[0183]

Giới hạn dưới của ΔH (trung gian) ưu tiên là 28,4%, ưu tiên hơn là 29,0%, còn ưu tiên hơn là 29,5%, ưu tiên cụ thể là 30,0%, và đặc biệt là ưu tiên là 33,0%. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là 50,0%, ưu tiên hơn là 47,0%, và còn ưu tiên hơn là 45,0%.

[0184]

Giới hạn trên của [ΔH (cao) + ΔH (trung gian)] ưu tiên là 75%, ưu tiên hơn là 70%, còn ưu tiên hơn là 65%, và ưu tiên cụ thể là 63%. Mặt khác, giới hạn dưới ưu tiên là 48,0%, ưu tiên hơn là 48,5%, và còn ưu tiên hơn là 49,0%.

[0185]

ΔH (trung gian) quá cao có thể dẫn đến giá trị ΔH (cao) nhỏ, và có thể cũng dẫn đến tính chịu nhiệt kém. Với ΔH (trung gian) quá thấp, hiệu quả của chất hình thành nhân tinh thể được mong đợi từ các thành phần tương ứng ΔH (cao) không được vận dụng hoàn toàn, do đó có thể dẫn đến tính chịu nhiệt kém.

[0186]

Yêu cầu này là một chỉ số thể hiện rằng polyme propylen (L) của sáng chế có lượng tinh thể đặc biệt lớn mà nóng chảy trong vùng nhiệt độ cao (165°C hoặc cao hơn), hoặc nói cách khác, có tính chịu nóng chảy tuyệt vời (tính chịu nhiệt) trong vùng nhiệt độ cao, và, hơn nữa, có lượng tương đối lớn các thành phần mà nóng chảy trong vùng nhiệt độ môi trường (160°C đến 165°C). Khi trọng lượng phân tử của polyme propylen là cao, tính lưu động của mạch phân tử là tương đối thấp, như vậy polyme propylen không có khả năng kết tinh, và do đó mức độ về độ kết tinh có xu hướng là thấp. Tuy nhiên, như được mô tả ở trên, polyme propylen (L) của sáng chế có hàm lượng cao các polyme propylen tương ứng với ΔH (cao) và ΔH (thấp) và, như vậy, vì cùng lý do được giả định như ở trên, hiệu

rằng polyme ngay cả có trọng lượng phân tử cao có khả năng có mức độ cao về độ kết tinh, và có tính chịu nhiệt tuyệt vời.

[0187]

Do đó, polyme propylen (L) của sáng chế được mong đợi là thích hợp dùng cho, chẳng hạn, các sản phẩm vật chứa và vật liệu bao gói như là các loại tấm, các màng, và các loại chai lọ, và cho các sản phẩm có tính chịu nhiệt cao. Cũng được mong đợi rằng bằng cách điều chỉnh và bố trí phương pháp đúc, tính chịu nhiệt, độ cứng, và các đặc tính khác có thể được điều chỉnh phù hợp.

[0188]

Polyme propylen (L) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (δL): $T_{mf} \geq 170,0^{\circ}\text{C}$. T_{mf} ưu tiên hơn là $171,0^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn, và còn ưu tiên hơn là $171,5^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn. Như được mô tả ở trên, polyme propylen (L) của sáng chế có tính đều lập thể rất cao, các thành phần trọng lượng phân tử siêu cao có tính đều lập thể cao, và như vậy T_{mf} có xu hướng là cao. Do đó, polyme như vậy được mong đợi thể hiện tính chịu nhiệt cao. Mặt khác, trong khi không quan trọng để thiết lập giới hạn trên được ưu tiên của T_{mf} , polyme có T_{mf} quá cao có thể cần các phương pháp đúc và các điều kiện đúc cụ thể để có ưu điểm của các đặc tính của nó, và như vậy giới hạn trên của T_{mf} ưu tiên là 200°C , ưu tiên hơn là 195°C , và còn ưu tiên hơn là 190°C .

[0189]

Polyme propylen (L) của sáng chế ưu tiên là đáp ứng yêu cầu (ϵL) dưới đây: $T_{mf} - \Delta H (\text{cao}) \geq 149,0$. Yêu cầu này có thể được coi như chỉ số thể hiện rằng T_{mf} có xu hướng gia tăng theo lượng của các thành phần polyme propylen tương ứng với $\Delta H (\text{cao})$. Có thể cho rằng polyme propylen (L) đáp ứng yêu cầu này có

tính đều lập thể cao, và cụ thể là có khả năng rằng các thành phần trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao có tính đều lập thể cao. Đồng thời, khi các thành phần trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao có chức năng là tác nhân hình thành nhân kết tinh, do đó các tinh thể cứng có khả năng được hình thành và, có khả năng, kết quả là polyme có T_{mf} cao theo giá trị của ΔH (cao) thu được. Các tác giả sáng chế hiểu rằng yêu cầu (ϵL) là một chỉ số đề xuất polyme của một phương án như vậy.

[0190]

“ $T_{mf} - \Delta H$ (cao)” ưu tiên hơn là 149,5 hoặc lớn hơn, còn ưu tiên hơn là 150,0 hoặc lớn hơn, đặc biệt ưu tiên là 150,5 hoặc lớn hơn, và đặc biệt là ưu tiên là 151,0 hoặc lớn hơn. Giới hạn trên ưu tiên là 180, ưu tiên hơn là 177, và còn ưu tiên hơn là 175 xét về giới hạn trên được ưu tiên của T_{mf} và giới hạn dưới của ΔH (cao).

[0191]

<Polyme propylen (S)>

Polyme propylen (S) của sáng chế là polyme có lượng tương đối lớn các thành phần hòa tan decan và như vậy được coi như được đặc trưng bởi sự cân bằng giữa các đặc tính vật lý gồm tính linh hoạt và cũng như khả năng đúc, có thể cũng được coi như polyme có khuynh hướng là thích hợp cho lĩnh vực các vật liệu bao gói như là các tấm và các màng, và là polyme propylen đáp ứng các yêu cầu dưới đây:

(αS) Hàm lượng thành phần hòa tan decan $\geq 5\%$ khối lượng

(βS) $\Delta H \geq 80 \text{ J/g}$

(γS) $T_{mf} \geq 169^\circ\text{C}$

(δS) ΔH (thấp) $\geq 61\%$, và $20\% \geq \Delta H$ (cao) $\geq 5\%$

(εS) Hàm lượng của đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen trong phần không hòa tan decan $\leq 5\%$ mol

Mỗi yêu cầu sẽ được mô tả dưới đây.

[0192]

Polyme propylen (S) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (αS): Hàm lượng thành phần hòa tan decan $\geq 5\%$ khối lượng. Hàm lượng thành phần hòa tan decan là hàm lượng của các thành phần hòa tan trong decan ở 23°C trong polyme propylen (S) như được xác định bằng phương pháp được mô tả trong phần các Ví dụ dưới đây. Thông thường, chỉ số này được biết rõ là chỉ số về tính đều lập thể của polyme olefin và phân bố hợp phần của copolyme.

[0193]

Khi trong polyme propylen hàm lượng thành phần hòa tan decan ưu tiên là thấp trong các ứng dụng mà tính chịu nhiệt của nó được vận dụng, trong các ứng dụng như là các vật chứa và các vật liệu bao gói thường được sử dụng, không những tính chịu nhiệt mà còn sự cân bằng giữa, chẳng hạn, tính linh hoạt và độ trong suốt có thể là quan trọng. Cụ thể là, hàm lượng thành phần hòa tan decan thấp hơn nói chung có thể dẫn đến độ trong suốt tốt hơn. Do đó, có thị trường đối với các polyme có hàm lượng thành phần hòa tan decan tương đối cao.

[0194]

Hàm lượng thành phần hòa tan decan của polyme propylen (S) của sáng chế là 5% khối lượng hoặc cao hơn, và ưu tiên là 6% khối lượng hoặc cao hơn. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là 20% khối lượng hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn là 15% khối lượng hoặc thấp hơn, còn ưu tiên hơn là 12% khối lượng hoặc thấp hơn, và

đặc biệt ưu tiên là 11% khối lượng hoặc thấp hơn xét về, chẳng hạn, sinh ra độ dính trong vật dụng được đúc của nó.

[0195]

Polyme propylen (S) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (βS): $\Delta H \geq 80$ J/g. Định nghĩa về ΔH cơ bản là giống như yêu cầu (βH).

[0196]

ΔH của polyme propylen (S) của sáng chế được đặc trưng bởi thể hiện giá trị tương đối lớn dù hàm lượng thành phần hòa tan decan tương đối cao của nó. Các tác giả sáng chế hiểu rằng điều này có khả năng là vì các thành phần tương ứng với ΔH (cao), mà sẽ được mô tả dưới đây, được chứa với lượng nằm trong khoảng cụ thể, và như vậy giá trị lớn được thể hiện do ảnh hưởng (như là hiệu quả chất hình thành nhân tinh thể) của các thành phần này. Tuy nhiên, ΔH không phải là chỉ số mà có nghĩa là nhiệt độ nóng chảy cao, và, do đó, như có thể được hiểu từ yêu cầu (αS) ở trên và cũng như yêu cầu (δS) dưới đây, polyme propylen (S) là polyme có các đặc trưng khác với các đặc trưng của polyme propylen (H) và polyme propylen (L).

[0197]

Polyme propylen (S) của sáng chế, trong khi có hàm lượng tương đối lớn về các thành phần hòa tan decan, có ΔH cao và như vậy được coi như có mức độ cao về độ kết tinh, và do đó được mong đợi là có lợi trong việc thu được màng có cảm giác cứng (độ đàn hồi) khi được đúc thành, chẳng hạn, màng.

[0198]

ΔH của polyme propylen (S) của sáng chế ưu tiên là 83 J/g hoặc cao hơn, ưu tiên hơn là 85 J/g hoặc cao hơn, và còn ưu tiên hơn là 86 J/g hoặc cao hơn. Mặt

khác, giới hạn trên ưu tiên là 100 J/g, ưu tiên hơn là 97 J/g, và còn ưu tiên hơn là 95 J/g. ΔH quá cao có thể dẫn đến tính linh hoạt và độ trong suốt không đủ được mong đợi từ polyme propylen (S) của sáng chế.

[0199]

Polyme propylen (S) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (γS): $T_{mf} \geq 169,0^{\circ}\text{C}$. T_{mf} ưu tiên là $169,2^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn là $169,3^{\circ}\text{C}$ hoặc cao hơn. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là $180,0^{\circ}\text{C}$, ưu tiên hơn là $177,0^{\circ}\text{C}$, và còn ưu tiên hơn là $175,0^{\circ}\text{C}$.

[0200]

Polyme propylen (S) của sáng chế được đặc trưng bởi thể hiện T_{mf} cao dù hàm lượng tương đối lớn về các thành phần hòa tan decan. Các tác giả sáng chế hiểu rằng điều này, trong khi liên quan đến yêu cầu (δS), mà sẽ được mô tả dưới đây, có khả năng là bắt nguồn từ chứa lượng tương đối lớn các thành phần tương ứng với ΔH (cao).

[0201]

Polyme propylen (S) của sáng chế đáp ứng các yêu cầu (δS): ΔH (thấp) $\geq 61\%$, và $20\% \geq \Delta H$ (cao) $\geq 5\%$.

[0202]

Về polyme propylen (S) của sáng chế, ΔH (cao) và ΔH (thấp) đáp ứng các điều kiện ở trên, và như vậy một trong số các đặc trưng của polyme propylen (S) là dù hàm lượng thành phần hòa tan decan tương đối cao, ΔH là tương đối cao như được mô tả liên quan đến yêu cầu (βS). Giới hạn dưới của ΔH (cao) ưu tiên là $5,5\%$, và ưu tiên hơn là $6,0\%$. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là $15,0\%$, ưu tiên hơn là $12,0\%$, còn ưu tiên hơn là $10,0\%$, và cụ thể là $9,5\%$. Giới hạn dưới của ΔH

(thấp) ưu tiên là 62%, ưu tiên hơn là 63%, và còn ưu tiên hơn là 64%. Mặt khác, giới hạn trên ưu tiên là 90%, ưu tiên hơn là 80%, và còn ưu tiên hơn là 70%. Các giá trị này nằm trong khoảng ở trên là có lợi trong việc thu được vật dụng được đúc có cảm giác cứng (độ đàn hồi) phù hợp trong khi có tính linh hoạt và độ trong suốt phù hợp.

[0203]

Yêu cầu này có thể được coi như biểu thị rằng các thành phần tương ứng với ΔH (cao), tức là, các thành phần có điểm nóng chảy cao được chứa với hàm lượng mà nằm trong khoảng cụ thể trong khi lượng của các thành phần polyme có điểm nóng chảy thấp là tương đối lớn, hoặc tức là, các thành phần tương ứng có các đặc tính vật lý hoàn toàn đối lập được chứa với các lượng tương đối lớn.

[0204]

Các tác giả sáng chế hiểu rằng các thành phần tương ứng với ΔH (cao) có khả năng là dùng làm chất kích hoạt (chẳng hạn, một số trong số chúng thể hiện hiệu quả là tác nhân hình thành nhân kết tinh), như vậy độ kết tinh của các thành phần tương ứng với ΔH (thấp) được gia tăng, và do đó polyme propylen (S) của đơn này có ΔH tương đối cao. Lý do được giả định tại sao các thành phần tương ứng với ΔH (cao) có hiệu quả gia tăng độ kết tinh về cơ bản là giống như lý do được mô tả đối với polyme propylen (H) và polyme propylen (L).

[0205]

Do đó, polyme propylen (S) của sáng chế có thể được mong đợi là có khả năng truyền phù hợp cảm giác cứng (như là cảm giác đặc quánh (stiff feeling), “stiff feeling” là đặc tính vật lý tương tự như cảm giác dai của sợi mì) trong khi

duy trì các đặc điểm của các sản phẩm vật chứa và vật liệu bao gói hiện có như là các tấm, các màng, và các loại chai lọ.

[0206]

Polyme propylen (S) của sáng chế đáp ứng yêu cầu (ϵS): Hàm lượng của đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen trong phần không hòa tan decan $\leq 5\%$ mol. Hàm lượng của đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen ưu tiên là 4% mol hoặc thấp hơn, và ưu tiên hơn là 3% mol hoặc thấp hơn.

[0207]

Phần không hòa tan decan đề cập đến các thành phần của polyme propylen (S) của sáng chế loại trừ các thành phần hòa tan decan được nêu cụ thể trong yêu cầu (αS). Hiển nhiên là giá trị là 0% mol khi polyme propylen (S) là homopolyme.

[0208]

Polyme propylen (H), polyme propylen (L), và polyme propylen (S) của sáng chế có thể chứa các đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen và các hợp chất vinyl polyme hóa được miễn là các đặc trưng và các mục đích tương ứng của chúng không gây ra ảnh hưởng bất lợi.

[0209]

Các ví dụ được ưu tiên của olefin gồm các olefin và các dien như được bộc lộ trong phần phương pháp sản xuất polyme olefin, và các ví dụ được ưu tiên của hợp chất vinyl polyme hóa được gồm các hợp chất vinyl thơm như là styren. Các olefin ưu tiên hơn gồm etylen, 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-octen, 1-dexen, 1-hexadexen, và 1-octadexen. Trong số này, etylen, 1-buten, 1-hexen, 1-octen, và

1-dexen là các ví dụ ưu tiên hơn, và etylen và 1-buten là các ví dụ còn ưu tiên hơn. Ví dụ được ưu tiên về hợp chất vinyl polyme hóa được có thể là styren.

[0210]

Hàm lượng của các đơn vị cấu tạo khác như vậy ưu tiên là 5%mol hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn là 3%mol hoặc thấp hơn, còn ưu tiên hơn là 1%mol hoặc thấp hơn, và đặc biệt ưu tiên là 0,5%mol hoặc thấp hơn, dựa trên tổng hàm lượng của các đơn vị cấu tạo dẫn xuất propylen là 100% mol.

[0211]

Polyme propylen thu được bằng phương pháp của sáng chế có thể được sử dụng trong các ứng dụng khác nhau đã biết. Cụ thể, vì polyme propylen được mong đợi có tính chịu nhiệt và độ cứng cao, nên polyme propylen là thích hợp cho, chẳng hạn, các ứng dụng vật dụng được đúc phun khác nhau và, cụ thể hơn là, các bộ phận ô tô và các bộ phận thiết bị dụng cụ điện gia đình. Đồng thời, polyme propylen có thể được sử dụng trong các tấm và các màng khác nhau do phân bố trọng lượng phân tử rộng. Cụ thể là, polyme propylen là thích hợp cho, chẳng hạn, các ứng dụng chia tách trong các pin ion lithi và cả các tụ điện. Đồng thời, polyme propylen có thể được sử dụng thích hợp trong, chẳng hạn, các vật dụng đúc được dập, vật dụng đúc được cán, và các vật dụng đúc quay.

Ví dụ thực hiện sáng chế

[0212]

Sáng chế sẽ được mô tả bởi các Ví dụ dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các Ví dụ này.

Trong các Ví dụ dưới đây, tỷ trọng khối, tốc độ dòng nóng chảy, lượng của thành phần hòa tan (không hòa tan) decan, phân bố trọng lượng phân tử, điểm

nóng chảy cuối, điểm nóng chảy, nhiệt độ kết tinh, và lượng nhiệt nóng chảy của các polyme propylen được đo bằng các phương pháp dưới đây.

[0213]

(1) Tỷ trọng khối:

Tỷ trọng khối được đo theo JIS K-6721.

(2) Tốc độ dòng nóng chảy (MFR):

Theo ASTM D1238E, nhiệt độ đo cho polyme propylen được thiết lập ở 230°C.

[0214]

(3) Lượng thành phần hòa tan (không hòa tan) decan:

Khoảng 3g polyme propylen (được đo tới đơn vị là 10^{-4} g, và trọng lượng này được biểu thị là b (g) trong phương trình dưới đây), 500ml decan, và một lượng nhỏ chất làm ổn định chịu nhiệt hòa tan trong decan được bổ sung vào bình đo bằng thủy tinh, và polyme propylen được hòa tan bằng cách được gia nhiệt đến 150°C trong 2 giờ trong khi được khuấy bằng bộ khuấy trong môi trường nitơ, sau đó được duy trì ở 150°C trong 2 giờ, và được làm mát dần dần đến 23°C trong 8 giờ. Chất lỏng thu được chứa các kết tủa của polyme propylen được đưa đi lọc ở áp suất giảm qua bộ lọc thủy tinh chuẩn 25G-4 được sản xuất bởi Tokyo Garasu Kikai Co., Ltd. Sau đó, 100ml của phần lọc được thu hồi và được sấy dưới điều kiện áp suất giảm để tạo ra phần thành phần hòa tan decan, và trọng lượng của nó được cân tới đơn vị 10^{-4} g (trọng lượng này được biểu thị là a (g) trong phương trình dưới đây). Sau thao tác này, lượng của thành phần hòa tan decan được xác định bằng phương trình dưới đây.

$$\text{Hàm lượng thành phần hòa tan decan} = 100 \times (500 \times a) / (100 \times b)$$

Hàm lượng thành phần không hòa tan decan = $100 - 100 \times (500 \times a) / (100 \times b)$

[0215]

(4) Phân bố trọng lượng phân tử:

Sắc ký thẩm gel: Mẫu HLC-8321 GPC/HT được sản xuất bởi Tosoh Corporation

Bộ phát hiện: Khúc xạ kế vi sai

Cột: TSKgel GMH6-HT $\times 2$ và TSKgel GMH6-HTL $\times 2$ được sản xuất bởi Tosoh Corporation được nối nối tiếp.

Môi trường pha động: o-Diclobenzen

Tốc độ dòng: 1,0ml/phút

Nhiệt độ đo: 140°C

Phương pháp tạo đường cong hiệu chuẩn: Mẫu polystyren chuẩn được sử dụng.

Nồng độ mẫu: 0,1% (trọng lượng/trọng lượng)

Lượng dung dịch mẫu: 0,4ml

Phép đo được tiến hành ở các điều kiện ở trên, và phổ sắc ký thu được được phân tích bằng phương pháp đã biết để tính toán trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng (M_w), trọng lượng phân tử trung bình số (M_n), Trọng lượng phân tử trung bình Z (M_z), và giá trị M_w/M_n và giá trị M_z/M_w mà là các chỉ số của phân bố trọng lượng phân tử (MWD). Thời gian đo trên mỗi mẫu là 60 phút.

[0216]

(5) Điểm nóng chảy (T_m) của polyme:

Điểm nóng chảy (T_m), nhiệt độ kết tinh (T_c), và lượng nhiệt nóng chảy (ΔH) của các polyme trong sáng chế được đo bằng phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc. Trước tiên, 3 đến 10mg của mẫu được hàn kín bên trong cốc nhôm và được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 200°C ở 100°C/phút . Mẫu được giữ ở 200°C trong 5 phút, và sau đó được làm mát tới 30°C ở 10°C/phút . Nhiệt độ đỉnh được quan sát trong thử nghiệm làm mát này được xem như nhiệt độ kết tinh (T_c), và lượng nhiệt được sinh ra được cụ thể hóa bởi diện tích của đỉnh được xem như ΔH (làm mát thứ nhất). Tiếp sau, mẫu được để nguyên trong 5 phút ở 30°C , và sau đó được gia nhiệt trong lần thứ hai đến 200°C ở 10°C/phút . Nhiệt độ đỉnh được quan sát trong thử nghiệm gia nhiệt thứ hai này được xem như điểm nóng chảy (T_m) (khi nhiều đỉnh được quan sát, hai điểm ở phía nhiệt độ cao được liệt kê trong bảng).

[0217]

Đồng thời, lượng nhiệt được hấp thụ được cụ thể hóa bằng diện tích của đỉnh được quan sát trong bước gia nhiệt thứ hai được xem như ΔH (ΔH (gia nhiệt thứ hai)). Hơn nữa, kết quả của diện tích đỉnh của ΔH (gia nhiệt thứ hai) được tính toán theo cách phân chia theo ba khoảng nhiệt độ là “thấp hơn 160°C ”, “ 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn”, và “cao hơn 165°C ”, và các tỷ lệ của các diện tích tương ứng được xem như ΔH (thấp), ΔH (trung gian), và ΔH (cao) (tổng của ΔH (thấp), ΔH (trung gian), và ΔH (cao) là 100%).

Ở đây, để thuận lợi, tất cả các giá trị được đo liên quan đến ΔH là các giá trị tuyệt đối (các giá trị dương).

[0218]

Điểm nóng chảy cuối (T_{mf}) của các polyme trong sáng chế được đo bằng phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc. Trước tiên, 3 đến 10mg mẫu được hàn kín trong cốc nhôm, và được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 240°C ở 80°C/phút. Mẫu được giữ ở 240°C trong 1 phút và sau đó được làm mát tới 0°C ở 80°C/phút. Sau khi được giữ ở 0°C trong 1 phút, mẫu được gia nhiệt đến 150°C ở 80°C/phút và được giữ ở 150°C trong 5 phút. Cuối cùng, mẫu được gia nhiệt đến 180°C ở 1,35°C/phút, và giao điểm giữa đường gốc và tiếp tuyến của điểm uốn ở phía nhiệt độ cao của đỉnh thu được trong thử nghiệm gia nhiệt cuối này được xem như điểm nóng chảy cuối (T_{mf}).

[0219]

T_{mf} có thể được coi như một tham số để đánh giá cấu tạo tinh thể của thành phần thể hiện tính đều lập thể rất cao, và sự dễ dàng kết tinh và cấu tạo tinh thể, chẳng hạn, của polyme trong vùng trọng lượng phân tử siêu cao, mà được xem như có khuynh hướng không có khả năng kết tinh. Cụ thể hơn, có thể cho rằng, khi giá trị T_{mf} này là cao hơn, thành phần polyme trọng lượng phân tử siêu cao là có khả năng hơn để tạo ra các tinh thể mà có tính chịu nhiệt cao.

[0220]

Một số công thức cấu tạo của các hợp chất được sử dụng trong các Ví dụ và các Ví dụ so sánh dưới đây có các cấu tạo đồng phân lập thể. Các công thức cấu tạo thể hiện các đồng phân lập thể của các hợp chất được lấy làm ví dụ thể hiện các chất đồng phân chủ yếu của các hợp chất được sử dụng trong các Ví dụ và các Ví dụ so sánh. Trong sáng chế, thành phần chính đề cập đến thành phần tính cho lớn hơn 50%mol, và ưu tiên là 70%mol hoặc lớn hơn.

[0221]

[Ví dụ 1] (Ví dụ 1-1, Ví dụ 1-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1]>

Sau khi bình thủy tinh 1 lit được làm sạch thích hợp bằng nitơ, 85,8g magie clorua khan, 321g decan, và 352g rượu 2-ethylhexyl được đặt vào, và được đưa đi phản ứng gia nhiệt ở 130°C trong 3 giờ để tạo ra dung dịch đồng nhất. Sau đó, 241g dung dịch này và 6,43g etyl benzoat được bổ sung vào bình thủy tinh, và được trộn có khuấy ở 50°C trong 1 giờ.

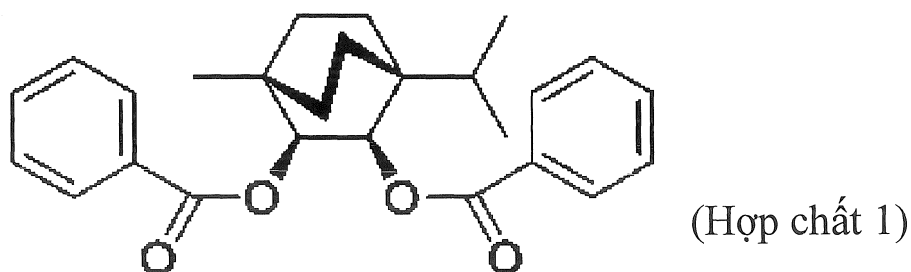
[0222]

Sau khi dung dịch đồng nhất thu được như vậy được làm mát tới nhiệt độ trong phòng, toàn bộ 38,3ml dung dịch đồng nhất được bổ sung từng giọt trong 45 phút vào 100ml titan tetraclorua được giữ ở -20°C trong khi được khuấy ở tốc độ quay là 350 rpm. Sau khi hoàn thành việc bổ sung, nhiệt độ của chất lỏng được trộn được nâng lên 80°C trong 3,8 giờ, và khi nhiệt độ đạt được 80°C, 1,26g hợp chất 1 dưới đây được bổ sung vào chất lỏng được trộn. Nhiệt độ được nâng lên lần nữa đến 120°C trong 40 phút, và hỗn hợp được giữ ở cùng nhiệt độ trong 35 phút trong khi được khuấy. Sau khi phản ứng được hoàn thành, phần chất rắn được thu hồi bằng lọc nóng, được tạo lại huyền phù trong 100ml titan tetraclorua, và được phản ứng nhiệt lần nữa ở 120°C trong 35 phút. Sau khi phản ứng được hoàn thành, phần chất rắn được thu hồi lần nữa bằng lọc nóng và được rửa kỹ bằng decan ở 100°C và decan ở nhiệt độ trong phòng đến khi không có hợp chất titan tự do được phát hiện trong chất lỏng rửa. Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] được điều chế bằng các thao tác ở trên được bảo quản là huyền phù đặc decan, và một phần của huyền phù đặc được sấy để kiểm tra hợp phần chất xúc tác. Hợp

phần của thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] thu được như vậy có 0,28% khối lượng titan, 1,5% khối lượng magie, và 0,13% khối lượng các gốc rượu 2-ethylhexyl.

[0223]

[Công thức 15]



[0224]

<Polyme hóa>

Sau khi 500g propylen và 1 NL hydro ở nhiệt độ trong phòng được bổ sung vào thiết bị polyme hóa có thể tích bên trong là 2 lit, chất lỏng hỗn hợp được tạo ra bằng cách trộn 7ml heptan, 0,35mmol trietyl nhôm, 0,07mmol xyclohexylmetyldimetoxysilan, và 0,0028mmol (xét theo nguyên tử titan) của thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] ở 25°C trong 10 phút được bổ sung, và nhiệt độ bên trong thiết bị polyme hóa được nâng lên nhanh chóng tới 70°C. Sau khi polyme hóa ở 70°C trong 1,5 giờ, phản ứng được kết thúc bằng lượng nhỏ metanol, và propylen được làm sạch. Hơn nữa, các hạt polyme thu được được sấy ở áp suất giảm ở 80°C qua đêm. Bảng 1 thể hiện, chẳng hạn, hoạt tính, tỷ trọng khối, MFR, lượng thành phần không hòa tan decan, Tm, Tmf, và MWD (Ví dụ 1-1).

Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng hydro 5 NL được sử dụng (Ví dụ 1-2). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0225]

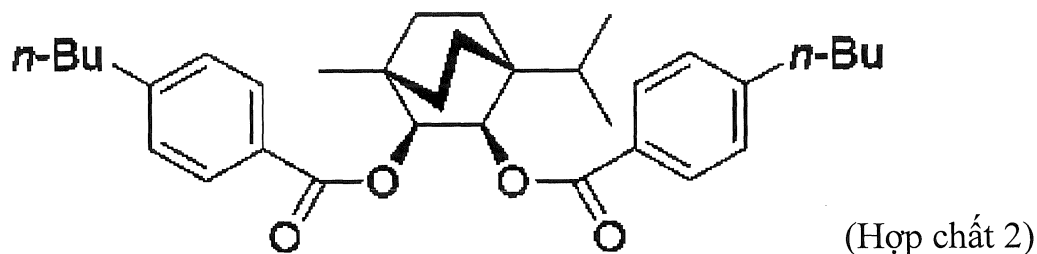
[Ví dụ 2] (Ví dụ 2-1, Ví dụ 2-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 2]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 2] thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,50g hợp chất 2 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0226]

[Công thức 16]



[0227]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0024mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn [α 2] được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1], lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,3mmol, và lượng xyclohexylmetyldimetoxysilan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành

0,06mmol (Ví dụ 2-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 2-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0228]

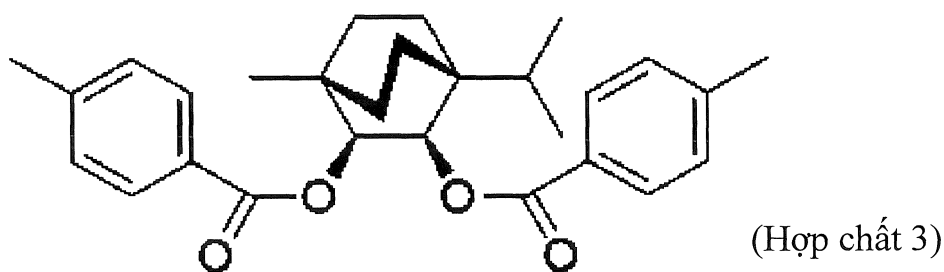
[Ví dụ 3] (Ví dụ 3-1, Ví dụ 3-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 3]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 3] thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,25g của hợp chất 3 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0229]

[Công thức 17]



[0230]

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn [α 3] được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] (Ví dụ 3-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 3-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0231]

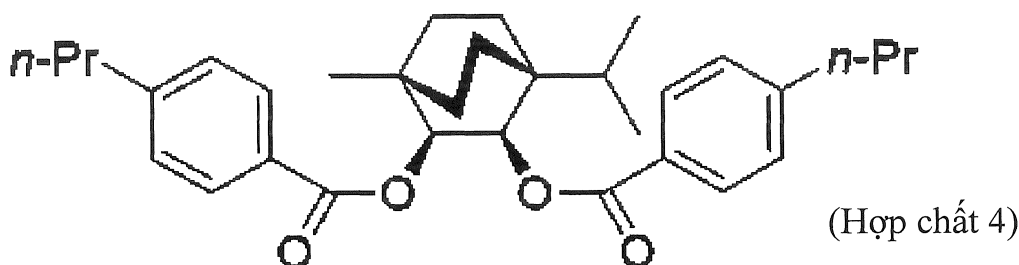
[Ví dụ 4] (Ví dụ 4-1, Ví dụ 4-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 4]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 4] thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,42g hợp chất 4 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0232]

[Công thức 18]



[0233]

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn [α 4] được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] (Ví dụ 4-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 4-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0234]

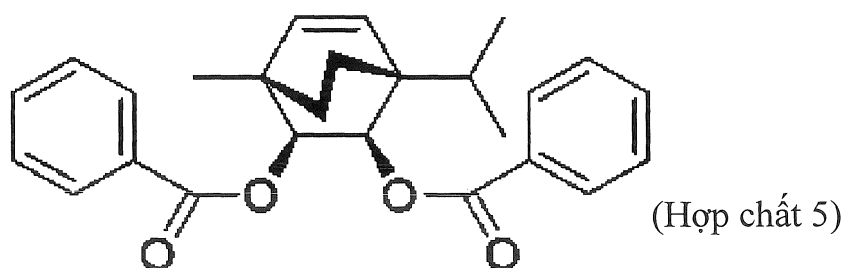
[Ví dụ 5] (Ví dụ 5-1, Ví dụ 5-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 5]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 5]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,17g hợp chất 5 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0235]

[Công thức 19]



[0236]

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 5]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$ (Ví dụ 5-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 5-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0237]

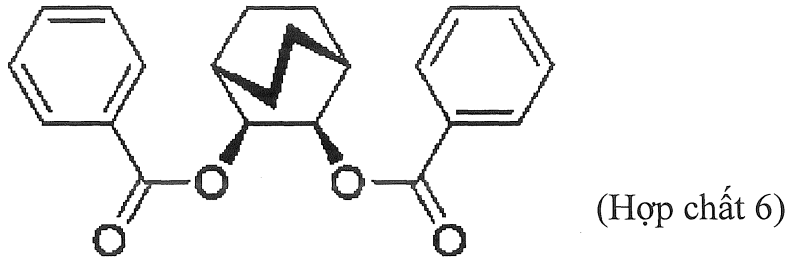
[Ví dụ 6] (Ví dụ 6-1, Ví dụ 6-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 6]$ >

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 6]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,01g hợp chất 6 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0238]

[Công thức 20]



[0239]

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn [α 6] được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn [α 1] (Ví dụ 6-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 6-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0240]

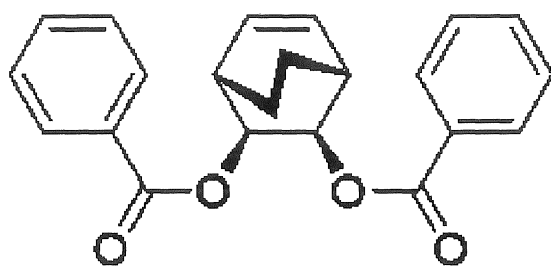
[Ví dụ 7] (Ví dụ 7-1, Ví dụ 7-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [α 7]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 7] thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,00g hợp chất 7 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0241]

[Công thức 21]



(Hợp chất 7)

[0242]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0032mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 7]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$, lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,4mmol, và lượng xyclohexylmetyldimetoxy silan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành 0,08mmol (Ví dụ 7-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 7-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0243]

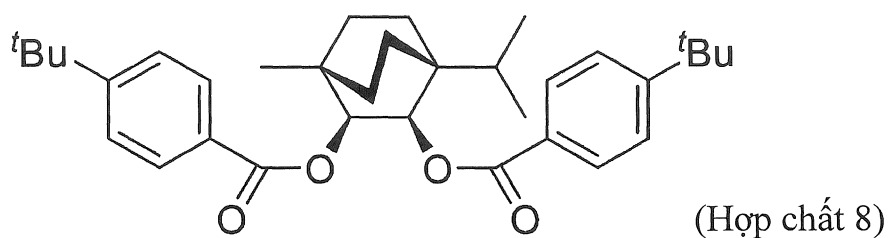
[Ví dụ 8] (Ví dụ 8-1, Ví dụ 8-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 8]$ >

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 8]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,5g hợp chất 8 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0244]

[Công thức 22]



[0245]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn [$\alpha 8$] được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn [$\alpha 1$] (Ví dụ 8-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 8-2). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0246]

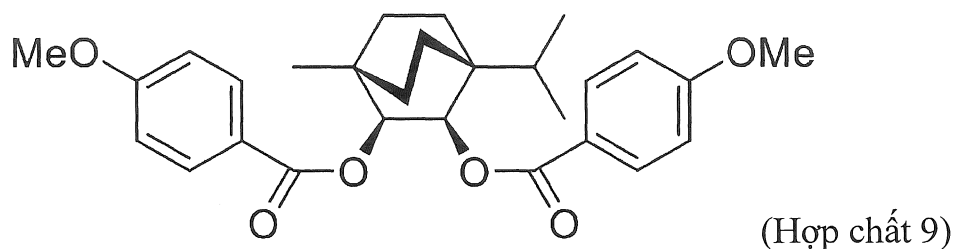
[Ví dụ 9] (Ví dụ 9-1, Ví dụ 9-2, Ví dụ 9-3)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn [$\alpha 9$]>

Thành phần chất xúc tác titan rắn [$\alpha 9$] thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,35g hợp chất 9 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0247]

[Công thức 23]



[0248]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 9]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$ (Ví dụ 9-1). Polyme hóa cũng được tiến hành theo cách tương tự như ở trên ngoại trừ rằng 5 NL hydro được sử dụng (Ví dụ 9-2). Hơn nữa, polyme hóa propylen cũng được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 9-1, ngoại trừ rằng lượng thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 9]$ được sử dụng được thay đổi từ 0,0028mmol (xét theo nguyên tử titan) thành 0,0020mmol (xét theo nguyên tử titan), lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,25mmol, và xyclohexylmetyldimetoxysilan không được sử dụng (Ví dụ 9-3). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0249]

[Ví dụ 10] (Ví dụ 10-1, Ví dụ 10-2)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 10]$ >

Sau khi bình thủy tinh 1 lit được làm sạch thích hợp bằng nitơ, 85,8g magie clorua khan, 321g decan, và 352g rượu 2-etylhexyl được cho vào trong, và được đưa đi phản ứng gia nhiệt ở 130°C trong 3 giờ để tạo ra dung dịch đồng nhất. Sau

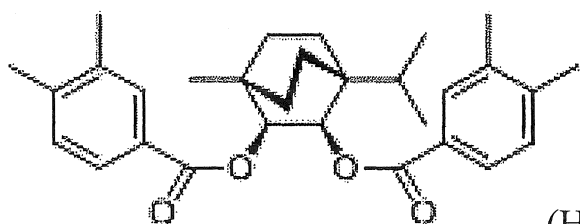
đó, 241g dung dịch này và 6,43g etyl benzoat được bổ sung vào bình thủy tinh, và được trộn có khuấy ở 50°C trong 1 giờ.

[0250]

Sau khi dung dịch đồng nhất thu được như vậy được làm mát tới nhiệt độ trong phòng, toàn bộ 30,7ml dung dịch đồng nhất được bổ sung từng giọt vào 80ml titan tetraclorua được giữ ở -20°C trong 45 phút trong khi được khuấy ở tốc độ quay 350 rpm. Sau khi hoàn thành bổ sung, nhiệt độ của chất lỏng được trộn được nâng lên 80°C trong 3,8 giờ, và khi nhiệt độ đạt được 80°C, 1,07g hợp chất 10 dưới đây được bổ sung vào chất lỏng được trộn. Nhiệt độ được nâng lên lần nữa đến 120°C trong 40 phút, và hỗn hợp được giữ ở cùng nhiệt độ trong 35 phút trong khi được khuấy. Sau khi phản ứng được hoàn thành, phần chất rắn được thu hồi bằng lọc nóng, được tạo lại huyền phù trong 80ml titan tetraclorua, và được phản ứng nhiệt lần nữa ở 120°C trong 35 phút. Sau khi phản ứng được hoàn thành, phần chất rắn được thu hồi lần nữa bằng lọc nóng và được rửa kỹ bằng decan ở 100°C và decan ở nhiệt độ trong phòng đến khi không có hợp chất titan tự do được phát hiện trong chất lỏng rửa. Thành phần chất xúc tác titan rắn [α 10] được điều chế bằng các thao tác ở trên được bảo quản là huyền phù đặc decan.

[0251]

[Công thức 24]



(Hợp chất 10)

[0252]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0020mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 10]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$, lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,25mmol, và lượng xyclohexylmetyldimetoxysilan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành 0,05mmol (Ví dụ 10-1). Polyme hóa propylen cũng được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 10-1, ngoại trừ rằng thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 10]$ được thay đổi từ 0,0020mmol (xét theo nguyên tử titan) thành 0,0028mmol (xét theo nguyên tử titan), lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,25mmol thành 0,35mmol, lượng xyclohexylmetyldimetoxysilan được sử dụng được thay đổi từ 0,05mmol thành 0,07mmol, và lượng hydro được sử dụng được thay đổi từ 1 NL đến 5 NL (Ví dụ 10-2). Các kết quả của chúng được thể hiện trong Bảng 1.

[0253]

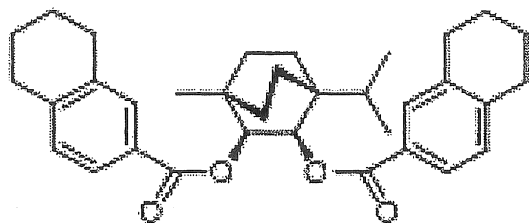
[Ví dụ 11] (Ví dụ 11-1)

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 11]$ >

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 11]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,48g hợp chất 11 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0254]

[Công thức 25]



(Hợp chất 11)

[0255]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0020mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 11]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$, lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,25mmol, và lượng xyclohexylmetyldimetoxysilan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành 0,05mmol (Ví dụ 11-1). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0256]

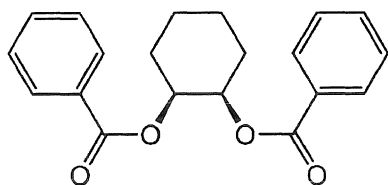
[Ví dụ so sánh 1]

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 1]$ >

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 1]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,64g hợp chất-c1 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0257]

[Công thức 26]



(Hợp chất -c1)

[0258]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0032mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 1]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$, lượng triethyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,4mmol, và lượng xyclohexylmetyldimetoxy silan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành 0,08 mmol. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0259]

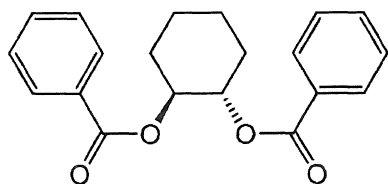
[Ví dụ so sánh 2]

<Điều chế thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 2]$ >

Thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 2]$ thu được theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,64g hợp chất-c2 dưới đây được sử dụng thay cho 1,26g hợp chất 1.

[0260]

[Công thức 27]



(Hợp chất-c2)

[0261]

<Polyme hóa>

Polyme hóa propylen được tiến hành theo cách tương tự như Ví dụ 1, ngoại trừ rằng 0,0032mmol (xét theo nguyên tử titan) thành phần chất xúc tác titan rắn $[\beta 2]$ được sử dụng thay cho thành phần chất xúc tác titan rắn $[\alpha 1]$, lượng trietyl nhôm được sử dụng được thay đổi từ 0,35mmol thành 0,4mmol, và lượng cyclohexylmetyldimetoxy silan được sử dụng được thay đổi từ 0,07mmol thành 0,08 mmol. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0262]

[Bảng 1]

Thử nghiệm số	Hoạt tính (Kg-PP/g-Cat)	Tỷ trọng khối (g/ml)	MFR (g/10 phút)	Lượng thành phần hòa tan decan (%)
Ví dụ 1-1	57,1	0,48	4,4	1,30
Ví dụ 1-2	66,7	0,48	102,0	1,68
Ví dụ 2-1	88,9	0,48	4,0	1,02
Ví dụ 2-2	88,9	0,47	118,7	1,33
Ví dụ 3-1	64,0	0,50	4,7	1,57
Ví dụ 3-2	69,6	0,49	104,2	1,98
Ví dụ 4-1	84,2	0,49	3,7	1,13
Ví dụ 4-2	88,9	0,48	107,9	1,48
Ví dụ 5-1	51,6	0,48	4,4	2,72
Ví dụ 5-2	61,5	0,48	71,2	2,48
Ví dụ 6-1	25,0	0,49	0,8	2,20
Ví dụ 6-2	28,8	0,49	19,6	2,58
Ví dụ 7-1	28,3	0,49	0,9	2,14
Ví dụ 7-2	29,3	0,49	26,3	2,30

Ví dụ 8-1	71,4	0,48	2,2	0,95
Ví dụ 8-2	71,4	0,47	82,0	1,32
Ví dụ 9-1	80,0	0,49	4,1	1,52
Ví dụ 9-2	72,7	0,49	107,7	1,93
Ví dụ 9-3	94,1	0,46	21,6	9,86
Ví dụ 10-1	61,5	0,49	3,8	1,15
Ví dụ 10-2	69,6	0,49	81,9	1,45
Ví dụ 11-1	71,4	0,49	6,3	1,16
Ví dụ so sánh 1	9,0	0,46	10,6	6,63
Ví dụ so sánh 2	6,8	Không đo được	6,9	5,97

Bảng 1 (tiếp theo)

Thử nghiệm số	Mw	Mw/Mn	Mz/Mw	T _{mf} (°C)	T _m (°C)	T _m * (°C)	T _c (°C)
Ví dụ 1-1	424,000	8,86	7,41	171,3	161,9	–	113,5
Ví dụ 1-2	145,000	6,63	5,03	170,0	159,6	146,3	113,1
Ví dụ 2-1	403,000	8,19	5,83	172,1	162,2	147,0	112,9
Ví dụ 2-2	140,000	6,12	5,31	169,6	160,3	154,1	113,2
Ví dụ 3-1	394,000	8,23	6,48	171,1	161,3	154,2	113,3
Ví dụ 3-2	160,000	7,10	7,44	169,6	160,0	153,3	113,5
Ví dụ 4-1	404,000	7,49	5,07	171,5	161,9	154,0	113,3
Ví dụ 4-2	148,000	5,98	6,28	169,8	160,4	153,5	113,5
Ví dụ 5-1	398,000	8,35	6,00	171,4	161,2	–	113,3
Ví dụ 5-2	158,000	6,84	4,38	170,0	159,5	–	112,7

Ví dụ 6-1	725,000	14,67	5,91	171,4	162,1	–	114,3
Ví dụ 6-2	284,000	9,73	8,09	170,9	160,4	146,1	113,8
Ví dụ 7-1	683,000	11,89	5,97	171,4	162,3	–	115,1
Ví dụ 7-2	284,000	9,69	12,79	170,5	160,4	146,0	113,5
Ví dụ 8-1	489,000	9,29	5,27	171,9	162,6	154,6	113,1
Ví dụ 8-2	165,000	6,60	5,25	170,2	160,4	153,6	113,7
Ví dụ 9-1	378,000	6,22	5,24	171,9	161,7	146,7	112,5
Ví dụ 9-2	144,000	5,92	6,17	170,0	164,0	159,4	113,1
Ví dụ 9-3	256,000	5,96	4,63	169,5	161,7	-	112,6
Ví dụ 10-1	408,000	7,80	5,03	171,3	161,6	153,4	113,2
Ví dụ 10-2	158,000	6,11	4,46	169,5	166,4	159,9	114,5
Ví dụ 11-1	353,000	7,97	5,32	170,7	161,2	153,2	112,1
Ví dụ so sánh 1	292,000	8,35	5,67	169,8	164,5	158,0	111,7
Ví dụ so sánh 2	339,000	9,17	6,24	169,8	164,9	159,0	113,3

*Dữ liệu thu được khi hai điểm nóng chảy được phát hiện trong đo DSC

Bảng 1 (tiếp theo)

Thử nghiệm số	ΔH (làm mát thứ nhất) (J/g)	ΔH (gia nhiệt thứ hai) (J/g)	ΔH_{cao}	$\Delta H_{\text{trung gian}}$	$\Delta H_{\text{thấp}}$
Ví dụ 1-1	91,4	85,8	14,36	37,26	48,38
Ví dụ 1-2	103,2	108,4	11,44	30,24	58,32
Ví dụ 2-1	97,5	83,4	22,96	43,74	33,30
Ví dụ 2-2	102,1	106,7	14,69	33,43	51,88

Ví dụ 3-1	96,3	86,2	17,03	41,29	41,68
Ví dụ 3-2	102,5	97,3	12,50	33,42	54,08
Ví dụ 4-1	99,3	92,3	20,09	37,33	42,58
Ví dụ 4-2	103,4	102,2	14,48	33,13	52,39
Ví dụ 5-1	83,0	79,2	13,31	39,35	47,34
Ví dụ 5-2	101,3	87,7	15,32	34,07	50,61
Ví dụ 6-1	97,7	84,5	12,58	45,00	42,42
Ví dụ 6-2	101,0	93,4	13,76	38,08	48,16
Ví dụ 7-1	97,2	83,7	14,65	46,12	39,23
Ví dụ 7-2	99,8	98,5	14,24	36,07	49,69
Ví dụ 8-1	98,2	91,9	22,36	39,09	38,55
Ví dụ 8-2	104,1	105,9	14,46	31,85	53,69
Ví dụ 9-1	97,3	88,6	20,03	40,79	39,18
Ví dụ 9-2	102,1	110,4	11,23	28,11	60,66
Ví dụ 9-3	97,3	88,6	7,04	27,48	65,48
Ví dụ 10-1	97,4	99,8	19,64	29,06	51,30
Ví dụ 10-2	99,4	104,6	13,55	19,67	66,78
Ví dụ 11-1	96,2	97,0	20,90	28,42	50,68
Ví dụ so sánh 1	76,3	66,9	8,37	31,61	60,02
Ví dụ so sánh 2	82,0	70,0	7,35	32,62	60,03

[0263]

Có thể được hiểu từ sự so sánh của các kết quả được thể hiện trong các Ví dụ và các Ví dụ so sánh rằng các polyme propylen có T_m và ΔH cao có thể thu được theo cách rất tích cực bằng cách polyme hóa propylen sử dụng thành phần chất xúc tác titan rắn của sáng chế.

[0264]

Các kết quả thử nghiệm quan trọng về các polyme có MFR là 10 hoặc cao hơn được tóm tắt trong Bảng 2, các kết quả thử nghiệm quan trọng về các polyme có MFR thấp hơn 10 được tóm tắt trong Bảng 3, và các kết quả thử nghiệm quan trọng về các polyme có hàm lượng thành phần hòa tan decan là 5% khối lượng hoặc cao hơn được tóm tắt trong Bảng 4. Có thể được hiểu từ các kết quả này rằng các polyme propylen của sáng chế là các polyme độc nhất được cụ thể hóa chủ yếu bởi các đặc trưng của chúng về nhiệt nóng chảy trong vùng 165°C hoặc cao hơn. Các polyme này có thể được sử dụng thích hợp trong các ứng dụng khác nhau bằng cách tận dụng các đặc tính của chúng.

[0265]

[Bảng 2]

	Hoạt tính (Kg-PP/g-Cat)	Tỷ trọng khối (g/ml)	MFR (g/10 phút)	Lượng thành phần hòa tan decan (%)
Ví dụ 1-2	66,7	0,48	102,0	1,68
Ví dụ 2-2	88,9	0,47	118,7	1,33
Ví dụ 3-2	69,6	0,49	104,2	1,98
Ví dụ 4-2	88,9	0,48	107,9	1,48

Ví dụ 5-2	61,5	0,48	71,2	2,48
Ví dụ 6-2	28,8	0,49	19,6	2,58
Ví dụ 7-2	29,3	0,49	26,3	2,30
Ví dụ 8-2	71,4	0,47	82,0	1,32
Ví dụ 9-2	72,7	0,49	107,7	1,93
Ví dụ so sánh 1	9,0	0,46	10,6	6,63

Bảng 2 (tiếp theo)

	Mw	Mw/Mn	Mz/Mw	T _{mf} (°C)	T _m (°C)	T _m * (°C)	T _c (°C)
Ví dụ 1-2	145,000	6,63	5,03	170,0	159,6	146,3	113,1
Ví dụ 2-2	140,000	6,12	5,31	169,6	160,3	154,1	113,2
Ví dụ 3-2	160,000	7,10	7,44	169,6	160,0	153,3	113,5
Ví dụ 4-2	148,000	5,98	6,28	169,8	160,4	153,5	113,5
Ví dụ 5-2	158,000	6,84	4,38	170,0	159,5	-	112,7
Ví dụ 6-2	284,000	9,73	8,09	170,9	160,4	146,1	113,8
Ví dụ 7-2	284,000	9,69	12,79	170,5	160,4	146,0	113,5
Ví dụ 8-2	165,000	6,60	5,25	170,2	160,4	153,6	113,7
Ví dụ 9-2	144,000	5,92	6,17	170,0	164,0	159,4	113,1
Ví dụ so sánh 1	292,000	8,35	5,67	169,8	164,5	158,0	111,7

Bảng 2 (tiếp theo)

	ΔH (làm mát thứ nhất) (J/g)	ΔH (gia nhiệt thứ hai) (J/g)	ΔH_{cao}	ΔH_{trung} gian	$\Delta H_{\text{thấp}}$	$\Delta H_{\text{trung gian}} /$ $\Delta H_{\text{thấp}}$	$\Delta H_{\text{cao}} /$ $\Delta H_{\text{trung gian}}$
Ví dụ 1-2	103,2	108,4	11,44	30,24	58,32	0,52	0,38

Ví dụ 2-2	102,1	106,7	14,69	33,43	51,88	0,64	0,44
Ví dụ 3-2	102,5	97,3	12,50	33,42	54,08	0,62	0,37
Ví dụ 4-2	103,4	102,2	14,48	33,13	52,39	0,63	0,44
Ví dụ 5-2	101,3	87,7	15,32	34,07	50,61	0,67	0,45
Ví dụ 6-2	101,0	93,4	13,76	38,08	48,16	0,79	0,36
Ví dụ 7-2	99,8	98,5	14,24	36,07	49,69	0,73	0,39
Ví dụ 8-2	104,1	105,9	14,46	31,85	53,69	0,59	0,45
Ví dụ 9-2	102,1	110,4	11,23	28,11	60,66	0,46	0,40
Ví dụ so sánh 1	76,3	66,9	8,37	31,61	60,02	0,53	0,26

[0266]

[Bảng 3]

	Hoạt tính (Kg-PP/g-Cat)	Tỷ trọng khối (g/ml)	MFR (g/10 phút)	Lượng thành phần hòa tan decan (%)
Ví dụ 2-1	88,9	0,48	4,0	1,02
Ví dụ 4-1	84,2	0,49	3,7	1,13
Ví dụ 8-1	71,4	0,48	2,2	0,95
Ví dụ 9-1	80,0	0,49	4,1	1,52
Ví dụ 10-1	61,5	0,49	3,8	1,15
Ví dụ 11-1	71,4	0,49	6,3	1,16
Ví dụ so sánh 2	6,8	Không đo được	6,9	5,97

Bảng 3 (tiếp theo)

	M _w	M _w /M _n	M _z /M _w	T _{mf} (°C)	T _m (°C)	T _m * (°C)	T _c (°C)
Ví dụ 2-1	403,000	8,19	5,83	172,1	162,2	147,0	112,9
Ví dụ 4-1	404,000	7,49	5,07	171,5	161,9	154,0	113,3
Ví dụ 8-1	489,000	9,29	5,27	171,9	162,6	154,6	113,1
Ví dụ 9-1	378,000	6,22	5,24	171,9	161,7	146,7	112,5
Ví dụ 10-1	408,000	7,80	5,03	171,3	161,6	153,4	113,2
Ví dụ 11-1	353,000	7,97	5,32	170,7	161,2	153,2	112,1
Ví dụ so sánh 2	339,000	9,17	6,24	169,8	164,9	159,0	113,3

Bảng 3 (tiếp theo)

	ΔH (làm mát thứ nhất) (J/g)	ΔH (gia nhiệt thứ hai) (J/g)	ΔH_{cao}	ΔH_{trung} gian	$\Delta H_{\text{thấp}}$	T _{mf} - ΔH_{cao}	ΔH_{cao} + ΔH_{trung} gian
Ví dụ 2-1	97,5	83,4	22,96	43,74	33,30	149,10	66,70
Ví dụ 4-1	99,3	92,3	20,09	37,33	42,58	151,42	57,42
Ví dụ 8-1	98,2	91,9	22,36	39,09	38,55	149,51	61,45
Ví dụ 9-1	97,3	88,6	20,03	40,79	39,18	151,84	60,82
Ví dụ 10-1	97,4	99,8	19,64	29,06	51,30	151,70	48,70
Ví dụ 11-1	96,2	97,0	20,90	28,42	50,68	149,83	49,32
Ví dụ so sánh 2	82,0	70,0	7,35	32,62	60,03	162,40	39,97

[0267]

[Bảng 4]

	Hoạt tính (Kg-PP/g- Cat)	Tỷ trọng khối (g/ml)	MFR (g/10 phút)	Lượng thành phần hòa tan decan (%)
Ví dụ 9-3	94,1	0,46	21,6	9,86
Ví dụ so sánh 1	9,0	0,46	10,6	6,63
Ví dụ so sánh 2	6,8	Không đo được	6,9	5,97

Bảng 4 (tiếp theo)

	Mw	Mw/Mn	Mz/Mw	T _{mf} (°C)	T _m (°C)	T _m * (°C)	T _c (°C)
Ví dụ 9-3	256,000	5,96	4,63	169,5	161,7	-	112,6
Ví dụ so sánh 1	292,000	8,35	5,67	169,8	164,5	158,0	111,7
Ví dụ so sánh 2	339,000	9,17	6,24	169,8	164,9	159,0	113,3

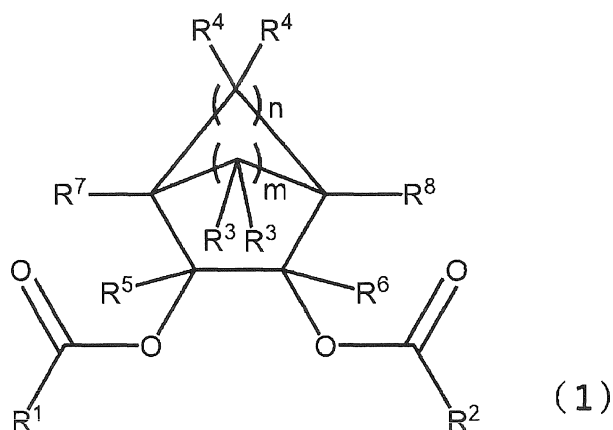
* Các polyme ở trên tất cả là các homopolyme propylen, và như vậy hiển nhiên là, trong thành phần không hòa tan decan của chúng, đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ propylen = 100% mol.

Bảng 4 (tiếp theo)

	ΔH (làm mát thứ nhất) (J/g)	ΔH (gia nhiệt thứ hai) (J/g)	ΔH_{cao}	$\Delta H_{\text{trung gian}}$	$\Delta H_{\text{thấp}}$
Ví dụ 9-3	97,3	88,6	7,04	27,48	65,48
Ví dụ so sánh 1	76,3	66,9	8,37	31,61	60,02
Ví dụ so sánh 2	82,0	70,0	7,35	32,62	60,03

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) gồm titan, magie, halogen, và hợp chất chứa nhóm đa este vòng (a) được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây:



trong đó mỗi m và n độc lập là số nguyên từ 1 đến 5, với mỗi quan hệ là $m+x \geq 4$ được đáp ứng;

R^1 và R^2 mỗi nhóm độc lập là nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon; nhiều R^3 , nhiều R^4 , và R^5 đến R^8 mỗi nhóm độc lập là nhóm được lựa chọn từ nguyên tử hydro, nhóm hydrocacbon được thế hoặc không được thế có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc nguyên tử halogen; nguyên tử hydro, nguyên tử cacbon, hoặc cả hai, của R^1 đến R^8 được thay thế tùy ý bởi ít nhất một nguyên tử được lựa chọn từ nhóm gồm có nguyên tử nitơ, nguyên tử oxy, nguyên tử phospho, nguyên tử halogen, và nguyên tử silic; hai hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^5 đến R^8 được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; R^3 được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^4 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liên kế được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; các nhóm R^3 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; trong khi các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mỗi quan hệ độc

lập với nhau, các nhóm R^3 được liên kết với các nguyên tử cacbon liền kề được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội; R^4 được liên kết tùy ý với một hoặc nhiều nhóm được lựa chọn từ R^3 và R^5 đến R^8 để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng, và các phần tử thế liền kề được liên kết trực tiếp tùy ý để tạo ra liên kết bội; các nhóm R^4 được liên kết với cùng cacbon được liên kết tùy ý với nhau để tạo ra vòng đơn vòng hoặc đa vòng; và trong khi các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon khác có mối quan hệ độc lập với nhau, các nhóm R^4 được liên kết với các nguyên tử cacbon liền kề được liên kết trực tiếp tùy ý với nhau để tạo ra liên kết bội.

2. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo điểm 1, trong đó m là 2 hoặc lớn hơn, và n là 2 hoặc lớn hơn.

3. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo điểm 1, trong đó R^3 đến R^8 là các phần tử thế độc lập.

4. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo điểm 1, trong đó R^1 và R^2 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyl được thế hoặc không được thế, nhóm aryl được thế hoặc không được thế, hoặc nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế.

5. Thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo điểm 1, trong đó R^3 đến R^8 mỗi nhóm độc lập là nhóm được lựa chọn từ nguyên tử hydro, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyl được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyl được thế hoặc không được thế, nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế, nhóm alkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm xycloalkenyloxy được thế hoặc không được thế, nhóm aryl được thế hoặc không

được thế, nhóm aryloxy được thế hoặc không được thế, nhóm heteroaryl được thế hoặc không được thế, hoặc nhóm heteroaryloxy được thế hoặc không được thế.

6. Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin, gồm: thành phần chất xúc tác titan rắn (I) theo điểm 1; và thành phần chất xúc tác hợp chất hữu cơ kim loại (II) gồm nguyên tố kim loại được lựa chọn từ Nhóm 1, Nhóm 2, và Nhóm 13 của bảng tuần hoàn.

7. Chất xúc tác dùng để polyme hóa olefin theo điểm 6, còn gồm chất cho điện tử (III).

8. Phương pháp polyme hóa olefin, phương pháp này bao gồm bước polyme hóa olefin với sự có mặt của chất xúc tác cho quá trình polyme hóa olefin theo điểm 6 hoặc 7.

9. Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αH) đến (δH) dưới đây:

(αH) MFR ≥ 10 g/10 phút

(βH) $\Delta H \geq 80$ J/g

(γH) ΔH (cao) $\geq 10\%$

(δH) [ΔH (trung gian) / ΔH (thấp)] $>$ [ΔH (cao) / ΔH (trung gian)]

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (αH) đến (δH) là như sau:

MFR: tốc độ dòng nóng chảy (g/10 phút) được xác định ở 230°C ở tải trọng là 2,16kg theo tiêu chuẩn ASTM 1238;

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bởi phương pháp DSC;

ΔH (cao): tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH ;

ΔH (trung gian): tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%.

10. Polyme propylen theo điểm 9, còn đáp ứng yêu cầu (ϵH) dưới đây:

(ϵH) ΔH (thấp) $< 61\%$

11. Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αL) đến (δL) dưới đây:

(αL) $\text{MFR} < 10\text{g}/10\text{ phút}$

(βL) $\Delta H \geq 80\text{ J/g}$

(γL) ΔH (cao) $\geq 18,5\%$, ΔH (trung gian) $\geq 28\%$, và $[\Delta H$ (cao) + ΔH (trung gian)] $\leq 80\%$

(δL) $T_{mf} \geq 170,0^{\circ}\text{C}$

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (αL) đến (δL) là như sau:

MFR : tốc độ dòng nóng chảy ($\text{g}/10\text{ phút}$) được xác định ở 230°C ở tải trọng là 2,16kg theo tiêu chuẩn ASTM 1238;

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bởi phương pháp DSC;

ΔH (cao): tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH ;

ΔH (trung gian): tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%;
và

T_{mf} : Điểm nóng chảy cuối °C được xác định bằng phương pháp dưới đây bởi phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc.;

3 đến 10mg mẫu được hàn kín trong cốc nhôm,

được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 240°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 240°C trong 1 phút,

được làm mát tới 0°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 0°C trong 1 phút,

được gia nhiệt đến 150°C ở tốc độ 80°C/phút,

được giữ ở 150°C trong 5 phút, và

được gia nhiệt đến 180°C ở tốc độ 1,35°C/phút để tạo ra đồ thị, và giá trị nhiệt độ của giao điểm giữa đường gốc và tiếp tuyến của điểm uốn ở phía nhiệt độ cao của đỉnh xuất hiện trên đồ thị được xem là điểm nóng chảy cuối.

12. Polyme propylen theo điểm 11, còn đáp ứng yêu cầu (ϵL) dưới đây:

$$(\epsilon L) T_{mf} - \Delta H (\text{cao}) \geq 149,0$$

13. Polyme propylen đáp ứng các yêu cầu (αS) đến (ϵS) dưới đây:

$$(\alpha S) \text{ Hàm lượng thành phần hòa tan trong decan } \geq 5\%$$

$$(\beta S) \Delta H \geq 80 \text{ J/g}$$

(γ S) $T_{mf} \geq 169^{\circ}\text{C}$

(δ S) ΔH (thấp) $\geq 61\%$, và $20\% \geq \Delta H$ (cao) $\geq 5\%$

(ϵ S) Hàm lượng của đơn vị cấu tạo được dẫn xuất từ olefin không phải là propylen trong phần không hòa tan trong decan $\leq 5\%$ mol

trong đó các định nghĩa về các ký hiệu trong các yêu cầu (α S) đến (ϵ S) là như sau:

ΔH : lượng nhiệt nóng chảy (J/g) được đo bởi phương pháp DSC;

ΔH (cao): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng cao hơn 165°C theo ΔH ;

ΔH (trung gian): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng 160°C hoặc cao hơn và 165°C hoặc thấp hơn theo ΔH ; và

ΔH (thấp): Tỷ lệ % của lượng nhiệt nóng chảy trong vùng thấp hơn 160°C theo ΔH ;

với điều kiện là tổng của ΔH (cao), ΔH (trung gian), và ΔH (thấp) là 100%; và

T_{mf} : Điểm nóng chảy cuối $^{\circ}\text{C}$ được xác định bằng phương pháp dưới đây bởi phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) trong thiết bị DSC220C được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc.;

3 đến 10mg mẫu được hàn kín trong cốc nhôm,

được gia nhiệt từ nhiệt độ trong phòng đến 240°C ở tốc độ $80^{\circ}\text{C}/\text{phút}$,

được giữ ở 240°C trong 1 phút,

được làm mát tới 0°C ở tốc độ $80^{\circ}\text{C}/\text{phút}$,

được giữ ở 0°C trong 1 phút,

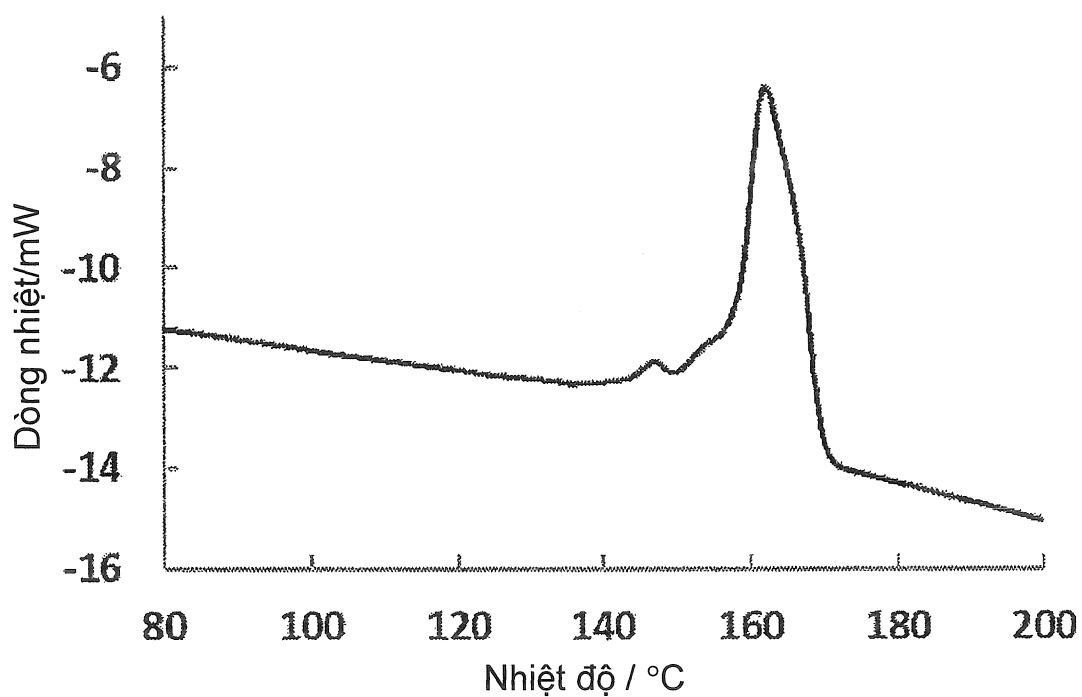
được gia nhiệt đến 150°C ở tốc độ 80°C/phút ,

được giữ ở 150°C trong 5 phút, và

được gia nhiệt đến 180°C ở tốc độ $1,35^{\circ}\text{C/phút}$ để tạo ra đồ thị, và giá trị nhiệt độ của giao điểm giữa đường gốc và tiếp tuyến của điểm uốn ở phía nhiệt độ cao của đỉnh xuất hiện trên đồ thị được xem là điểm nóng chảy cuối.

1/1

[Fig. 1]



Hình vẽ đường cong DSC (trong bước gia nhiệt thứ hai) của
Ví dụ 2-1