



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0052479

(51)<sup>2021.01</sup> C07D 251/34; C07D 251/28; D01F 6/04; (13) B  
C08K 5/3435; C08K 5/39; D01F 1/10;  
C07C 333/08; C07D 493/10

---

|                                                                       |                                |
|-----------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| (21) 1-2022-05426                                                     | (22) 24/02/2021                |
| (86) PCT/EP2021/054503 24/02/2021                                     | (87) WO 2021/170615 02/09/2021 |
| (30) 20159546.9 26/02/2020 EP                                         |                                |
| (45) 27/10/2025 451                                                   | (43) 27/01/2023 418A           |
| (73) BASF SE (DE)                                                     |                                |
| Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein, Germany           |                                |
| (72) DABBOUS, Raphael (CH).                                           |                                |
| (74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.) |                                |

---

(54) HỖN HỢP PHỤ GIA ĐỂ THAY ĐỔI LƯU BIẾN CỦA POLYME

(21) 1-2022-05426

(57) Hỗn hợp chứa este hydroxylamin và isoxyanat được tạo chức với hợp chất thio để thay đổi lưu biến của chất nền polyme.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa chất nền polyme và hỗn hợp của este hydroxylamin với isoxyanat mà được tạo chức với hợp chất thio, hỗn hợp tương ứng và sử dụng hỗn hợp này để thay đổi lưu biến của chất nền polyme. Mục đích khác của sáng chế là isoxyanat mới được tạo chức với hợp chất thio.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Sự điều chế có kiểm soát các loại polyme (các loại polyme có khác nhau khối lượng mol, độ nhớt nóng chảy, tỷ trọng, phân bố khối lượng mol, v.v) bằng các phương pháp kết hợp thông thường, ví dụ bằng cách ép đùn hoặc ép phun, là quy trình thường xuyên được các nhà sản xuất polyme và các nhà xử lý/kết hợp polyme sử dụng.

Thiết lập thông số mong muốn, ví dụ độ nhớt nóng chảy, bằng bước xử lý polyme này phụ thuộc rất nhiều vào khả năng phản ứng có kiểm soát và phương thức hoạt động của các chất phụ gia được sử dụng.

Sử dụng chất tạo gốc tự do để thay đổi độ nhớt nóng chảy (lưu biến) của polyolefin là phương pháp thường được biết. Nó có dẫn đến việc hạ khối lượng phân tử (thoái biến) hoặc tăng khối lượng phân tử (liên kết ngang, phân nhánh) hay không phụ thuộc chủ yếu vào cấu trúc hóa học của polyolefin.

Phản ứng của polyme của loại polypropylen với chất tạo gốc tự do trong quá trình xử lý polyme thường dẫn đến thoái biến polyme, trong khi polyme của loại polyetylen type có xu hướng liên kết ngang. Ví dụ mà có thể được nêu trong bản mô tả này là các loại polyetylen, có thể thu được bằng chất xúc tác Phillips (HDPE) hoặc chất xúc tác metaloxen (LLDPE). Các trường hợp ngoại lệ là các loại polyetylen được điều chế bằng quy trình Ziegler, tương tự như vậy có xu hướng trải qua thoái biến mạch khi được xử lý với sự hiện diện của các chất tạo gốc tự do.

Đối với copolyme và terpolyme hoặc hỗn hợp copolyme, tỉ lệ propylen cao tạo ra hành vi giống polypropylen, trong khi tỉ lệ etylen cao dẫn đến hành vi giống polyetylen. Nếu copolyme và terpolyme hoặc hỗn hợp copolyme nêu trên chứa tỉ lệ olefin chưa no tăng lên, khả năng liên kết ngang giảm với sự giảm nồng độ của các liên kết đôi tự do.

Thoái biến có kiểm soát của polypropylen (PP) để tạo ra sản phẩm có khối lượng phân tử thấp và phân bố khối lượng phân tử hẹp là quy trình quan trọng về mặt thương mại để sản xuất polypropylen ‘lưu biến có kiểm soát’ (CR-PP). Trong khi các loại PP đặc hiệu (“các loại chất phản ứng”) có thể thu được bằng cách tối ưu hóa quá trình tổng hợp hoặc hệ thống chất xúc tác (xúc tác metaloxen), các loại PP tiêu chuẩn thường được biến đổi trong công nghệ xử lý bằng bước xử lý sau quá trình tổng hợp.

Quy trình thoái biến đã biết tiến hành nhiệt, cụ thể là ở nhiệt độ trên 280°C, hoặc khi có mặt chất tạo gốc tự do. Trong công nghệ xử lý, quy trình gây cảm ứng gốc tự do được thực hiện ở máy ép đùn hoặc máy đúc phun ở nhiệt độ trên 180°C. Chất tạo gốc tự do thích hợp là peroxit hữu cơ mà được bổ sung trong bước xử lý ở dạng pha loãng (nước cái PP, hoặc được pha loãng trong dầu, hoặc được làm ổn định trên các chất hỗ trợ hữu cơ hoặc vô cơ, hoặc kết hợp với các chất mang hữu cơ xốp) hoặc trực tiếp dưới dạng chất lỏng. Trong các điều kiện xử lý nhất định, peroxit phân ly sẽ phân hủy thành các gốc tự do, bắt đầu các phản ứng phân cắt chuỗi và tạo thành các polyme có các đặc tính lưu biến mong muốn (độ nhớt nóng chảy). Sự phân hủy có kiểm soát của PP để tạo thành sản phẩm có trọng lượng phân tử thấp hơn (tốc độ dòng chảy cao hơn (MFR)) thường được gọi là quá trình phá vỡ độ nhớt hoặc phá vỡ nhớt.

Các loại CR-PP chủ yếu được sử dụng cho các ứng dụng sợi và các ứng dụng đúc phun trong đó độ nhớt nóng chảy thấp là điều kiện tiên quyết. Ngày nay yêu cầu khoảng độ nhớt nóng chảy hoặc khối lượng phân tử rộng để có các loại PP có thể được xử lý trong nhiều công nghệ hiện có.

Thông số khác ảnh hưởng đến hoạt động xử lý của polyme, ngoài khối lượng phân tử, là phân bố khối lượng phân tử (MWD). Trong khi các loại polyme có MWD rộng hiển thị hành vi định hướng được cải thiện của chuỗi polyme ở tốc độ kéo sợi thấp trong quy trình kéo sợi, thì ngược lại là trường hợp tốc độ kéo ra cao và MWD rộng. Vì lý do này, MWD hẹp rất cần thiết ở tốc độ kéo sợi cao để đạt được sự liên tục được cải thiện trong quá trình kéo sợi. Ngoài ra, các loại polyme có MWD quá rộng có xu hướng khó xử lý hơn như sản phẩm không dệt (ví dụ quá trình nung chảy, kéo thành sợi) hoặc chất lượng của các đặc tính thu được của sản phẩm không dệt có thể bị giảm.

Việc sử dụng peroxit là hạn chế, vì chỉ có khả năng là "cửa sổ nhiệt độ xử lý" bị hạn chế vì nhiệt độ phân hủy của chúng, thường thấp hơn nhiệt độ thông thường của quá trình xử lý polyme.

WO 01/90113 bộc lộ quy trình giảm khối lượng phân tử của polypropylen, propylen copolyme hoặc hỗn hợp polypropylen, trong đó este hydroxylamin được thêm vào polyme để bị phân hủy.

### Bản chất kỹ thuật của sáng chế

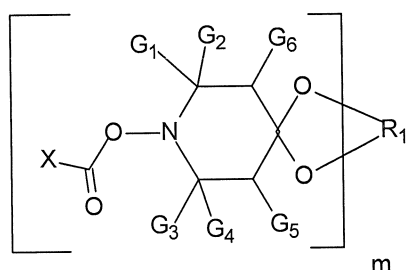
Sáng chế đề cập đến vấn đề cải thiện quy trình tình trạng kỹ thuật thêm bằng cách giảm nhiệt độ xử lý và thu được các polyme có phân bố khối lượng phân tử đồng nhất (hẹp) hơn và mức độ giảm của các sản phẩm phân hủy oligome và dễ bay hơi.

Điều đáng ngạc nhiên là sự kết hợp của các este hydroxylamin được chọn và các isoxyanat được chọn được tạo chức với các hợp chất thio thể hiện tác dụng hiệp đồng đáng kể, dẫn đến hiệu suất phân hủy tuyệt vời ngay cả ở nhiệt độ thấp.

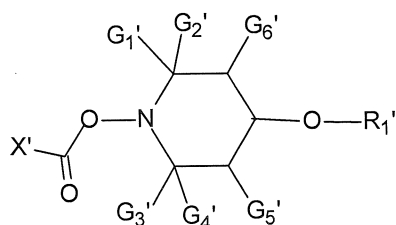
### Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa

(a) hợp chất có công thức (1) hoặc (2)



(1),



(2),

trong đó

mỗi  $G_1$ ,  $G_2$ ,  $G_3$  và  $G_4$  độc lập là  $C_1$ - $C_4$ alkyl khác, hoặc  $G_1$  và  $G_2$  cùng nhau hoặc  $G_3$  and  $G_4$  cùng nhau là pentametylen;

mỗi  $G_1'$ ,  $G_2'$ ,  $G_3'$  và  $G_4'$  độc lập là  $C_1$ - $C_4$ alkyl khác, hoặc  $G_1'$  và  $G_2'$  cùng nhau hoặc  $G_3'$  và  $G_4'$  cùng nhau là pentametylen;

mỗi  $G_5$ ,  $G_6$ ,  $G_5'$  và  $G_6'$  độc lập là hydro khác hoặc  $C_1$ - $C_4$ alkyl; và

mỗi  $X$  và  $X'$  độc lập là hydro khác,  $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $C_2$ - $C_{18}$ alkenyl,  $-O$ - $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $-NH$ - $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $-N(C_1-C_6alkyl)_2$ , phenyl, phenoxy hoặc  $-NH$ -phenyl,

$m$  là 1 hoặc 2, và

khi  $m$  là 1,  $R_1$  là  $C_2$ - $C_8$ alkylen hoặc  $C_2$ - $C_8$ hydroxyalkylen hoặc  $C_4$ - $C_{36}$ acyloxyalkylen, hoặc,

khi  $m$  là 2,  $R_1$  là  $(-CH_2)_2C(CH_2-)_2$ , và

$R_1'$  là hydro,  $C_1$ - $C_8$ alkyl,  $C_1$ - $C_8$ hydroxyalkyl hoặc nhóm có công thức  $-(C=O)-C_1$ - $C_{40}$ alkyl, hoặc

$-O-R_1'$  cùng với nhóm  $-CH-$  liên kết chúng là nhóm  $-(C=O)-$ ,

(b) hợp chất có công thức (3)



trong đó

$A$  được dựa trên isoxyanat hữu cơ, trong đó (các) gốc  $-S-R$  được đưa vào bằng phản ứng với nhóm isoxyanat,

$R$  là  $C_2$ - $C_{40}$ alkyl mà tùy ý được thế và/hoặc được ngắt quãng, và

$n$  bằng hoặc lớn hơn 1, và

(c) chất nền polyme.

Ví dụ của phần tử thế bất kỳ mà là  $C_1$ - $C_4$ alkyl hoặc  $C_1$ - $C_8$ alkyl là metyl, etyl,  $n$ -propyl,  $n$ -butyl,  $sec$ -butyl hoặc  $tert$ -butyl.

Ví dụ của phần tử thế bất kỳ mà là  $C_1$ - $C_{18}$ alkyl là metyl, etyl,  $n$ -propyl,  $n$ -butyl,  $sec$ -butyl,  $tert$ -butyl,  $n$ -hexyl,  $n$ -octyl, 2-etyl-hexyl,  $n$ -nonyl,  $n$ -dexyl,  $n$ -undexyl,  $n$ -dodexyl,  $n$ -tridexyl,  $n$ -tetradexyl,  $n$ -hexadexyl,  $n$ -heptadexyl hoặc  $n$ -octadexyl.

Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $C_2-C_{18}$ alkenyl là 1-propenyl, allyl, methallyl, 2-butenyl, 2-pentenyl, 2-hexenyl, 2-octenyl hoặc 4-tert-butyl-2-butenyl.

Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $-O-C_1-C_{18}$ alkyl là phần tử thể tương ứng trong đó  $C_1-C_{18}$ alkyl như được nêu trên.

Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $-NH-C_1-C_{18}$ alkyl là phần tử thể tương ứng trong đó  $C_1-C_{18}$ alkyl như được nêu trên.

Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $-N(C_1-C_6alkyl)_2$  là phần tử thể tương ứng trong đó gốc  $C_1-C_6alkyl$  độc lập với nhau là metyl, etyl, n-propyl, n-butyl, sec-butyl hoặc tert-butyl, như  $-N(CH_3)_2$  hoặc  $-N(C_2H_5)_2$ .

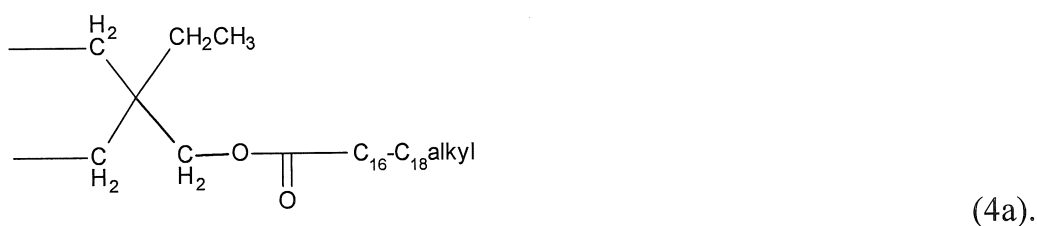
Phenyl, phenoxy và  $-NH$ -phenyl có thể không được thể hoặc được thể bằng  $C_1-C_4alkyl$ , tốt hơn là bằng metyl.

Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $C_2-C_8$ alkylen là etylen, propylen, 2,2-dimethylpropylen, tetrametylen, hexametylen hoặc octametylen. Ví dụ của  $C_2-C_8$ hydroxyalkylen là gốc tương ứng được nêu trên cho  $C_2-C_8$ alkylen, được thể bằng một hoặc hai, đặc biệt là bằng một, gốc hydroxyl.

$C_4-C_{36}$ acyloxyalkylen tốt hơn là  $C_1-C_{20}$ acyloxy- $C_3-C_{10}$ alkylen. Ví dụ của phần tử thể bất kỳ mà là  $C_4-C_{36}$ acyloxyalkylen là nhóm có công thức

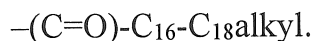


trong đó Y là  $C_1-C_{20}$ alkyl, như nhóm có công thức



Ví dụ của  $C_1-C_8$ hydroxyalkyl là metyl, etyl, n-propyl, n-butyl, sec-butyl, tert-butyl, n-hexyl, n-octyl và 2-etyl-hexyl mà được thể bằng một hoặc hai, đặc biệt là bằng một, gốc hydroxyl.

Nhóm có công thức  $-(C=O)-C_1-C_{40}alkyl$  tốt hơn là  $-(C=O)-C_1-C_{20}alkyl$ , đặc biệt là



$G_1$ ,  $G_2$ ,  $G_3$  và  $G_4$ , cũng như  $G_1'$ ,  $G_2'$ ,  $G_3'$  và  $G_4'$ , tốt hơn là  $C_1-C_4alkyl$ , đặc biệt là methyl hoặc ethyl. Tốt hơn nữa là,  $G_1$ ,  $G_3$ ,  $G_1'$  và  $G_3'$  là methyl và  $G_2$ ,  $G_4$ ,  $G_2'$  và  $G_4'$  là ethyl.

$G_5$ ,  $G_6$ ,  $G_5'$  và  $G_6'$  tốt hơn là hydro hoặc methyl. Tốt hơn nữa là,  $G_5$  và  $G_5'$  là hydro và  $G_6$  và  $G_6'$  là methyl.

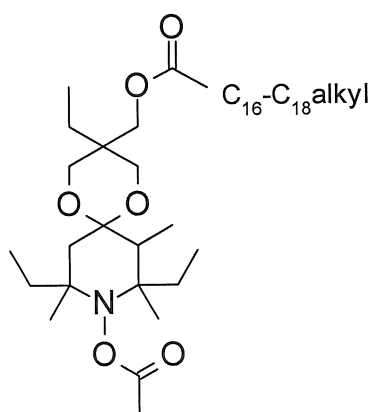
$X$  và  $X'$  tốt hơn là hydro,  $C_1-C_{18}alkyl$ ,  $-O-C_1-C_{18}alkyl$ ,  $-NH-C_1-C_{18}alkyl$  hoặc  $-N(C_1-C_6alkyl)_2$ , đặc biệt là hydro hoặc  $C_1-C_{18}alkyl$ . Tốt hơn nữa là,  $X$  và  $X'$  là  $C_1-C_4alkyl$ , đặc biệt là methyl.

Trong hợp chất có công thức (1) được ưu tiên là  $n$  là 1.

Ngoài ra, trong hợp chất có công thức (1) được ưu tiên là  $n$  là 1 và  $R_1$  là  $C_2-C_8alkylen$  hoặc  $C_4-C_{36}acyloxyalkylen$ , đặc biệt là  $C_4-C_{36}acyloxyalkylen$ . Tốt hơn nữa là  $n$  là 1 và  $R_1$  là hợp chất có công thức (4), đặc biệt là hợp chất có công thức (4a).

$R_1'$  tốt hơn là nhóm có công thức  $-(C=O)-C_1-C_{40}alkyl$ , tốt hơn nữa là  $-(C=O)-C_1-C_{20}alkyl$ , đặc biệt là  $-(C=O)-C_{16}-C_{18}alkyl$ .

Được ưu tiên cao làm hợp chất có công thức (1) là hợp chất có công thức



(5).

Hợp chất có công thức (5) thường chứa hỗn hợp của các gốc  $C_{16}-C_{18} alkyl$ , nhưng cũng có thể chứa chỉ một trong các gốc alkyl.

Được ưu tiên là thành phần (a) là hợp chất có công thức (1), mà các tùy chọn trên được áp dụng.

Tốt hơn nữa là, thành phần (a) là hợp chất có công thức (1), trong đó  $n$  là 1 và  $R_1$  là  $C_4$ - $C_{36}$ acyloxyalkylen.

Được ưu tiên cao là thành phần (a) là hợp chất có công thức (5).

Hợp chất có công thức (1) và (2) đã được biết hoặc có thể được điều chế theo phương pháp đã biết, ví dụ như được nêu ở WO 01/90113.

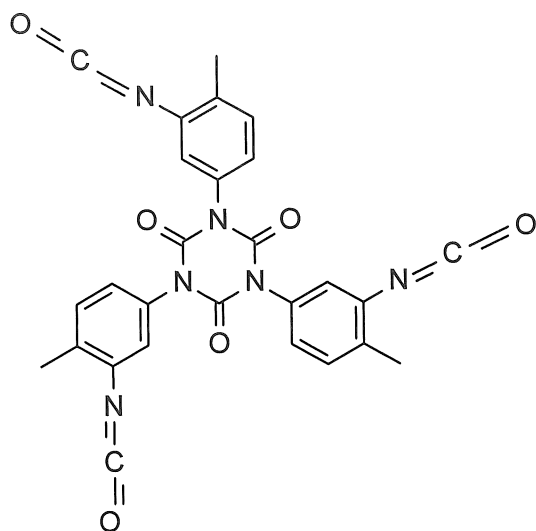
A tốt hơn là được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là xyclohexyl diisoxyanat, metylen-bis(xyclohexyl) diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, phenyl diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat hoặc naphtyl diisoxyanat mỗi hợp chất không được thế hoặc được thế bằng  $C_1$ - $C_4$ alkyl hoặc di( $C_1$ - $C_4$ alkyl)amino, hoặc  $C_4$ - $C_{20}$ alkyl diisoxyanat, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.

Tốt hơn nữa là, A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là phenyl diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat hoặc naphtyl diisoxyanat mỗi hợp chất không được thế hoặc được thế bằng  $C_1$ - $C_4$ alkyl hoặc di( $C_1$ - $C_4$ alkyl)amino, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.

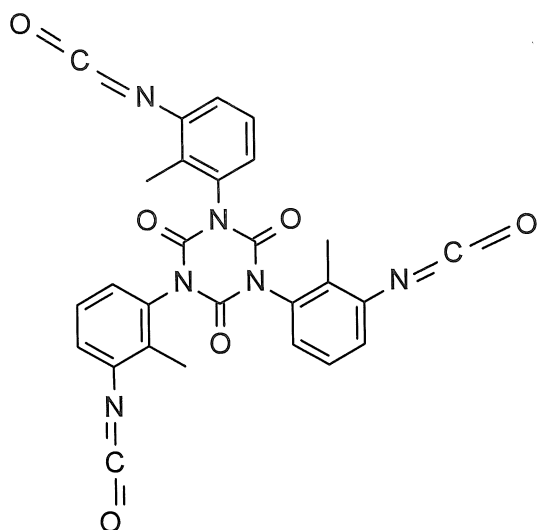
Được ưu tiên cao là A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là phenyl diisoxyanat mà không được thế hoặc được thế bằng  $C_1$ - $C_4$ alkyl, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.

Được ưu tiên nhất là A được dựa trên toluen-2,4-diisoxyanat hoặc toluen-2,6-diisoxyanat, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.

Ví dụ của sản phẩm thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng là sản phẩm phản ứng sau đây của ba đương lượng lần lượt của toluen-2,4-diisoxyanat hoặc toluen-2,6-diisoxyanat:

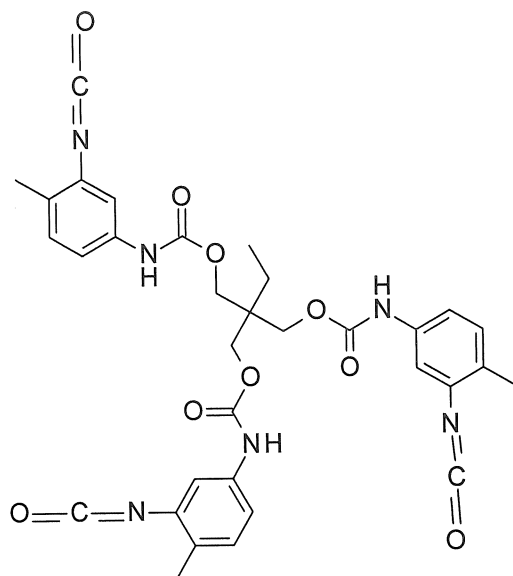


(6),

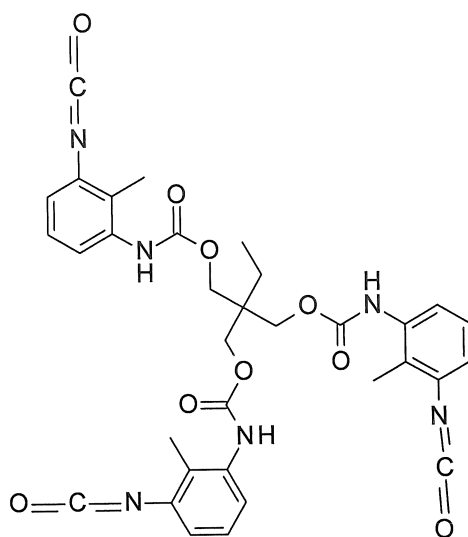


(7).

Ví dụ của sản phẩm thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với polyol là sản phẩm phản ứng sau đây lần lượt của toluen-2,4-diisoxyanat hoặc toluen-2,6-diisoxyanat với polyol có công thức  $\text{HO-CH}_2\text{-C(CH}_2\text{-OH)}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$ :



(8).

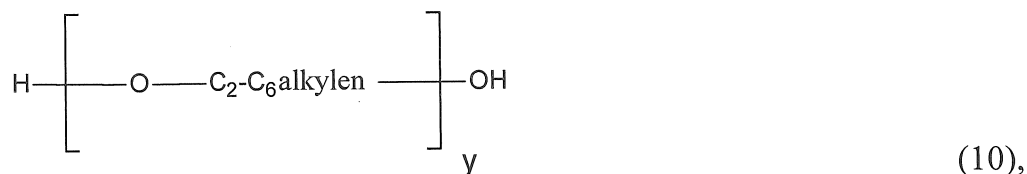


(9).

Polyol tốt hơn là  $C_1$ - $C_{10}$ alkanol chứa hai hoặc nhiều nhóm hydroxy, hoặc poly- $C_2$ - $C_{10}$ alkylen glycol.

Được ưu tiên làm  $C_1$ - $C_{10}$ alkanol cho polyol là hợp chất mà được thế bằng hai đến bốn, đặc biệt là hai hoặc ba, nhóm hydroxy. Cụ thể được ưu tiên là  $C_2$ - $C_{10}$ alkanol, đặc biệt là  $C_2$ - $C_6$ alkanol, tương ứng được thế bằng nhóm hydroxy. Được ưu tiên cao là polyol có công thức  $HO-CH_2-C(CH_2-OH)_2-CH_2-CH_3$ .

Được ưu tiên làm poly- $C_2$ - $C_{10}$ alkylen glycol là poly- $C_2$ - $C_6$ alkylen glycol, đặc biệt là hợp chất có công thức



trong đó y là số từ 2 đến 600, đặc biệt là từ 2 đến 200 và tốt nhất là từ 2 đến 100. Được ưu tiên cao là số từ 2 đến 50, đặc biệt là 2 đến 20.

Như với công thức (10), ưu tiên cho polyetylen glycol hoặc polypropylen glycol tương ứng.

Tốt hơn là, polyol là C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>alkanol, được thế bằng hai đến bốn nhóm hydroxy, hoặc poly-C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>alkylen glycol, đặc biệt là hợp chất có công thức (10).

Đối với phản ứng của diisoxyanat với chính chúng, hoặc phản ứng của các loại diisoxyanat khác nhau với chính chúng, điều này có thể dẫn đến hỗn hợp của các oligome hoặc polyme khác nhau, và đối với phản ứng bổ sung với polyol, có thể thu được các hỗn hợp phức tạp hơn.

Isoxyanat hữu cơ tương ứng đã biết hoặc có thể thu được theo quy trình đã biết, ví dụ từ WO 05/070987.

R có thể, ví dụ, được ngắt quãng bằng -O-, -NH-, -S- và/hoặc nhóm cacbonyl. Phần tử thế có thể cho R là -SH. C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>alkyl tương ứng, đặc biệt là C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>alkyl, được ưu tiên.

R tốt hơn là C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>alkyl mà không được ngắt quãng hoặc được ngắt quãng bằng -O-, -NH-, -S- và/hoặc nhóm cacbonyl, đặc biệt là bằng -O- và/hoặc nhóm cacbonyl.

Cụ thể tốt hơn là R là C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>alkyl, đặc biệt là C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>alkyl, mà không được ngắt quãng hoặc được ngắt quãng bằng -O- và/hoặc nhóm cacbonyl.

Hợp chất có công thức (3) có thể thu được bằng phản ứng của isoxyanat hữu cơ với thiol có công thức



trong đó với R các định nghĩa và tùy chọn ở trên được áp dụng.

(Các) gốc -S-R được đưa vào bằng phản ứng với nhóm isoxyanat của isoxyanat hữu cơ, và trong sản phẩm phản ứng được liên kết là nhóm có công thức



trong đó R như được định nghĩa ở trên.

Theo quan điểm ở trên, thuật ngữ “isoxyanat được tạo chức với hợp chất thio” đề cập đến thiouretan tương ứng.

Quy trình để điều chế hợp chất có công thức (3) ở trên, theo quy luật, được thực hiện khi có mặt chất xúc tác, như amin bậc ba, ví dụ trietylen diamin, dimethylpiperazin, dimetyletanolamin, 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octan hoặc 1,8-diazabicyclo[5,4,0]undec-7-en, hoặc với các hợp chất thiếc làm chất xúc tác, ví dụ dung dịch pha loãng thiếc dibutyl. Trietylamin được ưu tiên. Ví dụ, chất xúc tác được sử dụng với lượng từ 0,1 đến 10% khối lượng, dựa trên khối lượng của isoxyanat hữu cơ.

Phản ứng thường được thực hiện khi có mặt dung môi hữu cơ, như tetrahydrofuran hoặc etyl axetat, và ở nhiệt độ, ví dụ từ 30 đến 80°C.

Tốt hơn là thành phần (c), chất nền polyme, là polyme nhiệt dẻo. Tốt hơn nữa là, chất nền polyme là polyolefin, polyeste, polyamit, polyvinyl clorua, polyimit, polyacrylonitril, polycacbonat hoặc polystyren polyme, đặc biệt là polyolefin.

Ví dụ của polyme của olefin là monoolefin và diolefin, ví dụ polypropylen, polyisobutylen, polybut-1-en, poly-4-methylpent-1-en, polyvinylxyclohexan, polyisopren hoặc polybutadien, cũng như polyme của xycloolefin, ví dụ xyclopenten hoặc norbornen, polyetylen (tùy ý có thể được liên kết ngang), ví dụ polyetylen mật độ cao (HDPE), polyetylen mật độ cao và khối lượng phân tử cao (HDPE-HMW), polyetylen mật độ cao và khối lượng phân tử siêu cao (HDPE-UHMW), polyetylen mật độ trung bình (MDPE), polyetylen mật độ thấp (LDPE), polyetylen mật độ thấp mạch thẳng (LLDPE), (VLDPE) và (ULDPE).

Polyolefin, tức là polyme của monoolefin được ví dụ trong đoạn trên, tốt hơn là polyetylen và polypropylen, có thể được điều chế bằng các phương pháp khác nhau, và đặc biệt là bằng các phương pháp sau:

a) polyme hóa gốc (thường dưới áp suất cao và ở nhiệt độ cao).

b) polyme hóa có xúc tác sử dụng chất xúc tác thường chứa một hoặc nhiều kim loại thuộc các nhóm IVb, Vb, VIb hoặc VIII của Bảng tuần hoàn. Các kim loại này thường có một hoặc nhiều phối tử, thường là oxit, halogenua, ancolat, este, ete, amin, alkyl, alkenyl và/hoặc aryl có thể là phối trí  $\pi$  hoặc  $\sigma$ . Các phức kim loại này có thể ở dạng tự do hoặc cố định trên chất nền, điển hình là trên magie clorua, titan(III) clorua, alumin hoặc oxit silic hoạt hóa. Các chất xúc tác này có thể hòa tan hoặc không hòa tan trong môi trường polyme hóa. Các chất xúc tác có thể được sử dụng bởi chính chúng trong quá trình polyme hóa hoặc các chất hoạt hóa khác có thể được sử dụng, điển hình là các alkyl kim loại, các hydrua kim loại, các alkyl halogenua kim loại, các oxit alkyl kim loại hoặc các alkyloxan kim loại, các kim loại này là nguyên tố của các nhóm Ia, IIa và/hoặc IIIa của Bảng tuần hoàn. Các chất hoạt hóa có thể được sửa đổi một cách thuận tiện với các nhóm este, ete, amin hoặc silyl ete khác. Các hệ xúc tác này thường được gọi là Phillips, Standard Oil Indiana, Ziegler (-Natta), TNZ (DuPont), metaloxen hoặc các chất xúc tác một vị trí (SSC).

Ví dụ của hỗn hợp của polyolefin là hỗn hợp của polypropylen với polyisobutylen, polypropylen với polyetylen (ví dụ PP/HDPE, PP/LDPE) và hỗn hợp của các loại polyetylen khác nhau (ví dụ LDPE/HDPE).

Ví dụ của copolyme của monoolefin và diolefin với nhau hoặc với các vinyl monome khác, là etylen/propylen copolyme, polyetylen mật độ thấp mạch thẳng (LLDPE) và hỗn hợp của chúng với polyetylen tỷ trọng thấp (LDPE), copolyme propylen/but-1-en, copolyme propylen/isobutylen, copolyme etylen/but-1-en, copolyme etylen/hexen, copolyme etylen/metylpenten, copolyme etylen/hepten, copolyme etylen/octen, copolyme etylen/vinylxyclohexan, copolyme etylen/xycloolefin (ví dụ etylen/norbornen như COC), copolyme etylen/1-olefin, trong đó 1-olefin được tạo ra tại chỗ; copolyme propylen/butadien, copolyme isobutylen/isopren, copolyme etylen/vinylxyclohexen, copolyme etylen/alkyl acrylat, copolyme etylen/alkyl metacrylat, copolyme etylen/vinyl axetat hoặc copolyme etylen/axit acrylic và muối của chúng cũng như các terpolyme của etylen với propylen và dien như hexadien, dixyclopentadien hoặc etyлідen-norbornen; và hỗn hợp của các copolyme này với nhau và với các polyme được đề cập ở phần 1) ở trên, ví dụ copolyme polypropylen/etylen-propylen, copolyme LDPE/etylen-vinyl axetat (EVA), LDPE/etylen-axit acrylic copolyme (EAA), LLDPE/EVA, LLDPE/EAA

và các copolyme polyalkylen/cacbon monoxit thay thế hoặc ngẫu nhiên và hỗn hợp của chúng với các polyme khác, ví dụ polyamit.

Được ưu tiên là chất nền polyme là polyme nhiệt dẻo, tốt hơn là polyolefin.

Tốt hơn nữa là, chất nền polyme là polyolefin được chọn từ nhóm bao gồm polyetylen, như polyetylen mật độ thấp mạch thẳng, polyetylen mật độ thấp, polyetylen mật độ trung bình và polyetylen mật độ cao, và copolyme polyetylen và homopolyme polypropylen và copolyme polypropylen.

Được ưu tiên cao là polyetylen hoặc polypropylen.

Được ưu tiên là mỗi hợp chất của chế phẩm theo sáng chế có mặt trong chất nền polyme (c) với lượng từ 0,0001 đến 5% khối lượng, đặc biệt là từ 0,001 đến 5% khối lượng và tốt hơn nữa là từ 0,01 đến 5% khối lượng, được dựa trên khối lượng của chất nền polyme Được ưu tiên cao là lượng từ 0,01 đến 2% khối lượng, đặc biệt là từ 0,01 đến 1% khối lượng.

Chế phẩm theo sáng chế ngoài ra cũng có thể chứa các phụ gia thông thường khác nhau, ví dụ:

### 1. Chất chống oxy hóa

1.1. Các monophenol được alkyl hóa, ví dụ 2,6-di-tert-butyl-4-metylphenol, 2-tert-butyl-4,6-di-metylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-etylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-n-butylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-isobutylphenol, 2,6-dixyclopentyl-4-metylphenol, 2-( $\alpha$ -metylxcyclohexyl)-4,6-dimetylphenol, 2,6-dioctadexyl-4-metylphenol, 2,4,6-trixyclohexylphenol, 2,6-di-tert-butyl-4-metoxymetylphenol, nonylphenol mạch thẳng hoặc phân nhánh trong chuỗi bên, ví dụ, 2,6-di-nonyl-4-metylphenol, 2,4-dimetyl-6-(1'-metylundec-1'-yl)phenol, 2,4-dimetyl-6-(1'-metylheptadec-1'-yl)phenol, 2,4-dimetyl-6-(1'-metyltridec-1'-yl)phenol và hỗn hợp của chúng.

1.2. Alkylthiometylphenol, ví dụ 2,4-dioctylthiometyl-6-tert-butylphenol, 2,4-dioctylthiometyl-6-metylphenol, 2,4-dioctylthiometyl-6-etylphenol, 2,6-di-dodexylthiometyl-4-nonylphenol.

1.3. Hydroquinon và hydroquinon được alkyl hóa, ví dụ 2,6-di-tert-butyl-4-metoxi-phenol, 2,5-di-tert-butylhydroquinon, 2,5-di-tert-amylhydroquinon, 2,6-diphenyl-

4-octade-xyloxyphenol, 2,6-di-tert-butylhydroquinon, 2,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanisol, 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanisol, 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl stearat, bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl) adipat.

1.4. Tocopherol, ví dụ  $\alpha$ -tocopherol,  $\beta$ -tocopherol,  $\gamma$ -tocopherol,  $\delta$ -tocopherol và hỗn hợp của chúng (vitamin E).

1.5. Ete thiodiphenyl được hydroxyl hóa, ví dụ 2,2'-thiobis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 2,2'-thiobis(4-octylphenol), 4,4'-thiobis(6-tert-butyl-3-methylphenol), 4,4'-thiobis(6-tert-butyl-2-methylphenol), 4,4'-thiobis(3,6-di-sec-amylphenol), 4,4'-bis(2,6-dimethyl-4-hydroxyphenyl)-disulfua.

1.6. Alkylidenbisphenol, ví dụ 2,2'-metylenbis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 2,2'-metylenbis(6-tert-butyl-4-ethylphenol), 2,2'-metylenbis[4-metyl-6-( $\alpha$ -metylcyclohexyl)-phenol], 2,2'-metylenbis(4-metyl-6-cyclohexylphenol), 2,2'-metylenbis(6-nonyl-4-methylphenol), 2,2'-metylenbis(4,6-di-tert-butylphenol), 2,2'-etylidenbis(4,6-di-tert-butylphenol), 2,2'-etylidenbis(6-tert-butyl-4-isobutylphenol), 2,2'-metylenbis[6-( $\alpha$ -metylbenzyl)-4-nonylphenol], 2,2'-metylenbis[6-( $\alpha,\alpha$ -dimetylbenzyl)-4-nonylphenol], 4,4'-metylenbis(2,6-di-tert-butylphenol), 4,4'-metylenbis(6-tert-butyl-2-methylphenol), 1,1-bis(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)butan, 2,6-bis(3-tert-butyl-5-metyl-2-hydroxybenzyl)-4-methylphenol, 1,1,3-tris(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)butan, 1,1-bis(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-3-n-dodexylmercaptobutan, etylen glycol bis[3,3-bis(3'-tert-butyl-4'-hydroxyphenyl)butyrat], bis(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-methylphenyl) dicyclopentadien, bis[2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-metylbenzyl)-6-tert-butyl-4-methylphenyl]terephthalat, 1,1-bis-(3,5-dimetyl-2-hydroxyphenyl)butan, 2,2-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propan, 2,2-bis(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl)-4-n-dodexylmercaptobutan, 1,1,5,5-tetra-(5-tert-butyl-4-hydroxy-2-methylphenyl) pentan.

1.7. Hợp chất O-, N- và S-benzyl, ví dụ 3,5,3',5'-tetra-tert-butyl-4,4'-dihydroxydibenzyl ete, octadexyl-4-hydroxy-3,5-dimetylbenzylmercaptoaxetat, tridexyl-4-hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzylmercaptoaxetat, tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)amin, bis(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimetylbenzyl)dithioterephthalat, bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)sulfua, isooctyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylmercaptoaxetat.

1.8. Malonat hydroxybenzyl hóa, ví dụ dioctadexyl-2,2-bis (3,5-di-tert-butyl-2-hydroxybenzyl)malonat, di-octadexyl-2-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylbenzyl)malonat, di-dodexylmercaptoetyl-2,2-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)malonat, bis[4-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)phenyl]-2,2-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)malonat.

1.9. Các hợp chất hydroxybenzyl thơm, ví dụ 1,3,5-tris (3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl) -2,4,6-trimetylbenzen, 1,4-bis (3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl) -2,3,5,6-tetrametylbenzen, 2,4,6-tris (3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl) phenol.

1.10. Hợp chất triazin, ví dụ 2,4-bis(octylmercapto)-6-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanilino)-1,3,5-triazin, 2-octylmercapto-4,6-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanilino)-1,3,5-triazin, 2-octylmercapto-4,6-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenoxy)-1,3,5-triazin, 2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenoxy)-1,2,3-triazin, 1,3,5-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)isoxyanurat, 1,3,5-tris(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-dimetylbenzyl)isoxyanurat, 2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyletyl)-1,3,5-triazin, 1,3,5-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)-hexahydro-1,3,5-triazin, 1,3,5-tris(3,5-dicyclohexyl-4-hydroxybenzyl)isoxyanurat.

1.11. Benzylphosphonat, ví dụ dimetyl-2,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, dietyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, dioctadexyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, dioctadexyl-5-tert-butyl-4-hydroxy-3-metylbenzylphosphonat, muối canxi của monoetyl este của axit 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylphosphonic.

1.12. Axylaminophenol, ví dụ 4-hydroxylauranilit, 4-hydroxystearanilit, octyl N-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)carbamit.

1.13. Este của axit  $\beta$ -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionic với rượu mono- hoặc polyhydric, ví dụ với metanol, etanol, n-octanol, i-octanol, octadecanol, 1,6-hexandiol, 1,9-nonandiol, etylen glycol, 1,2-propandiol, neopentyl glycol, thiodietylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, pentaerythritol, tris(hydroxyetyl)isoxyanurat, N,N'-bis(hydroxyetyl)oxamit, 3-thiaundecanol, 3-thiapentadecanol, trimetylhexandiol, trimetylolpropan, 4-hydroxymetyl-1-phospha-2,6,7-trioxabicyclo[2,2,2]octan.

1.14. Este của axit  $\beta$ -(5-tert-butyl-4-hydroxy-3-metylphenyl)propionic với rượu mono- hoặc polyhydric, ví dụ với metanol, etanol, n-octanol, i-octanol, octadecanol, 1,6-hexandiol, 1,9-nonandiol, etylen glycol, 1,2-propanediol, neopentyl glycol, thiodietylen

glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, pentaerythritol, tris(hydroxyetyl)isoxyanurat, N,N'-bis(hydroxyetyl)oxamit, 3-thiaundecanol, 3-thiapentadecanol, trimetylhexandiol, trimetylolpropan, 4-hydroxymetyl-1-phospha-2,6,7-trioxabixyclo[2,2,2]octan; 3,9-bis[2-{3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propionyloxy}-1,1-dimetyetyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan.

1.15. Este của axit  $\beta$ -(3,5-dixyclohexyl-4-hydroxyphenyl) propionic với rượu mono- hoặc polyhydric, ví dụ với metanol, etanol, octanol, octadecanol, 1,6-hexandiol, 1,9-nonandiol, etylen glycol, 1,2-propandiol, neopentyl glycol, thiodietylen glycol, die-tylen glycol, trietylen glycol, pentaerythritol, tris(hydroxyetyl)isoxyanurat, N,N'-bis(hydroxyetyl)oxamit, 3-thiaundecanol, 3-thiapentadecanol, trimetylhexandiol, trimetylolpropan, 4-hydroxymetyl-1-phospha-2,6,7-trioxabixyclo[2,2,2]octan.

1.16. Este của axit 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl axetic với rượu mono- hoặc polyhydric, ví dụ với metanol, etanol, octanol, octadecanol, 1,6-hexandiol, 1,9-nonandiol, etylen glycol, 1,2-propandiol, neopentyl glycol, thiodietylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, pentaerythritol, tris(hydroxyetyl)isoxyanurat, N,N'-bis(hydroxyetyl)oxamit, 3-thiaundecanol, 3-thiapentadecanol, trimetylhexandiol, trimetylolpropane, 4-hydroxymetyl-1-phospha-2,6,7-trioxabixyclo[2,2,2]octan.

1.17. Amit của axit  $\beta$ -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionic ví dụ N,N'-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hexametylendiamit, N,N'-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)trimetylendiamit, N,N'-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hydrazit, N,N'-bis[2-(3-[3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl]propionyloxy)etyl]oxamit (Naugard®XL-1, do Addivant cung cấp).

1.18. Axit ascorbic (vitamin C)

1.19. Chất chống oxy hóa amin, ví dụ N,N'-di-isopropyl-p-phenylendiamin, N,N'-di-sec-butyl-p-phenylendiamin, N,N'-bis(1,4-dimetylpentyl)-p-phenylendiamin, N,N'-bis(1-etyl-3-metylpentyl)-p-phenylendiamin, N,N'-bis(1-metylheptyl)-p-phenylendiamin, N,N'-dixyclohexyl-p-phenylendiamin, N,N'-diphenyl-p-phenylendiamin, N,N'-bis(2-naphtyl)-p-phenylendiamin, N-isopropyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-(1,3-dimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-(1-metylheptyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-xyclohexyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin, 4-(p-toluenulfamoyl)diphe-

nylamin, N,N'-dimetyl-N,N'-di-sec-butyl-p-phenylendiamin, diphenylamin, N-allyldiphenylamin, 4-isopropoxydiphenylamin, N-phenyl-1-naphtylamin, N-(4-tert-octylphenyl)-1-naphtylamin, N-phenyl-2-naphtylamin, diphenylamin được octyl hóa, ví dụ p, p'-di-tert-octyldiphenylamin, 4-n-butylaminophenol, 4-butyrylaminophenol, 4-nonanoylaminophenol, 4-dodecanoylaminophenol, 4-octadecanoylaminophenol, bis(4-metoxypheyl)amin, 2,6-di-tert-butyl-4-dimetyl-amino-metylphenol, 2,4'-diaminodiphenylmetan, 4,4'-diaminodiphenylmetan, N,N,N',N'-tetra-metyl-4,4'-diaminodiphenylmetan, 1,2-bis[(2-metylphenyl)amino]etan, 1,2-bis(phenyl-amino)propan, (o-tolyl)biguanit, bis[4-(1',3'-dimetylbutyl)phenyl]amin, N-phenyl-1-naphtylamin tert-octyl hóa, hỗn hợp của tert-butyl/tert-octyldiphenylamin mono- và dialkyl hóa, hỗn hợp của nonyldiphenylamin mono- và dialkyl hóa, hỗn hợp của dodexyldiphenylamin mono- và dialkyl hóa, hỗn hợp của isopropyl/isohexyldiphenylamin mono- và dialkyl hóa, hỗn hợp của tert-butyldiphenylamin mono- và dialkyl hóa, 2,3-dihydro-3,3-dimetyl-4H-1,4-benzothiazin, phenothiazin, hỗn hợp tert-butyl/tert-octylphenothiazin mono- và dialkyl hóa, hỗn hợp của tert-octyl-phenothiazin mono- và dialkyl hóa, N-allylphenothiazin, N,N,N',N'-tetraphenyl-1,4-diaminobut-2-en.

## 2. Chất hấp thụ tia cực tím và chất ổn định ánh sáng

2.1. 2-(2'-Hydroxyphenyl)benzotriazol, ví dụ 2-(2'-hydroxy-5'-metylphenyl)-benzotriazol, 2-(3',5'-di-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(5'-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-5'-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)phenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-di-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)-5-clo-benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-metylphenyl)-5-clo-benzotriazol, 2-(3'-sec-butyl-5'-tert-butyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-4'-octyloxyphenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-di-tert-amyl-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3',5'-bis-( $\alpha,\alpha$ -dimetylbenzyl)-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-(2-octyloxyacbonyletyl)phenyl)-5-clo-benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-5'-[2-(2-etylhexyloxy)-cacbonyletyl]-2'-hydroxyphenyl)-5-clo-benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-(2-metoxycacbonyletyl)phenyl)-5-clo-benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-(2-metoxycacbonyletyl)phenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-(2-octyloxyacbonyletyl)phenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-5'-[2-(2-etylhexyloxy)cacbonyletyl]-2'-hydroxyphenyl)benzotriazol, 2-(3'-dodexyl-2'-hydroxy-5'-metylphenyl)benzotriazol, 2-(3'-tert-butyl-2'-hydroxy-5'-(2-isooctyloxyacbonyletyl)phenyl)benzotriazol, 2,2'-metylen-bis[4-(1,1,3,3-

tetrametylbutyl)-6-benzotriazol-2-ylphenol]; sản phẩm transeste hóa của 2-[3'-tert-butyl-5'-(2-metoxycacbonyletyl)-2'-hydroxyphenyl]-2H-benzotriazol với polyetylen glycol 300;  $\left[ R-CH_2CH_2-COO-CH_2CH_2 \right]_2$ , trong đó R = 3'-tert-butyl-4'-hydroxy-5'-2H-benzotriazol-2-ylphenyl, 2-[2'-hydroxy-3'-( $\alpha,\alpha$ -dimetylbenzyl)-5'-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-phenyl]benzotriazol; 2-[2'-hydroxy-3'-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-5'-( $\alpha,\alpha$ -dimetylbenzyl)-phenyl]benzotriazol.

2.2. 2-Hydroxybenzophenon, ví dụ dẫn xuất 4-hydroxy, 4-metoxy, 4-dexyloxy, 4-dodexyloxy, 4-benzyloxy, 4,2',4'-trihydroxy và 2'-hydroxy-4,4'-dimetoxi.

2.3. Este của axit benzoic được thế và không được thế, ví dụ 4-tert-butyl-phenyl salixylat, phenyl salixylat, octylphenyl salixylat, dibenzoyl resorcinol, bis(4-tert-butylbenzoyl)resorcinol, benzoyl resorcinol, 2,4-di-tert-butylphenyl 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, hexadexyl 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, octadexyl 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat, 2-metyl-4,6-di-tert-butylphenyl 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzoat.

2.4. Acrylat, ví dụ etyl  $\alpha$ -xyano- $\beta,\beta$ -diphenylacrylat, isooctyl  $\alpha$ -xyano- $\beta,\beta$ -diphenylacrylat, metyl  $\alpha$ -carbometoxycinnamat, metyl  $\alpha$ -xyano- $\beta$ -metyl-p-metoxycinnamat, butyl  $\alpha$ -xyano- $\beta$ -metyl-p-metoxycinnamat, metyl  $\alpha$ -carbometoxy-p-metoxycinnamat, N-( $\beta$ -carbometoxy- $\beta$ -xyanovinyl)-2-metylindolin, neopentyl tetra( $\alpha$ -xyano- $\beta,\beta$ -diphenylacrylat).

2.5. Hợp chất niken, ví dụ phức niken của 2,2'-thio-bis[4-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)phenol], như phức 1:1 hoặc 1:2, có hoặc không các phối tử bổ sung như n-butylamin, trietanolamin hoặc N-xyclohexyldietanolamin, niken dibutyldithiocacbammat, muối niken của este monoalkyl, ví dụ metyl hoặc etyl este, của axit 4-hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzylphosphonic, phức niken của xeton, ví dụ của 2-hydroxy-4-metylphenylundecylketoxim, phức niken của 1-phenyl-4-lauroyl-5-hydroxypyrazol, có hoặc không có phối tử bổ sung.

2.6. Amin bị cản trở về mặt không gian, ví dụ este axit cacbonic bis(1-undexyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl), bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)sebacat, bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)succinat, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)sebacat, bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)sebacat, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-

4-piperidyl)n-butyl-3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzylmalonat, chất ngưng tụ của 1-(2-hydroxyetyl)-2,2,6,6-tetrametyl-4-hydroxypiperidin và axit succinic, chất ngưng tụ mạch thẳng hoặc mạch vòng của N,N'-bis (2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)hexametylendiamin và 4-tert-octylamino-2,6-diclo-1,3,5-triazin, tris(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)nitrilotriaxetat, tetrakis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)-1,2,3,4-butanetetracaboxyat, 1,1'-(1,2-etandiyl)-bis(3,3,5,5-tetrametyl-piperazinon), 4-benzoyl-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin, 4-stearyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin, bis(1,2,2,6,6-pentametyl-piperidyl)-2-n-butyl-2- (2-hydroxy-3,5-di-tert-butylbenzyl)malonat, 3-n-octyl-7,7,9,9-tetrametyl-1,3,8-triazaspiro[4,5]decan-2,4-dion, bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidyl)sebacat, bis(1-octyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidyl)succinat, chất ngưng tụ mạch thẳng hoặc mạch vòng của N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)hexametylendiamin và 4-morpholino-2,6-diclo-1,3,5-triazin, chất ngưng tụ của 2-clo-4,6-bis(4-n-butylamino-2,2,6,6-tetrametyl-piperidyl)-1,3,5-triazin và 1,2-bis (3-aminopropylamino)etan, chất ngưng tụ của 2-clo-4,6-di-(4-n-butylamino-1,2,2,6,6-pentametyl-piperidyl)-1,3,5-triazin và 1,2-bis(3-aminopropylamino)etan, 8-axetyl-3-dodecyl-7,7,9,9-tetrametyl-1,3,8-triazaspiro [4,5]decan-2,4-dion, 3-dodecyl-1-(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)pyrolidin-2,5-dion, 3-dodecyl-1-(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)pyrolidin-2,5-dion, hỗn hợp của 4-hexadecyloxy- và 4-stearyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin, chất ngưng tụ của N,N'-bis (2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)hexametylendiamin và 4-xyclohexylamino-2,6-diclo-1,3,5-triazin, chất ngưng tụ của 1,2-bis(3-aminopropylamino)etan và 2,4,6-triclo-1,3,5-triazin cũng như 4-butylamino-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin (CAS Reg. Số [136504-96-6]); chất ngưng tụ của 1,6-hexandiamin và 2,4,6-triclo-1,3,5-triazin cũng như N,N-dibutylamin và 4-butylamino-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin (CAS Reg. Số [192268-64-7]); N- (2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)-n-dodecylsuccinimit, N-(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyl)-n-dodecylsuccinimit, 2-undecyl-7,7,9,9-tetrametyl-1-oxa-3,8-diaza-4-oxo-spiro[4,5] decan, sản phẩm phản ứng của 7,7,9,9-tetrametyl-2-xycloundexyl-1-oxa-3,8-diaza-4-oxospiro-[4,5]decan và epiclohydrin, 1,1-bis(1,2,2,6,6-pentametyl-4-piperidyloxycacbonyl)-2-(4-metoxypheyl)ethen, N,N'-bis-formyl-N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)hexametylendiamin, dieste của axit 4-metoxymetylenmalonic với 1,2,2,6,6-pentametyl-4-hydroxypiperidin, poly[metylpropyl-3-oxy-4-(2,2,6,6-tetrametyl-4-piperidyl)]siloxan, sản phẩm phản ứng của copolyme axit maleic anhydrit- $\alpha$ -olefin với 2,2,6,6-tetrametyl-4-aminopiperidin hoặc 1,2,2,6,6-

pentametyl-4-aminopiperidin, 2,4-bis[N-(1-xyclohexyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin-4-yl)-N-butylamino]-6-(2-hydroxyetyl)amino-1,3,5-triazin, 1-(2-hydroxy-2-metylpropoxy)-4-octadecanoyloxy-2,2,6,6-tetrametyl-piperidin, 5-(2-etylhexanoyl)oxymetyl-3,3,5-trimetyl-2-morpholinon, Hostavin® 3058 (Clariant; Số đăng ký CAS Số 106917-31-1], 5-(2-etylhexanoyl)oxymetyl-3,3,5-trimetyl-2-morpholinon, sản phẩm phản ứng của 2,4-bis[(1-xyclohexyloxy-2,2,6,6-piperidin-4-yl)butylamino]-6-clo-s-triazin với N,N'-bis(3-ami-nopropyl)etylendiamin), 1,3,5-tris(N-xyclohexyl-N-(2,2,6,6-tetrametyl-piperazin-3-on-4-yl)amino)-s-triazin, 1,3,5-tris(N-xyclohexyl-N-(1,2,2,6,6-pentametyl-piperazin-3-on-4-yl)-amino)-s-triazin.

2.7. Oxamit, ví dụ 4,4'-dioctyloxyoxanilit, 2,2'-diethoxyoxanilit, 2,2'-dioctyloxy-5,5'-di-tert-butoxanilit, 2,2'-didodexyloxy-5,5'-di-tert-butoxanilit, 2-etoxy-2'-etyloxanilit, N,N'-bis(3-dimetylaminopropyl)oxamit, 2-etoxy-5-tert-butyl-2'-ethoxanilit và hỗn hợp của nó với 2-etoxy-2'-etyl-5,4'-di-tert-butoxanilit, hỗn hợp của oxanilit được thế o- và p-metoxy và hỗn hợp của oxanilit được thế o- và p-etoxy.

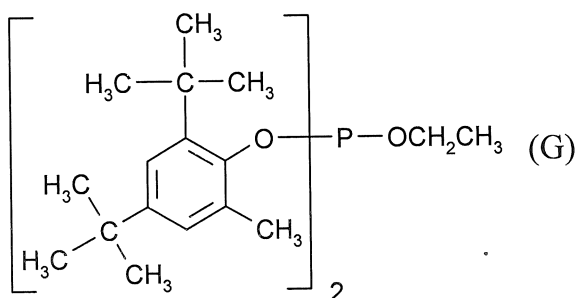
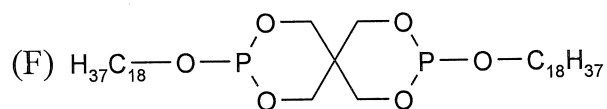
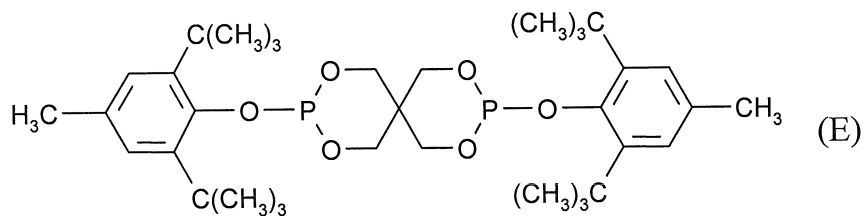
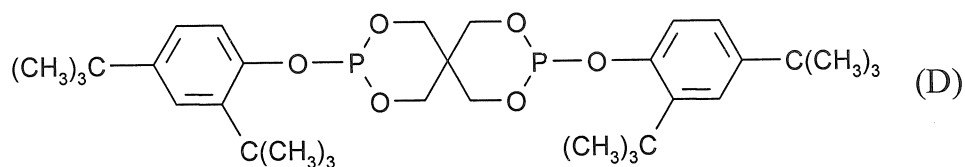
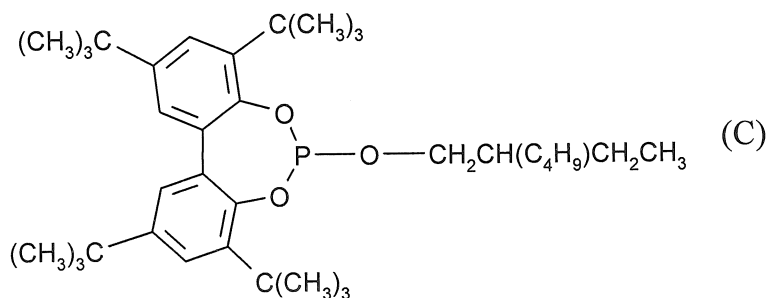
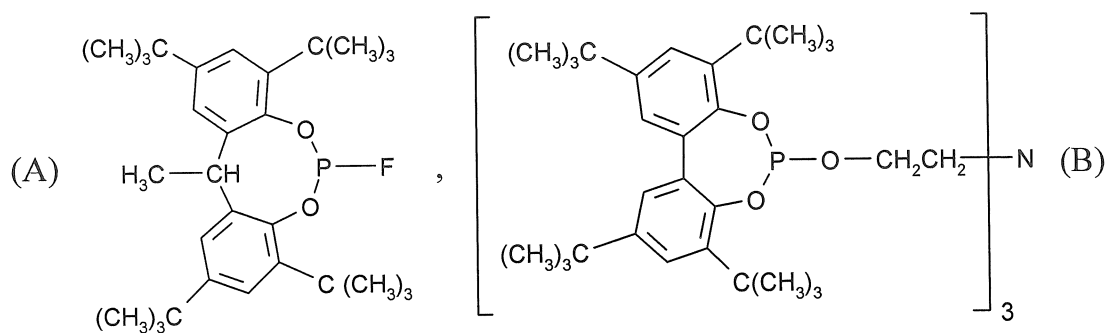
2.8. 2-(2-Hydroxyphenyl)-1,3,5-triazin, ví dụ 2,4,6-tris(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2,4-dihydroxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2,4-bis(2-hydroxy-4-propyloxyphenyl)-6-(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-octyloxyphenyl)-4,6-bis(4-metylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-dodexyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-tridexyloxyphenyl)-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-hydroxy-4-(2-hydroxy-3-butyloxypropoxy)phenyl]-4,6-bis(2,4-dimetyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-hydroxy-4-(2-hydroxy-3-octyloxypropyloxy)phenyl]-4,6-bis(2,4-dimetyl)-1,3,5-triazin, 2-[4-(dodexyloxy/tridexyloxy-2-hydroxypropoxy)-2-hydroxyphenyl]-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-[2-hydroxy-4-(2-hydroxy-3-dodexyloxypropoxy)phenyl]-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-hexyloxy)phenyl-4,6-diphenyl-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxy-4-metoxyphenyl)-4,6-diphenyl-1,3,5-triazin, 2,4,6-tris[2-hydroxy-4-(3-butoxy-2-hydroxypropoxy)phenyl]-1,3,5-triazin, 2-(2-hydroxyphenyl)-4-(4-metoxyphenyl)-6-phenyl-1,3,5-triazin, 2-{2-hydroxy-4-[3-(2-etylhexyl-1-oxy)-2-hydroxypropyloxy]phenyl}-4,6-bis(2,4-dimetylphenyl)-1,3,5-triazin, 2,4-bis(4-[2-etylhexyloxy]-2-hydroxyphenyl)-6-(4-metoxyphenyl)-1,3,5-triazin, 2,4-bis(4-biphenyl)-6-[2-hydroxy-4-(2-etylhexyloxy)phenyl]-1,3,5-triazin.

3. Chất khử hoạt tính kim loại, ví dụ N,N'-diphenyloxamit, N-salicylal-N'-salicyloyl hydrazin, N,N'-bis(salicyloyl)hydrazin, N,N'-bis(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenylpropionyl)hydrazin, 3-salicyloylamino-1,2,4-triazol, bis(benzyliden)oxalyl dihydrazit, oxanilit, isophthaloyl dihydrazit, sebacyl bisphenylhydrazit, N,N'-diacetyl adipoyl dihydrazit, N,N'-bis(salicyloyl)oxalyl dihydrazit, N,N'-bis(salicyloyl)thiopropionyl dihydrazit.

4. Phosphit và phosphonit, ví dụ triphenyl phosphit, diphenylalkyl phosphit, phenyldialkyl phosphit, tris(nonylphenyl) phosphit, trilauryl phosphit, trioctadexyl phosphit, distearyl pentaerythritol diphosphit, tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphit, diisodexyl pentaerythritol diphosphit, bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritol diphosphit, bis(2,4-di-cumylphenyl)pentaerythritol diphosphit, bis(2,6-di-tert-butyl-4-methylphenyl)pentaerythritol diphosphit, diisodexyloxypentaerythritol diphosphit, bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)pentaerythritol diphosphit, bis(2,4,6-tris(tert-butylphenyl)pentaerythritol diphosphit, tristearyl sorbitol triphosphit, tetrakis(2,4-di-tert-butylphenyl) 4,4'-biphenylen diphosphonit, 6-isooctyloxy-2,4,8,10-tetra-tert-butyl-12H-dibenz[d,g]-1,3,2-dioxaphosphocin, bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)methyl phosphit, bis(2,4-di-tert-butyl-6-methylphenyl)ethyl phosphit, 6-flo-2,4,8,10-tetra-tert-butyl-12-methyl-dibenz[d,g]-1,3,2-dioxaphosphocin, 2,2',2''-nitrido[triethyltris(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit], 2-ethylhexyl(3,3',5,5'-tetra-tert-butyl-1,1'-biphenyl-2,2'-diyl)phosphit, 5-butyl-5-ethyl-2-(2,4,6-tri-tert-butylphenoxy)-1,3,2-dioxaphosphiran, axit phosphorous, 2,4-bis(1,1-dimethylpropyl)phenyl và 4-(1,1-dimethylpropyl)phenyl trieste (CAS: 939402-02-5) được trộn, este axit phosphorous, triphenyl, polyme với  $\alpha$ -hydro- $\omega$ -hydroxypoly[oxy(metyl-1,2-etandiyl)], este C10-16-alkyl (CAS: 1227937-46-3).

Phosphit sau đây đặc biệt được ưu tiên:

Tris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphit (Irgafos®168, BASF SE), tris(nonylphenyl) phosphit, bis(2,4-di-cumylphenyl)pentaerythritol diphosphit,



5. Hydroxylamin, ví dụ N,N-dibenzylhydroxylamin, N,N-diethylhydroxylamin, N,N-dioctylhydroxylamin, N,N-dilaurylhydroxylamin, N,N-ditetradexylhydroxylamin,

N,N-dihexadexylhydroxylamin, N,N-dioctadexylhydroxylamin, N-hexadexyl-N-octadexylhydroxylamin, N-heptadexyl-N-octadexylhydroxylamin, N,N-dialkylhydroxylamin có nguồn gốc từ amin mỡ động vật hydro hóa.

6. Nitron, ví dụ, N-benzyl-alpha-phenylnitron, N-etyl-alpha-metylnitron, N-octyl-alpha-heptylnitron, N-lauryl-alpha-undexylnitron, N-tetradexyl-alpha-tridexylnitron, N-hexadexyl-alpha-pentadexylnitron, N-octadexyl-alpha-heptadexylnitron, N-hexadexyl-alpha-heptadexylnitron, N-octadexyl-alpha-pentadexylnitron, N-heptadexyl-alpha-heptadexylnitron, N-octadexyl-alpha-hexadexylnitron, nitron có nguồn gốc từ N,N-dialkylhydroxylamin có nguồn gốc từ amin mỡ động vật hydro hóa.

7. Chất thiosynergist, ví dụ dilauryl thiodipropionat, dimistyl thiodipropionat, distearyl thiodipropionat hoặc distearyl disulfua.

8. Chất chống muối peroxit, ví dụ este của axit  $\beta$ -thiodipropionic, ví dụ lauryl, stearyl, myristyl hoặc tridexyl este, mercaptobenzimidazol hoặc muối kẽm của 2-mercaptobenzimidazol, kẽm dibutyldithiocarbamat, dioctadexyl disulfua, pentaerythritol tetrakis( $\beta$ -dodecylmercapto)propionat.

9. Chất ổn định polyamit, ví dụ muối đồng kết hợp với iotua và/hoặc hợp chất photpho và muối của mangan hóa trị hai.

10. Chất đồng ổn định bazơ, ví dụ melamin, polyvinylpyrolidon, dicyandiamit, triallyl xyanurat, dẫn xuất ure, dẫn xuất hydrazin, amin, polyamit, polyuretan, muối kim loại kiềm và muối kim loại kiềm thổ của axit béo cao hơn, ví dụ canxi stearat, kẽm stearat, magie behenat, magie stearat, natri ricinoleat và kali palmitat, antimon pyrocatechol hoặc kẽm pyrocatechol.

11. Chất tạo hạt nhân, ví dụ chất vô cơ, như bột talc, oxit kim loại, như titan dioxit hoặc magie oxit, phosphat bao gồm muối phosphat như muối natri 2,2'-metylen-bis(4,6-di-tert-butylphenol) photphat, muối nhôm 2,2'-metylen-bis(4,6-di-tert-butylphenol) photphat hoặc muối liti 2,2'-metylen-bis(4,6-di-tert-butylphenol) photphat, cacbonat hoặc sunfat tốt hơn là của kim loại kiềm thổ; hợp chất hữu cơ, như axit mono- hoặc polycarboxylic và muối của chúng, ví dụ axit 4-tert-butylbenzoic, axit adipic, axit diphenylaxetic, natri succinat hoặc natri benzoat, muối canxi của axit 1,2-cyclohexan, muối đinatri của axit bixyclo[2,2,1]heptan-2,3-dicarboxylic; hợp chất polyme, như copolyme ion (chất điện ly), dẫn xuất triamino benzen, kẽm glyxerolat và dẫn xuất nonyltol.

Đặc biệt ưu tiên là 1,3:2,4-bis(3',4'-dimethylbenzyliden)sorbitol, 1,3:2,4-di(para-metyldibenzyliden)sorbitol và 1,3:2,4-di(benzyliden)sorbitol.

12. Chất độn và chất gia cường, ví dụ như canxi cacbonat, silicat, silic oxit được xử lý bề mặt (như được mô tả, ví dụ trong US-A-2007/60,697 và US-A-2009/111,918), sợi thủy tinh, hạt thủy tinh, amiăng, bột talc, cao lanh, mica, bari sunfat, oxit và hydroxit kim loại, muối than, than chì, bột gỗ và bột hoặc sợi của các sản phẩm tự nhiên khác, sợi tổng hợp.

13. Các chất phụ gia khác, ví dụ chất hóa dẻo, chất bôi trơn, chất nhũ hóa, chất màu, phụ gia lưu biến, chất xúc tác, chất điều chỉnh dòng chảy, chất làm sáng quang học, chất chống cháy, chất chống tĩnh điện và chất thổi.

14. Benzofuranon và indolinon, ví dụ các hợp chất được bộc lộ ở U.S. 4,325,863; U.S. 4,338,244; U.S. 5,175,312; U.S. 5,216,052; U.S. 5,252,643; DE-A-4316611; DE-A-4316622; DE-A-4316876; EP-A-0589839, EP-A-0591102; EP-A-1291384 hoặc 3-[4-(2-axetoxyetoxy)phenyl]-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 5,7-di-tert-butyl-3-[4-(2-stearoyloxyetoxy)phenyl]benzofuran-2-on, 3,3'-bis[5,7-di-tert-butyl-3-(4-[2-hydroxyetoxy]phenyl)benzofuran-2-on], 5,7-di-tert-butyl-3-(4-etoxyphenyl)benzofuran-2-on, 3-(4-axetoxy-3,5-dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(3,5-dimethyl-4-pivaloyloxyphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(3,4-dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(2,3-dimethylphenyl)-5,7-di-tert-butylbenzofuran-2-on, 3-(2-axetyl-5-isooctylphenyl)-5-isooctylbenzofuran-2-on, 5,7-ditert-butyl-3-[3,5-dimethyl-4-[(1,3,7,9-tetratert-butyl-5-metyl-5H-benzo[d][1,3,2]benzodioxaphosphocin-11-yl)oxy]phenyl]-3H-benzofuran-2-on.

Ưu tiên cho chế phẩm mà ngoài ra chứa chất phụ gia khác được chọn từ nhóm gồm chất chống oxy hóa, chất ổn định xử lý, chất ổn định ánh sáng, chất hấp thụ tia cực tím, chất độn, chất cốt thép, sắc tố, khử hoạt động kim loại, chất dẻo, chất bôi trơn, chất nhũ hóa, phụ gia lưu biến.

Tỷ lệ khối lượng của tổng lượng hợp chất có công thức (1) đến (3) với tổng lượng (các) chất phụ gia thông thường ví dụ có thể là 100:1 đến 1:1000 hoặc 10:1 đến 1:100 hoặc 20 với 1 đến 1 với 20 hoặc 10:1 đến 1:10.

Theo một phương án, chế phẩm theo sáng chế có thể bao gồm nguồn gốc tự do khác là peroxit. Trong trường hợp này, tỷ lệ giữa tổng khối lượng của peroxit với tổng

khối lượng của các hợp chất có công thức (1) và (2) là 1:100 đến 100:1, đặc biệt là 1:10 đến 10: 1, được ưu tiên.

Peroxit điển hình là 2,5-dimetyl-2,5-bis(tert.-butyl-peroxy)hexan (DHBP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Luperox 101 và Trigonox 101), 2,5-dimetyl-2,5-bis(tert.-butyl-peroxy)hexyn-3 (DYBP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Luperox 130 và Trigonox 145), dicumyl-peroxit (DCUP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Luperox DC và Perkadox BC), di-tert.-butyl-peroxit (DTBP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Trigonox B và Luperox Di), tert.-butyl-cumyl-peroxit (BCUP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Trigonox T và Luperox 801), bis (tert.-butylperoxyisopropyl)benzen (DIPP, ví dụ được bán dưới tên thương mại Perkadox 14S và Luperox DC), 3,6,9-trietyl-3,6,9-trimetyl-1,4,7-triperoxonan (ví dụ được bán dưới tên thương mại Trigonox 301), di(tert-butylperoxyisopropyl)benzen (ví dụ được bán dưới tên thương mại Perkadox 14S-FL), dixetyl peroxydicacbonat (ví dụ được bán dưới tên thương mại Perkadox 24L) và tert-butyl monoperoxymaleat (ví dụ được bán dưới tên thương mại Perkadox PF-DBM25).

Peroxit được ưu tiên là 2,5-dimetyl-2,5-bis(tert.-butyl-peroxy)hexan (DHBP), tert.-butylcumyl-peroxit (BCUP) và 3,6,9-trietyl-3,6,9-trimetyl-1,4,7-triperoxonan, đặc biệt là 2,5-dimetyl-2,5-bis(tert.-butyl-peroxy)hexan (DHBP) và 3,6,9-trietyl-3,6,9-trimetyl-1,4,7-triperoxonan.

Hợp chất của chế phẩm theo sáng chế có thể được bổ sung vào chất nền polyme ở dạng chất lỏng, bột, hạt hoặc nước cái, mỗi dạng chứa hợp chất theo sáng chế ở, ví dụ, nồng độ từ 0,01 đến 90%, tốt hơn là từ 0,05 đến 25%, và tốt hơn nữa là khoảng từ 0,05 đến 20%, đặc biệt là từ 0,1 đến 10% khối lượng.

Hợp chất của chế phẩm theo sáng chế và tùy ý các chất phụ gia khác có thể được bổ sung vào chất nền polyme riêng biệt hoặc được trộn với nhau.

Được ưu tiên là thành phần (a) và (b) được bổ sung cùng nhau, tốt hơn là ở dạng nước cái.

Hợp chất của chế phẩm theo sáng chế và tùy ý các chất phụ gia khác có thể được bổ sung vào polyme trước, trong hoặc sau khi polyme hóa hoặc trước hoặc sau khi liên kết ngang.

Hợp chất của chế phẩm theo sáng chế và tùy ý các chất phụ gia khác có thể được kết hợp vào chất nền polyme bằng phương pháp đã biết, ví dụ trước hoặc trong khi tạo hình hoặc bằng cách dùng hợp chất tương ứng hòa tan hoặc phân tán vào chất nền polyme, nếu cần làm bay hơi tiếp theo dung môi.

Bổ sung hợp chất của chế phẩm theo sáng chế bao gồm các chất phụ gia khác bất kỳ, như các chất được nêu trên, vào chất nền polyme có thể được thực hiện ở tất cả các máy trộn thông thường trong đó polyme được nóng chảy và được trộn với hợp chất của chế phẩm theo sáng chế và tùy ý các chất phụ gia khác. Máy thích hợp đã được biết đến với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các máy này là máy trộn, máy nhào trộn và máy ép đùn. Quá trình tốt hơn là được thực hiện bằng cách bổ sung hợp chất của chế phẩm theo sáng chế và tùy ý các chất phụ gia khác trong khi xử lý ở máy ép đùn. Cụ thể máy xử lý được ưu tiên là máy ép đùn trục vít đơn, máy ép đùn vít đôi xoay đồng thời và quay ngược, máy đùn bánh răng kiểu hành tinh, máy ép đùn vòng hoặc máy nhào trộn được cung cấp ít nhất một ngăn loại bỏ khí để có thể áp dụng chân không.

Polyme được cho chịu nhiệt độ cao trong một khoảng thời gian đủ để thay đổi khối lượng phân tử. Theo phương án được ưu tiên của quy trình theo sáng chế, khoảng nhiệt độ từ khoảng 160°C đến 310°C được sử dụng. Trong một biến thể quy trình được ưu tiên đặc biệt, khoảng nhiệt độ từ khoảng 170°C đến 290°C, đặc biệt là khoảng 180-270°C, được sử dụng.

Khoảng thời gian cần để thay đổi khối lượng phân tử có thể thay đổi dưới dạng hàm của nhiệt độ, lượng nguyên liệu cần được thay đổi và loại máy ép đùn bất kỳ được sử dụng. Nó có thể nằm trong khoảng, ví dụ, từ khoảng 10 giây đến 20 phút, cụ thể là từ 20 giây đến 10 phút.

Ví dụ của sự xử lý hoặc biến đổi của các chế phẩm theo sáng chế là:

Đúc phun, ép đùn, đúc thổi, quay, trong trang trí khuôn (phun ngược), ép bằng khuôn, ép phun, ép đồng, tạo hình, ép nén, ép, đùn màng (màng đúc; màng thổi), kéo sợi, xử lý sợi khác (dệt, không dệt, đặc biệt là thổi tan chảy sợi, kéo thành sợi), kéo (đơn trục, hai trục), ủ, kéo sâu, nung, biến đổi cơ học, thiêu kết, hệ số, lớp phủ, cán, liên kết ngang (bức xạ, peroxit, silan), lắng đọng hơi, hàn với nhau, keo, tạo hình nhiệt, đùn ống, đùn hồ sơ, đùn tấm; đúc tấm, lớp phủ kéo sợi, đóng đai, tạo bọt, tái chế/làm lại, lớp phủ đùn.

Các nguyên liệu được xử lý theo sáng chế có thể được sử dụng ở nhiều dạng, ví dụ như màng, sợi (liên tục hoặc không liên tục), băng hoặc các sản phẩm đúc.

Sợi, bao gồm sợi hai thành phần, được ưu tiên.

Sợi hai thành phần có nghĩa là sợi bao gồm ít nhất hai miền polyme riêng biệt a) và b) gắn bó mật thiết dọc theo chiều dài của sợi. Chúng có thể có bất kỳ hình dạng nào và không giới hạn ở hình dạng cụ thể. Ví dụ về các hình dạng này là cạnh nhau; các loại lõi có vỏ bọc, màu cam, và chất nền và sợi, được minh họa trong Fahrback, E., Schaut, G. and Wegh-mann, A., 2000, Nonwoven Fabrics, Figure 3, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Được ưu tiên là sợi hai thành phần loại lõi có vỏ bọc và sợi hai thành phần loại cạnh nhau, đặc biệt là sợi hai thành phần loại lõi có vỏ bọc.

Vật phẩm được ưu tiên là các loại vải không dệt cũng sẽ bao gồm mạng và có nghĩa là cấu trúc dệt của từng sợi, sợi nhỏ hoặc chỉ được định hướng theo hướng hoặc ngẫu nhiên và được liên kết bằng ma sát, và/hoặc kết dính và/hoặc kết dính và/hoặc xử lý cơ học, trái ngược với mẫu thông thường của các sợi liên kết cơ học với nhau, nghĩa là nó không phải là vải dệt thoi hoặc dệt kim. Ví dụ về các loại vải không dệt bao gồm sợi dệt thoi nóng chảy, mạng sợi liên tục kéo thành sợi, mạng chải thô, mạng được trải bằng không khí và mạng được trải ướt. Các phương pháp liên kết thích hợp bao gồm liên kết nhiệt, liên kết hóa học hoặc dung môi, liên kết nhựa, kim cơ khí, kim thủy lực, liên kết khâu, v.v. Tổng quan về chúng được đưa ra trong Fahrback, E., Schaut, G. and Weghmann, A., 2000, Nonwoven Fabrics, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Ví dụ, sản phẩm không dệt này có thể được chuẩn bị từ các sợi được tạo ra bằng cách sử dụng các chế phẩm theo sáng chế. Các loại vải không dệt được chuẩn bị đặc biệt bằng cách sử dụng các loại sợi theo sáng chế.

Chế phẩm theo sáng chế cho phép sửa đổi hiệu quả hơn chất nền polyme bằng cách thay đổi lưu biến (phá vỡ hình ảnh, phân nhánh chuỗi dài, liên kết chéo).

Việc này cho phép cải thiện

- tính chất cơ học, như độ bền kéo, độ giãn dài, khả năng chống xé rách
- đặc tính của rào cản, đặc biệt là ở sản phẩm không dệt (ví dụ áp suất thủy tĩnh, độ thoáng khí, các đặc tính của bộ lọc)

- đặc tính xử lý (phạm vi polyme thích hợp rộng hơn, thích ứng thông số, như nhiệt độ liên kết nhiệt ở sản phẩm không dệt)

- tái chế, bởi vì việc điều chỉnh độ nhớt nóng chảy của polyme tái chế có thể cung cấp vật phẩm tái chế có khối lượng phân tử đồng nhất hơn (MWD hẹp hơn) và do đó các tính chất cơ học tốt hơn. Ngoài ra, việc sử dụng polyme đứt đoạn vis có thể đóng vai trò là chất hỗ trợ xử lý hoặc chất tương hợp cũng góp phần làm tăng tính chất cơ học của polyme tái chế. Ngoài ra, do chất lượng lưu biến của polyme tái chế có thể thay đổi, nên sáng chế cho phép điều chỉnh phản ứng lưu biến của polyme để quá trình có thể kiểm soát và ổn định hơn.

Đặc tính được cải thiện về độ bền kéo và độ giãn dài có tầm quan trọng, ví dụ như sản xuất vải không dệt, vì việc chuẩn bị chúng bao gồm nhiều bước và độ bền kéo hoặc độ giãn dài được cải thiện giúp chúng tồn tại tốt hơn qua các bước này.

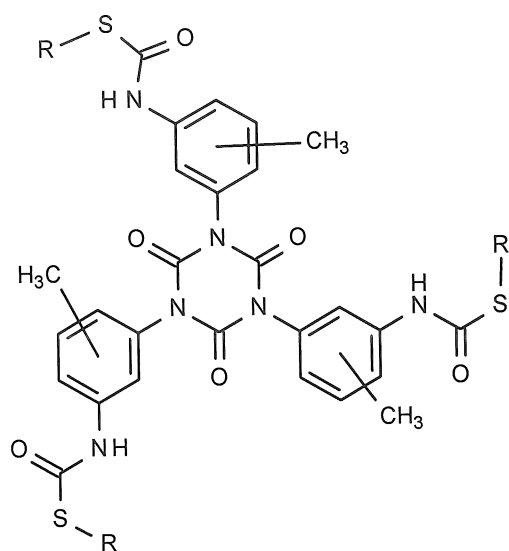
Quan trọng là, độ bền kéo cao hơn cung cấp cho nhà sản xuất vải không dệt tùy chọn để ví dụ giảm khối lượng trong khi vẫn giữ được hiệu suất cơ học tốt của sản phẩm.

Khía cạnh quan trọng khác là độ an toàn xử lý ở giai đoạn chuẩn bị sản phẩm không dệt. Có mong muốn chạy quy trình chuẩn bị vải không dệt trong các điều kiện vừa phải hơn ở nhiệt độ quy trình thấp hơn. Để có thể làm được như vậy, tính chất cơ học vẫn tốt, như độ bền kéo và độ giãn dài, phải đạt được ở nhiệt độ quá trình thấp hơn. Điều này cho phép giảm nhiệt độ quá trình. Hơn nữa, tiết kiệm năng lượng sẽ là lợi ích phụ.

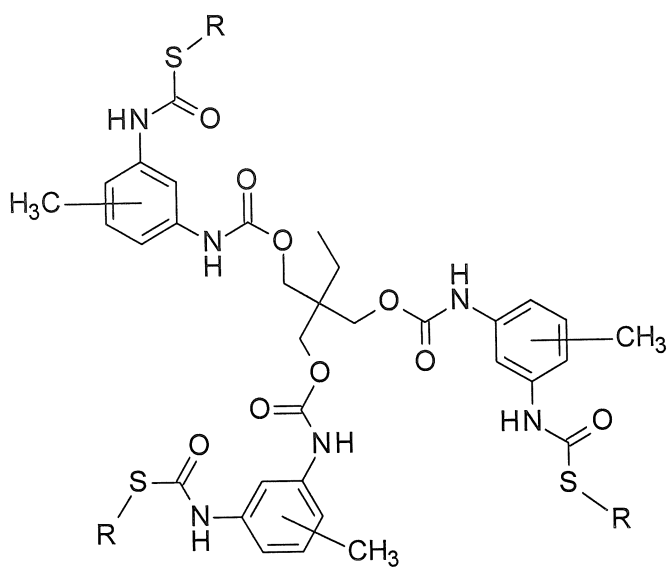
Phương án khác theo sáng chế đề xuất chế phẩm chứa hợp chất có công thức (1) hoặc (2) cùng với hợp chất có công thức (3), mà các định nghĩa và ưu tiên ở trên sẽ được áp dụng.

Phương án khác của sáng chế đề xuất sử dụng chế phẩm này chứa hợp chất có công thức (1) hoặc (2) cùng với hợp chất có công thức (3) để thay đổi lưu biến của chất nền polyme. Theo phương án này, các định nghĩa và ưu tiên ở trên sẽ được áp dụng.

Ngoài ra, phương án khác theo sáng chế đề xuất hợp chất mới có công thức (3), như được nêu dưới đây:

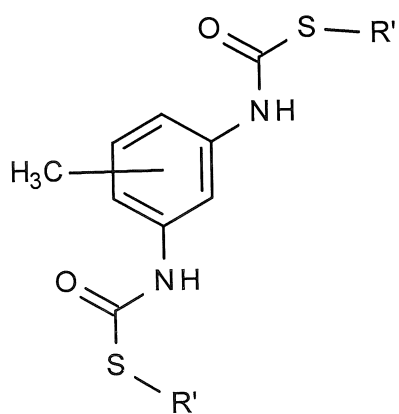


(13),



(14),

trong đó ở mỗi công thức (11) và (12) R như được định nghĩa ở trên và sẽ áp dụng cho ưu tiên ở trên, hoặc



(15),

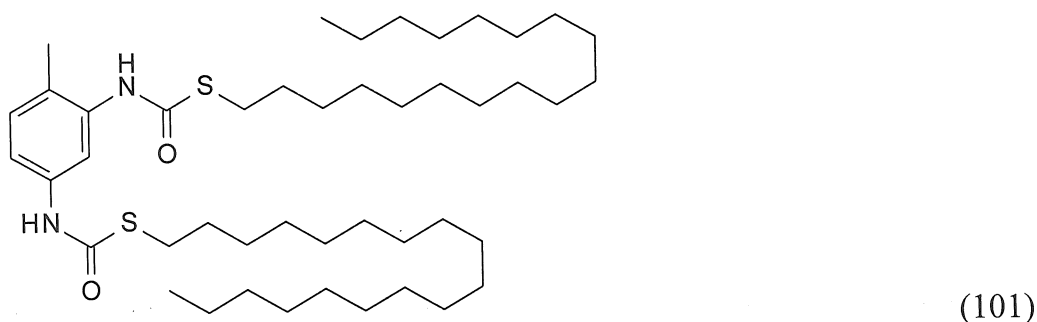
trong đó R' là C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>alkyl mà không được ngắt quãng hoặc được ngắt quãng bằng -O- và/hoặc nhóm cacbonyl, và sẽ áp dụng cho ưu tiên ở trên được nêu cho R.

Được ưu tiên là hợp chất có công thức (13) và (14), đặc biệt là các hợp chất có công thức (14).

Các ví dụ sau đây minh họa sáng chế chi tiết hơn. Tất cả các tỷ lệ phần trăm và phần là theo khối lượng, trừ khi được mô tả khác.

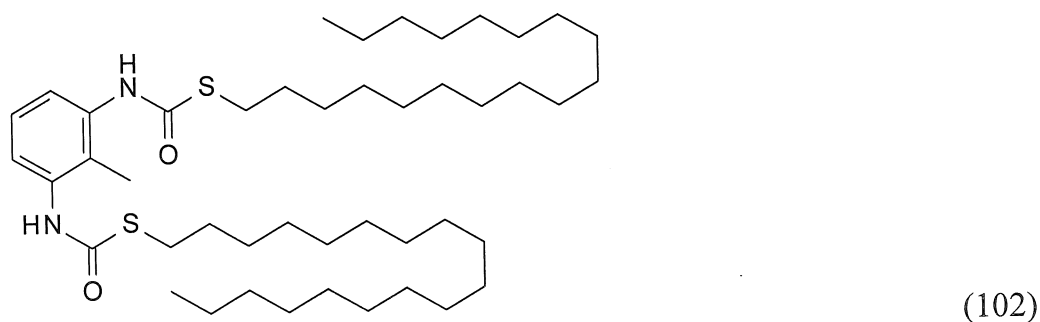
### Ví dụ thực hiện sáng chế

#### Ví dụ tổng hợp 1



Trong 250 ml tetrahydrofuran khan được hòa tan 17,4 g (0,1 mol) toluen-2,4-diisoxyanat và 60,18 g (0,21 mol) 1-octadecanthiol. Bổ sung vào dung dịch đã khuấy 1 g 1,8-diazabicyclo[5,4,0]undec-7-en. Tiếp tục khuấy trong 1 giờ ở nhiệt độ phòng. Hỗn dịch màu trắng sau đó được bay hơi đến khô trên thiết bị làm bay hơi quay, và phần dư được tạo tinh thể lại từ etyl axetat để thu được 67,7 g hợp chất đề mục dưới dạng chất rắn màu trắng, điểm nóng chảy 103-103,5°C.

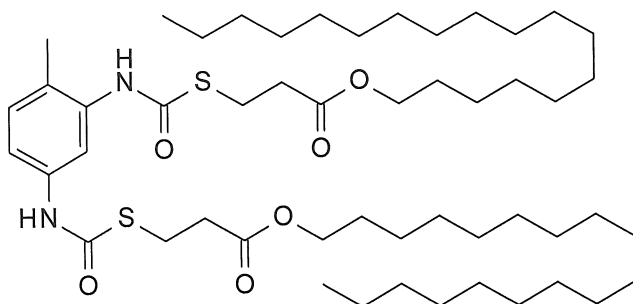
#### Ví dụ tổng hợp 2



Lặp lại ví dụ tổng hợp 1, nhưng thay thế trong đó toluen-2,4-diisoxyanat bằng lượng đẳng mol của toluen-2,6-diisoxyanat, dẫn đến hợp chất có công thức (102), thu được dưới dạng chất rắn màu trắng, điểm nóng chảy 120-122°C.

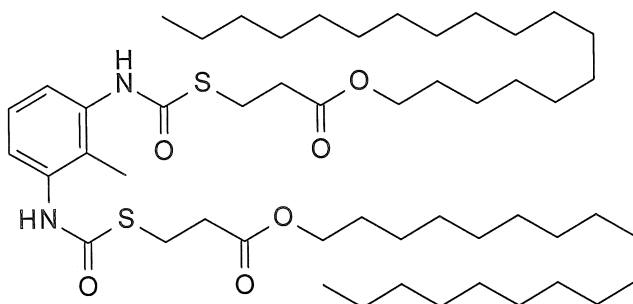
Ví dụ tổng hợp 3

Hỗn hợp đồng phân chứa 80% khối lượng của hợp chất có công thức (103)



(103)

và 20% khối lượng của hợp chất có công thức (104)

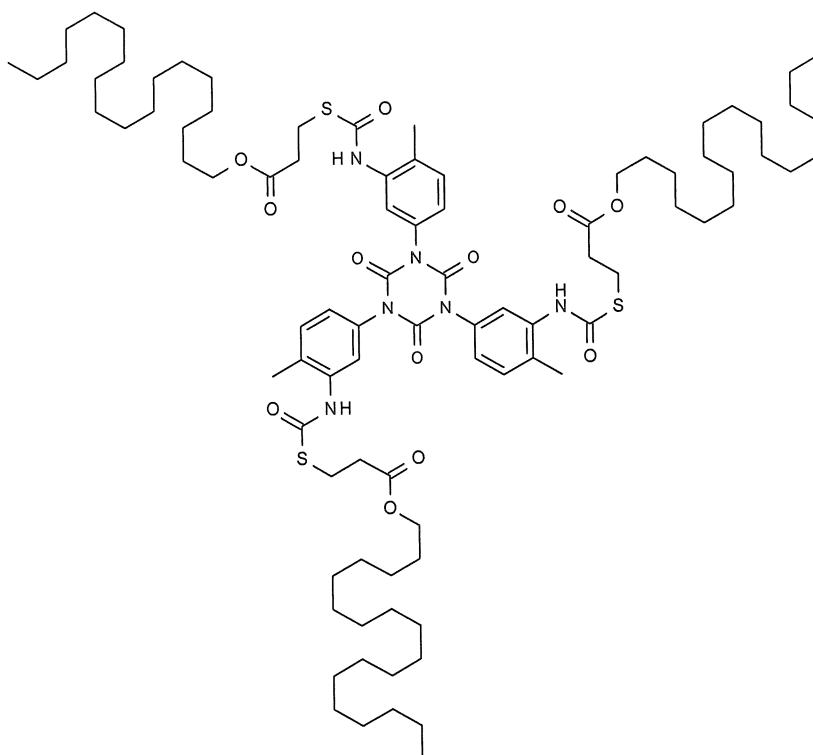


(104)

Lặp lại ví dụ tổng hợp 1, nhưng thay thế trong đó toluen-2,4-diisoxyanat bằng lượng đẳng mol hỗn hợp đồng phân của toluen-2,4-diisoxyanat / toluen-2,6-diisoxyanat với tỷ lệ khối lượng là 80/20, và thay thế octadecanthiol bằng lượng đẳng mol octadexyl-3-mercaptopropionat, dẫn đến hỗn hợp đồng phân của hợp chất có công thức (103) và (104) với tỷ lệ khối lượng là 80/20, thu được dưới dạng chất rắn màu trắng, điểm nóng chảy 94-100°C.

Ví dụ tổng hợp 4

Hỗn hợp phản ứng chứa hợp chất có công thức (105) làm một thành phần chính

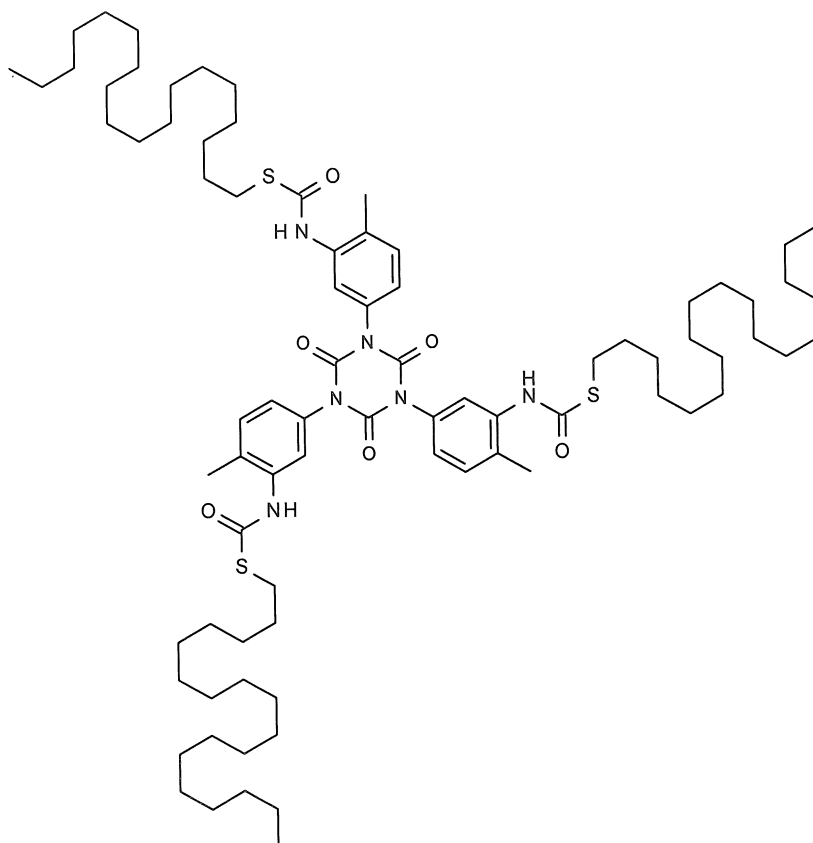


(105)

63,26 g octadexyl-3-mercaptopropionat và 5 ml triethylamin được hòa tan trong 400 ml etyl axetat trong môi trường argon. Sau đó, 100 g Desmodur® IL EA (50% trong etyl axetat, có sẵn từ Covestro AG) được pha loãng bằng 100 ml etyl axetat và được bổ sung vào dung dịch trên mà sau đó được khuấy trong một giờ ở 50°C. Sau 90 phút, không phát hiện được octadexyl-3-mercaptopropionat bằng  $^1\text{H-NMR}$  trong  $\text{CDCl}_3$ . Hỗn hợp sau đó được lọc và dịch lọc được bay hơi (20mbar/50°C). Chất rắn thu được được nghiền và sau đó được sấy trong 1,5 giờ ở 0,45mbar/50°C và sau đó trong 114 giờ ở 50°C/200mbar để thu được 110,8 g chất rắn màu be mà chứa hợp chất có công thức (105) làm một thành phần chính.

#### Ví dụ tổng hợp 5

Hỗn hợp phản ứng chứa hợp chất có công thức (106) làm một thành phần chính

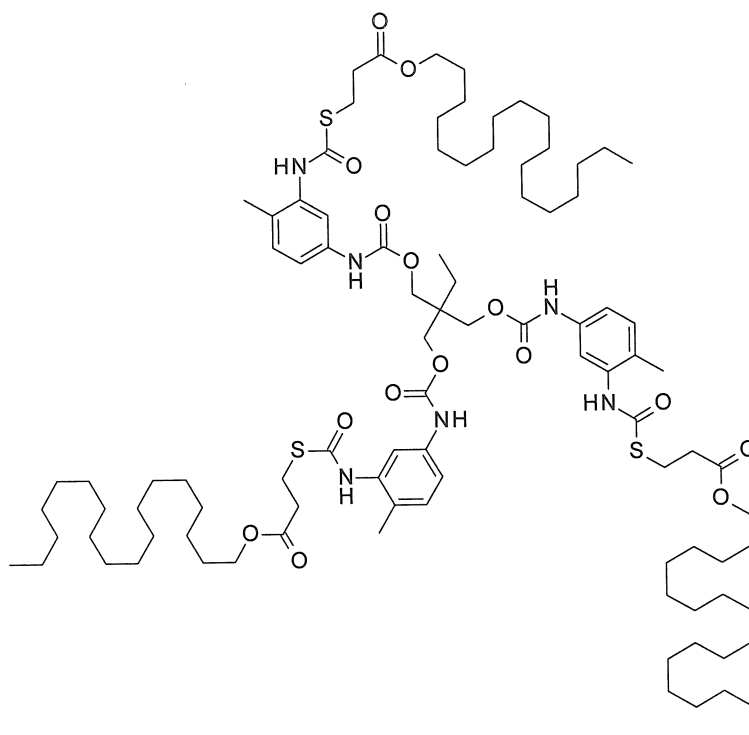


(106)

Lặp lại ví dụ tổng hợp 4, nhưng thay thế trong đó octadexyl-3-mercaptopropionat bằng lượng đẳng mol octadecanthiol, dẫn đến hỗn hợp chứa hợp chất có công thức (106) làm một thành phần chính.

#### Ví dụ tổng hợp 6

Hỗn hợp chứa hợp chất có công thức (107) làm một thành phần chính

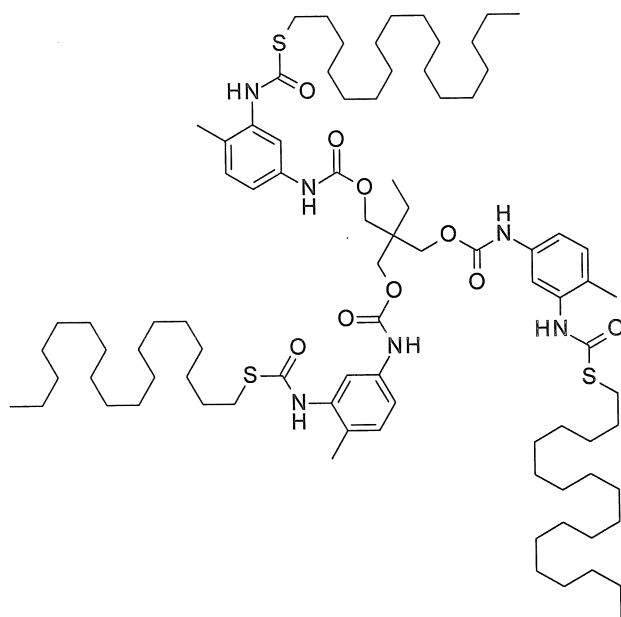


(107)

102,21 g octadexyl-3-mercaptopropionat và 5 ml triethylamin được hòa tan trong 400 ml etyl axetat trong môi trường argon. Sau đó, 100g Desmodur® L75 (75% trong etyl axetat, có sẵn từ Covestro AG) được hòa tan trong 100 ml etyl axetat và được bổ sung vào dung dịch trên mà sau đó được khuấy trong một giờ ở 50°C. Sau 90 phút, không phát hiện được octadexyl-3-mercaptopropionat bằng  $^1\text{H-NMR}$  trong  $\text{CDCl}_3$ . Hỗn hợp sau đó được bay hơi trên thiết bị làm bay hơi quay, cuối cùng ở 0,05mbar/50°C. Sản phẩm giống sáp thu được ngoài ra được sấy ở 50°C/200mbar cho đến khi khối lượng không đổi để thu được 167,71g chất rắn màu be mà chứa hợp chất có công thức (107) làm một thành phần chính.

#### Ví dụ tổng hợp 7

Hỗn hợp chứa hợp chất có công thức (108) làm một thành phần chính



(108)

Lập lại ví dụ tổng hợp 6, nhưng thay thế trong đó octadexyl-3-mercaptopropionat bằng lượng đẳng mol octadecanthiol, dẫn đến hỗn hợp chứa hợp chất có công thức (108) làm một thành phần chính.

A) Ví dụ ứng dụng - Vải không dệt thổi nóng chảy

Ví dụ ứng dụng A1 đến A31

Vải không dệt thổi nóng chảy được tạo ra trên thiết bị MB-L 150 / 200 từ RAVOtec GmbH. Máy ép đùn dạng cấp là máy ép đùn trục vít đơn có đường kính vít 25mm, tỷ lệ chiều dài với đường kính 25 và có bốn vùng gia nhiệt. Trừ khi được mô tả khác, tốc độ quay vít là 50 vòng / phút. Nhiệt độ nóng chảy ở cuối máy ép đùn được ghi và được liệt kê làm nhiệt độ tham chiếu ở ví dụ dưới đây. Thiết bị thổi nóng chảy có vòi phun với 35 lỗ / inch vuông, mỗi lỗ có đường kính 0,35 mm. Trừ khi được mô tả khác, thể tích không khí là 360 m<sup>3</sup>/giờ. Khoảng cách từ băng chuyển đến khuôn là 250 mm. Khuôn có chiều rộng 200 mm. Định lượng của vải không dệt là 20 g/m<sup>2</sup>, trừ khi được mô tả khác.

Polyme được sử dụng cho thử nghiệm là polypropylen homopolyme có chỉ số dòng nóng chảy 25,0 g/10min (230°C, 2,16 kg) và tỷ trọng 0,9 g/cm<sup>3</sup>. Nó là cấp được làm ổn định bằng 0,05% chất chống oxy hóa phenol, 0,1% phosphit và 0,025% khối lượng của canxi stearat.

Tốc độ dòng nóng chảy được đo theo ISO 1133 (230°C, 2,16 kg). Các phép đo được thực hiện trên vải không dệt mà được cắt thành mảnh nhỏ. Tốc độ dòng nóng chảy

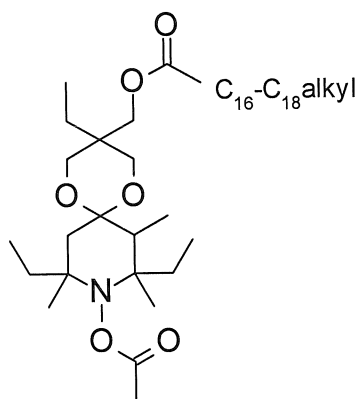
là tham số quyết định cho quy trình thổi nóng chảy. Cần tốc độ dòng nóng chảy đủ cao để có thể sản xuất vải không dệt có chất lượng tốt. Áp suất thủy tĩnh (cột nước) và khả năng thấm khí là thông số ứng dụng mà để xác định chất lượng của vải không dệt được tạo ra.

Áp suất thủy tĩnh đo áp suất cần thiết để tác dụng lực lên giọt nước thông qua vải được giữ căng. Nó là phép đo độ bền của vải không dệt với sự thẩm thấu của nước. Phép đo được thực hiện theo WSP (World Strategic Partner) 80,6 (2005). Thử nghiệm được thực hiện với đầu thử nghiệm  $100\text{ cm}^2$  ở tốc độ tăng áp suất nước  $10 \pm 0,5\text{ cm H}_2\text{O}/\text{min}$ . Kết quả được nêu dưới dạng chiều cao cột nước hoặc áp suất thủy tĩnh, hoặc cột áp thủy tĩnh bằng mm, khi giọt thứ ba nhô qua vải không dệt.

Khả năng thấm khí được đo theo WSP (World Strategic Partner) 70.1 (2005). Sự chênh lệch áp suất là  $200\text{ Pa}$  và kích thước mẫu  $20\text{ cm}^2$ . Kết quả được nêu trong  $\text{l}/\text{m}^2/\text{s}$ , vì vậy nó xác định thể tích của không khí chảy vuông góc thông qua phần không dệt của bề mặt là  $1\text{ m}^2$  / giây.

Trừ khi được mô tả khác, tỷ lệ phần trăm được nêu là theo % khối lượng.

Sản phẩm được gọi là NOR1 sau đây tương ứng với hợp chất có công thức (5)



(5).

Trừ khi được mô tả khác, sản phẩm đầu tiên được kết hợp vào homo polypropylen có chỉ số dòng nóng chảy là  $25,0\text{ g}/10\text{min}$  ( $230^\circ\text{C}$ ,  $2,16\text{ kg}$ ) và tỷ trọng là  $0,9\text{ g}/\text{cm}^3$  ở nồng độ theo % khối lượng được nêu ở bảng dưới đây, với máy ép đùn vít đôi xoay đồng thời có đường kính vít là  $25\text{ mm}$  và tỷ lệ chiều dài với đường kính là 42, ở nhiệt độ nóng chảy là  $210^\circ\text{C}$ . Vì vậy sản phẩm trộn sẵn này có thể được xem là nước cái. Với tất cả các nước cái, mọi sản phẩm theo sáng chế ở cột thứ hai của bảng 1 đến 3 dưới đây là mỗi sản phẩm được kết hợp trong nước cái riêng biệt (dẫn đến hai nước cái khác nhau),

ngoại trừ ví dụ A30 và A31 dưới đây, trong đó các sản phẩm được kết hợp vào cùng nước cái (mê kết hợp). Nồng độ sản phẩm ở nước cái tương ứng được thể hiện ở cột thứ ba của bảng 1 đến 3 dưới đây.

Bảng 1 (xử lý ở 295°C)

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)      | Nồng độ<br>trong nước<br>cái [% khối<br>lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh ở<br>giọt thứ ba<br>[mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C,<br>2,16 kg<br>[g/10min] |
|-------|----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A1    | 400ppm<br>NOR1                                                 | 3,3                                            | 502                                           | 998                                                                          | 1095                                    |
|       |                                                                |                                                |                                               |                                                                              |                                         |
| A2    | 350ppm<br>NOR1 +<br>50ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 1  | 3,3<br>+ 3,3                                   | 651,2                                         | 653                                                                          | 1149,3                                  |
| A3    | 300ppm<br>NOR1 +<br>100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 1 | 3,3<br>+ 3,3                                   | 593                                           | 411                                                                          | 1639,8                                  |
| A4    | 400ppm<br>NOR1 +<br>100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 5 | 3,3<br>+ 1                                     | 594                                           | 460                                                                          | 1524,6                                  |
| A5    | 300ppm<br>NOR1 +<br>100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3 | 3,3<br>+ 3,3                                   | 778,6                                         | 478,4                                                                        | 1652,3                                  |
| A6    | 267ppm<br>NOR1 +<br>67ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3  | 3,3<br>+ 3,3                                   | 607                                           | 811,6                                                                        | 1308,2                                  |

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)      | Nồng độ<br>trong nước<br>cái [% khối<br>lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh ở<br>giọt thứ ba<br>[mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C,<br>2,16 kg<br>[g/10min] |
|-------|----------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A7    | 300ppm<br>NOR1 +<br>100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                                   | 678                                           | 753,6                                                                        | 1270,4                                  |
| A8    | 400ppm<br>NOR1 +<br>100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 4 | 3,3<br>+ 3,3                                   | 756,4                                         | 643,6                                                                        | 1458,1                                  |

Kết quả ở bảng 1 thể hiện chất lượng vượt trội của vải không dệt, về cột nước, khả năng thấm khí hoặc tốc độ dòng nóng chảy.

Bảng 2 (xử lý ở 270°C)

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)   | Chất tải trong<br>nước cái [%<br>khối lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh ở<br>giọt thứ ba<br>[mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C,<br>2,16 kg<br>[g/10min] |
|-------|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A9    | 400ppm NOR1                                                 | 3,3                                          | 187                                           | 2668,0                                                                       | 651,2                                   |
|       |                                                             |                                              |                                               |                                                                              |                                         |
| A10   | 350ppm NOR1<br>+ 50ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 1  | 3,3<br>+ 3,3                                 | 570,0                                         | 897                                                                          | 931,3                                   |
| A11   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 1 | 3,3<br>+ 3,3                                 | 706,6                                         | 554                                                                          | 1217,8                                  |

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)   | Chất tải trong<br>nước cái [%<br>khối lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh ở<br>giọt thứ ba<br>[mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C,<br>2,16 kg<br>[g/10min] |
|-------|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A12   | 350ppm NOR1<br>+ 50ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 5  | 3,3<br>+ 1                                   | 201                                           | 2618                                                                         | 724,8                                   |
| A13   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 5 | 3,3<br>+ 1                                   | 275                                           | 2192                                                                         | 895,8                                   |
| A14   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 5 | 3,3<br>+ 1                                   | 377                                           | 1396                                                                         | 1062,9                                  |
| A15   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3 | 3,3<br>+ 3,3                                 | 470,6                                         | 1082,0                                                                       | 1094,9                                  |
| A16   | 267ppm NOR1<br>+ 67ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3  | 3,3<br>+ 3,3                                 | 471,2                                         | 1472,0                                                                       | 1365,3                                  |
| A17   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                                 | 203,5                                         | 2752,5                                                                       | 685,7                                   |
| A18   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                                 | 510,6                                         | 1084,0                                                                       | 1201,3                                  |

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)   | Chất tải trong nước cái [% khối lượng] | Áp suất thủy tĩnh ở giọt thứ ba [mm] | Khả năng thấm khí ở 20cm <sup>2</sup> , 200Pa [l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở 230°C, 2,16 kg [g/10min] |
|-------|----------------------------------------------------|----------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| A19   | 267ppm NOR1 + 133ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                           | 304,6                                | 2206,0                                                              | 1006,1                         |
| A20   | 400ppm NOR1 + 100ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 4 | 3,3<br>+ 3,3                           | 237,4                                | 2432,5                                                              | 863,3                          |

Kết quả ở bảng 2 thể hiện chất lượng vượt trội của vải không dệt, về cột nước, khả năng thấm khí hoặc tốc độ dòng nóng chảy.

Bảng 3 (xử lý ở 250°C)

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)   | Chất tải trong nước cái [% khối lượng] | Áp suất thủy tĩnh ở giọt thứ ba [mm] | Khả năng thấm khí ở 20cm <sup>2</sup> , 200Pa [l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở 230°C, 2,16 kg [g/10min] |
|-------|----------------------------------------------------|----------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| A21   | 400ppm NOR1                                        | 3,3                                    | 174,25                               | 3360                                                                | 509,9                          |
|       |                                                    |                                        |                                      |                                                                     |                                |
| A22   | 350ppm NOR1 + 50ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1  | 3,3<br>+ 3,3                           | 310,6                                | 1814                                                                | 908,9                          |
| A23   | 300ppm NOR1 + 100ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1 | 3,3<br>+ 3,3                           | 269,0                                | 2108                                                                | 955,3                          |

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)   | Chất tải<br>trong nước<br>cái [% khối<br>lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh<br>ở giọt thứ<br>ba [mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C, 2,16<br>kg<br>[g/10min] |
|-------|-------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A24   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 1 | 3,3<br>+ 3,3                                    | 484,2                                         | 1368,0                                                                       | 1265,5                                  |
| A25   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 5 | 3,3<br>+ 1                                      | 152                                           | 2770                                                                         | 808,9                                   |
| A26   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3 | 3,3<br>+ 3,3                                    | 243,2                                         | 2034,0                                                                       | 601,7                                   |
| A27   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 3 | 3,3<br>+ 3,3                                    | 250,4                                         | 2232,0                                                                       | 1198,3                                  |
| A28   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                                    | 162,8                                         | 3286                                                                         | 645,6                                   |
| A29   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 3,3                                    | 347,2                                         | 1982,0                                                                       | 853,6                                   |
| A30   | 300ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 0,825<br>Mê kết hợp                    | 332,6                                         | 1918,0                                                                       | 1084,7                                  |

| Ví dụ | Công thức<br>(nồng độ trong<br>polyme được<br>thử nghiệm)   | Chất tải<br>trong nước<br>cái [% khối<br>lượng] | Áp suất<br>thủy tĩnh<br>ở giọt thứ<br>ba [mm] | Khả năng<br>thấm khí ở<br>20cm <sup>2</sup> , 200Pa<br>[l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở<br>230°C, 2,16<br>kg<br>[g/10min] |
|-------|-------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| A31   | 400ppm NOR1<br>+ 100ppm sản<br>phẩm của ví dụ<br>tổng hợp 6 | 3,3<br>+ 0,825<br>Mẻ kết hợp                    | 601,0                                         | 1042,0                                                                       | 1627,4                                  |

Kết quả của bảng 3 thể hiện chất lượng vượt trội của vải không dệt, về cột nước, khả năng thấm khí hoặc tốc độ dòng nóng chảy. Kết quả cũng thể hiện rằng sáp nhập các sản phẩm vào cùng nước cái (mẻ kết hợp), thay vì sử dụng hai nước cái riêng biệt, có thể tạo ra hiệu suất cracking giảm độ nhớt thậm chí cao hơn.

#### B) Ví dụ ứng dụng - Ép đùn

##### Ví dụ ứng dụng B1 đến B15

Hiệu suất của các sản phẩm khác nhau được xác định theo cách lặp lại được và toàn thể bằng cách sử dụng máy ép đùn nhỏ vít đôi quy mô phòng thí nghiệm. Polyme được sử dụng là polypropylen homopolyme có chỉ số dòng nóng chảy là 3,0 g/10min (230°C, 2,16 kg) và tỷ trọng là 0,9 g/cm<sup>3</sup>. Nó là cấp không được làm ổn định, trong đó 0,1% khối lượng Irganox® B215 (hỗn hợp làm ổn định thương mại gồm Irgafos® 168 + Irganox® 1010) và 0,05% khối lượng của canxi stearat được bổ sung. Canxi stearat được sử dụng ở dạng bột, mà không có bước sấy sơ bộ. Trừ khi được mô tả khác, chất phụ gia được nêu ở bảng dưới đây được trộn với bột polypropylen và hỗn hợp được trộn trong máy ép đùn nhỏ vít đôi quy mô phòng thí nghiệm (Xplore Instruments B.V.) có vít xoay đồng thời và thể tích là 15 cm<sup>3</sup> trong hệ vòng trong mười phút ở tốc độ quay vít không đổi (được nêu trong ví dụ dưới đây) dưới lớp lót nitơ. Tỷ lệ phần trăm được nêu dưới đây là phần trăm khối lượng. Nhiệt độ nóng chảy được nêu ở ví dụ dưới đây. Máy ép đùn nhỏ vít đôi quy mô phòng thí nghiệm ghi lại lực ép ngược theo thời gian thực, với tốc độ một phép đo / giây. Khi làm đầy thùng, lực tăng lên cực đại, trước khi bắt đầu giảm. Lực cực đại này được coi là thời gian bằng không. Để so sánh sự đóng góp của các sản phẩm khác nhau, lực sau 600 giây sau thời gian 0 được tính đến. Công thức tham chiếu, luôn được chỉ ra trong các bảng dưới đây, tương ứng với mức giảm lực

là 0%. Nếu đạt được lực kép bằng 0 Newton trong thời gian 600 giây, thì độ giảm lực sẽ là 100%.

Lực được ghi tương quan trực tiếp với độ nhớt nóng chảy của polyme. Vì vậy, khối lượng phân tử của polyme càng thấp, độ nhớt nóng chảy của nó càng thấp và lực ghi lại càng thấp. Do đó, lực được ghi lại là thước đo trực tiếp của dòng chảy của polyme.

Đối với việc chế tạo sản phẩm không dệt, ví dụ như trong quy trình kéo sợi hoặc thổi tan chảy, việc có dòng chảy đủ cao là yếu tố quyết định, trước hết là để có thể xử lý polypropylen và thứ hai là để thu được sản phẩm không dệt với chất lượng đạt yêu cầu.

Đối với các thử nghiệm trong Bảng 4, chất tham chiếu ngoài luôn bao gồm 0,15% hợp chất có công thức (5). Nhiệt độ đun là 270°C, với tốc độ quay của trục vít là 50 vòng / phút.

Bảng 4

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)  | Giảm lực kép sau 600 giây, ngoài công thức tham chiếu |
|-------|---------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| B1    | Tham chiếu                                        | 0                                                     |
| B2    | Tham chiếu + 39ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 3  | 33,7                                                  |
| B3    | Tham chiếu + 44ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 7  | 30,5                                                  |
| B4    | Tham chiếu + 50ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6  | 39,1                                                  |
| B5    | Tham chiếu + 33ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 2  | 38,8                                                  |
| B6    | Tham chiếu + 33ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1  | 42,0                                                  |
| B7    | Tham chiếu + 40ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 5  | 21,0                                                  |
| B8    | Tham chiếu + 47ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 4  | 26,3                                                  |
| B9    | Tham chiếu + 155ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 3 | 63,9                                                  |

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)  | Giảm lực kép sau 600 giây, ngoài công thức tham chiếu |
|-------|---------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| B10   | Tham chiếu + 176ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 7 | 61,7                                                  |
| B11   | Tham chiếu + 200ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6 | 59,2                                                  |
| B12   | Tham chiếu + 130ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 2 | 62,2                                                  |
| B13   | Tham chiếu + 130ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1 | 58,9                                                  |
| B14   | Tham chiếu + 161ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 5 | 46,1                                                  |
| B15   | Tham chiếu + 186ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 4 | 51,1                                                  |

Giá trị cao được mong muốn.

Kết quả của bảng 4 cho thấy sự giảm đáng kể của lực ghép, tức là lực ghép thấp hơn, tức là độ phá vỡ cao hơn, khi các sản phẩm tổng hợp 1 đến 7 được thêm vào.

#### Ví dụ ứng dụng B16 đến B20

Các thử nghiệm được thực hiện như đã nêu ở trên đối với các ví dụ ứng dụng từ B1 đến B15, nhưng đồng phụ gia của các ví dụ tổng hợp không được kết hợp trực tiếp vào polypropylen như vậy, nhưng trước tiên được nạp vào chất mang polypropylen xốp, ở các nồng độ sau:

Đối với sản phẩm của Ví dụ tổng hợp 7, tải trọng là: 1,855 g sản phẩm của ví dụ tổng hợp 7 + 100 g chất mang xốp polypropylen

Đối với sản phẩm của Ví dụ tổng hợp 6, tải trọng là: 1,741 g sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6 + 100 g chất mang xốp polypropylen

#### Bảng 5

|     | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)  | Giảm lực kép sau 600 giây, ngoài công thức tham chiếu |
|-----|---------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| B16 | Tham chiếu                                        | 0                                                     |
| B17 | Tham chiếu + 46ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 7  | 47,2                                                  |
| B18 | Tham chiếu + 43ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6  | 25,3                                                  |
| B19 | Tham chiếu + 184ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 7 | 55,0                                                  |
| B20 | Tham chiếu + 172ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6 | 49,9                                                  |

Bảng 5 thể hiện rằng, ngay cả nếu chất đồng phụ gia không được kết hợp trực tiếp nhưng được tải nạp đầu tiên ở chất mang (xốp như được ví dụ ở trên), hiệu suất cracking giảm độ nhớt vẫn có.

#### Ví dụ ứng dụng B21 đến B23

Thử nghiệm được thực hiện như được nêu ở trên cho ví dụ ứng dụng B1 đến B15, nhưng không sử dụng hợp chất có công thức (5).

Bảng 6

|     | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm)                                 | Giảm lực kép sau 600 giây, ngoài công thức tham chiếu |
|-----|----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| B21 | Tham chiếu (với 0,15% hợp chất có công thức (5))                                 | 0                                                     |
| B22 | 200 ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 3 (nhưng không có hợp chất có công thức (5)) | 0,8                                                   |
| B23 | 500 ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 3 (nhưng không có hợp chất có công thức (5)) | 6,3                                                   |

Tóm lại, bảng 6 thể hiện rằng thu được hiệu suất thấp nếu hợp chất có công thức (5) hoặc chất đồng phụ gia được sử dụng một mình. Ngược lại, việc sử dụng kết hợp cả hai thành phần cho thấy tác dụng hiệp đồng và mang lại hiệu quả tốt.

### C) Ví dụ ứng dụng - Vải không dệt được sản xuất theo quy trình ép nóng

#### Ví dụ ứng dụng C1 đến C8

Vải không dệt ép nóng được sản xuất bằng homopolyme polypropylen với chỉ số dòng chảy là 3,0 g/10 phút (230°C, 2,16 kg) và mật độ 0,9 g/cm<sup>3</sup> có và không có phụ gia được chuẩn bị như dưới đây, trên dây chuyền Reicofil-4 rộng 1 m với chùm đơn có khoảng 6800 lỗ trên mỗi mét chiều dài. Các lỗ có đường kính 0,6 mm. Thông lượng trên mỗi lỗ được đặt ở 0,5 g/phút. Dây chuyền có cấu hình lõi có vỏ bọc với thiết lập 30% khối lượng polyme trong vỏ và 70% khối lượng polyme trong lõi. Sợi chứa phụ gia bao gồm phụ gia trong toàn bộ sợi (vỏ và lõi). Vải không dệt được sản xuất với khối lượng vải lần lượt là 17 g/m<sup>2</sup> (tốc độ dây chuyền: 212 m/phút) và 70 g/m<sup>2</sup> (tốc độ dây chuyền: 53 m/phút). Độ mịn sợi mục tiêu là 1,7 dtex. Dtex là đơn vị đo mật độ khối lượng tuyến tính của sợi và được định nghĩa là khối lượng tính bằng gam trên 10000 mét. Vải không dệt được liên kết nhiệt bằng cách sử dụng cuộn dập nổi.

Các chất phụ gia đầu tiên được đưa vào thông qua chế phẩm nước cái. Nước cái được điều chế bằng cách kết hợp sản phẩm có công thức (5), tương ứng là sản phẩm của ví dụ tổng hợp được nêu, với chất mang homopolyme bằng polypropylen có chỉ số dòng chảy 25,0 g/10 phút (230°C, 2,16 kg), trong máy ép đùn trục vít đôi quay đồng thời với đường kính trục vít là 25mm và tỷ lệ chiều dài/đường kính là 47, ở 200°C. Nước cái chứa sản phẩm có công thức (5) và sản phẩm của ví dụ tổng hợp được nêu là hai nước cái khác nhau, mỗi nước cái chứa một sản phẩm.

Các điều kiện xử lý khác trên dòng Reicofil-4 được nêu dưới đây:

- nhiệt độ máy ép đùn là nhiệt độ thiết lập được sử dụng để ép đùn polypropylen hoặc hợp chất polypropylen/phụ gia và được nêu trong bảng;
- nhiệt độ khuôn là nhiệt độ thiết lập của polyme trên khuôn;
- áp suất buồng là áp suất trong buồng sau và dưới khuôn;
- các cuộn có khắc và nhẵn là các cuộn mà giữa đó màng sợi được đi qua;
- áp suất khe cán là áp suất thiết lập giữa trục khắc và cuộn nhẵn.

Đánh giá các đặc tính cơ học:

Các đặc tính cơ học của vải không dệt được xác định theo DIN EN 29073-3 với chiều dài kẹp mẫu là 100 mm, chiều rộng mẫu là 50 mm, tốc độ tăng trước (tốc độ biến dạng) là 200 mm/phút.

Độ bền kéo MD và độ giãn dài khi kéo MD là các giá trị lớn nhất tương ứng được đo theo hướng máy.

Độ bền kéo MC và độ giãn dài khi kéo MC là các giá trị lớn nhất tương ứng được đo theo phương vuông góc với hướng máy.

Bảng 7 (khối lượng vải không dệt: 70 g/m<sup>2</sup>)

Nhiệt độ khuôn được thiết lập: 270°C

Áp suất buồng: 4500Pa

Nhiệt độ của cuộn khắc: 162°C; cuộn nhả: 160°C

Áp suất khe cán: 90N/mm

|    |                                                                               | Độ bền kéo MD [N]             | Độ bền kéo MC [N]             | Độ giãn dài MD [%]            | Độ giãn dài MC [%]            |
|----|-------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| C1 | Không chất phụ gia, 295°C                                                     | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao |
| C2 | 30ppm NOR1, ở lõi và ở vỏ bọc; 295°C                                          | 234                           | 136                           | 170,2                         | 149,8                         |
| C3 | 100ppm NOR1, ở lõi và ở vỏ bọc; 280°C                                         | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao |
| C4 | 40ppm NOR1 + 15ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1, cả ở lõi và ở vỏ bọc; 280°C | 226,6                         | 138,9                         | 174                           | 158.5                         |

Bảng 8 (khối lượng vải không dệt: 17 g/m<sup>2</sup>)

Nhiệt độ khuôn được thiết lập: 270°C

Áp suất buồng: 4500Pa

Nhiệt độ cuộn khắc: 162°C; cuộn nhả: 160°C

Áp suất khe cán: 90N/mm

|    |                                                                                  | Độ bền kéo<br>MD [N]          | Độ bền kéo<br>MC [N]          | Độ giãn dài<br>MD [%]         | Độ giãn dài<br>MC [%]         |
|----|----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| C5 | Không chất phụ gia<br>295°C                                                      | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao |
| C6 | 30ppm NOR1, ở lõi và ở vỏ bọc;<br>295°C                                          | 33,7                          | 19,5                          | 97,4                          | 93,3                          |
| C7 | 100ppm NOR1, ở lõi và ở vỏ bọc;<br>280°C                                         | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao | Không xử lý – áp suất quá cao |
| C8 | 40ppm NOR1 + 15ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 1, cả ở lõi và ở vỏ bọc;<br>280°C | 36                            | 19,1                          | 110,5                         | 87,9                          |

Kết quả rõ ràng chứng minh ưu điểm của sáng chế, theo mà nhiệt độ xử lý thấp đáng kể có thể được sử dụng để có khả năng chạy quy trình ổn định và đạt ít nhất là đặc tính cơ học tương tự, khi được so sánh với sử dụng một mình NOR1 làm chất phụ gia cracking giảm độ nhớt. Ví dụ, điều này cung cấp cho nhà sản xuất vải không dệt tùy chọn để mở rộng tính linh hoạt trong việc lựa chọn polyme và tìm nguồn cung ứng và giảm nhiệt độ xử lý để tiết kiệm năng lượng trong khi vẫn giữ các đặc tính mục tiêu của sản phẩm không dệt.

D) Ví dụ ứng dụng - Vải không dệt được sản xuất theo quy trình ép nóng với hành vi liên kết nhiệt được cải thiện

Ví dụ ứng dụng D1 đến D3

Vải không dệt ép nóng được sản xuất bằng polypropylen homopolyme (chỉ số dòng nóng chảy là 27g/10min (230°C, 2,16 kg)) có và không có chất phụ gia được điều chế như được nêu dưới đây, trên băng chuyền Reicofil-4 rộng 1 m với chùm đơn có khoảng 6800 lỗ với mỗi mét chiều dài. Lỗ có đường kính là 0,6 mm. Thông lượng với mỗi lỗ được thiết lập ở 0,55 g/min. Băng chuyền có cấu hình vỏ bọc-lõi với thiết lập là 30% polyme ở vỏ bọc và 70% theo khối lượng polyme ở lõi. Sợi chứa chất phụ gia bao gồm chất phụ gia chỉ ở lớp vỏ bọc. Vải không dệt được sản xuất với khối lượng vải là 70 g/m<sup>2</sup> (tốc độ băng chuyền: 53m/min). Độ mịn tơ filamăng đích là 1,85 dtex. Dtex là đơn vị của phép đo cho mật độ khối lượng tuyến tính của sợi và được định nghĩa dưới dạng khối lượng theo gam với mỗi 10000 mét. Vải không dệt được liên kết nhiệt sử dụng cuộn in dập.

Chất phụ gia đầu tiên được đưa vào qua chế phẩm nước cái. Nước cái được điều chế bằng cách trộn sản phẩm có công thức (5), tương ứng là sản phẩm của ví dụ tổng hợp được nêu, với chất mang polypropylen homopolyme với chỉ số dòng nóng chảy là 25,0 g/10min (230°C, 2,16 kg), trong máy ép đùn vít đôi xoay đồng thời với đường kính là 25mm và tỷ lệ chiều dài/đường kính là 47, ở 200°C.

Các điều kiện xử lý khác trên băng chuyền Reicofil-4 được nêu dưới đây:

- nhiệt độ máy ép đùn là nhiệt độ thiết lập được sử dụng để ép đùn polypropylen hoặc hợp chất polypropylen/chất phụ gia và được nêu ở bảng;
- nhiệt độ khuôn là nhiệt độ được thiết lập của polyme trên khuôn;
- áp suất buồng là áp suất ở buồng sau và dưới khuôn;
- các cuộn khắc và nhẵn là các cuộn mà mạng sợi đi qua giữa.
- áp suất khe cán là áp suất được thiết lập giữa cuộn khắc và nhẵn.

Bảng 9 (khối lượng vải không dệt: 70 g/m<sup>2</sup>)

Nhiệt độ máy ép đùn được thiết lập và khuôn được thiết lập: 250°C

Áp suất buồng: 4500Pa

Nhiệt độ cuộn khắc: 158°C; cuộn nhẵn: 155°C

Áp suất khe cán: 80N/mm

|    |                                                                 | Độ bền kéo<br>MD [N] | Độ bền kéo<br>MC [N] | Độ giãn dài<br>MD [%] | Độ giãn dài<br>MC [%] |
|----|-----------------------------------------------------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|
| D1 | PP (không phụ gia ở vỏ bọc)                                     | 147                  | 85.2                 | 57,9                  | 61,5                  |
| D2 | 37,5ppm NOR1<br>12,5ppm sản phẩm của ví dụ tổng hợp 6, ở vỏ bọc | 262,2                | 161                  | 127,1                 | 126,3                 |
| D3 | 50ppm NOR1                                                      | 258,2                | 159,2                | 114,4                 | 112,9                 |

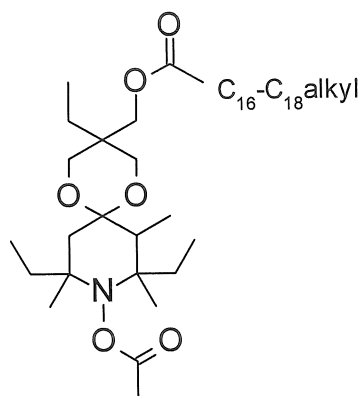
Kết quả chứng minh rõ ràng ưu điểm của sáng chế, theo đó ở quy trình liên kết nhiệt có thể thu được kết quả tốt hơn đáng kể về đặc tính cơ học, khi được so sánh với không sử dụng chất phụ gia hoặc chỉ sử dụng NOR1. Việc này, ví dụ, cung cấp cho nhà sản xuất vải không dệt với lựa chọn làm giảm khối lượng trong khi vẫn duy trì tính chất cơ học tốt của sản phẩm. Ngoài ra, khi được so sánh với chỉ sử dụng NOR1 làm chất phụ gia cracking giảm độ nhớt, ví dụ, việc này cung cấp cho nhà sản xuất vải không dệt tùy chọn mở rộng tính linh hoạt trong việc lựa chọn polyme và tìm nguồn cung ứng và giảm nhiệt độ xử lý để tiết kiệm năng lượng trong khi vẫn giữ các đặc tính mục tiêu của sản phẩm không dệt.

(E) Ví dụ ứng dụng - Vải không dệt thổi nóng chảy

Hỗn hợp phụ gia để thay đổi lưu biến của polyme

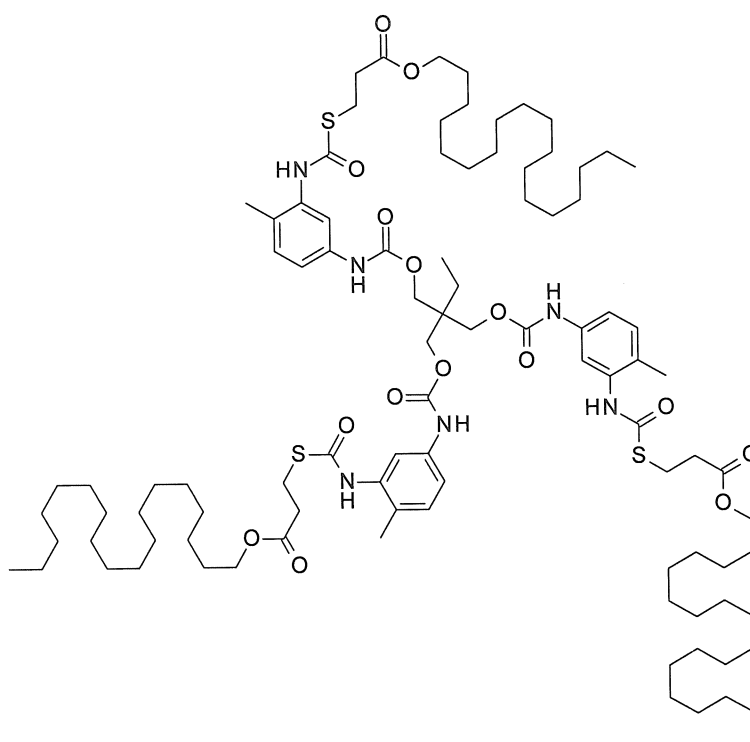
Ví dụ ứng dụng E1 đến E5 Kéo dài ví dụ ứng dụng được dựa trên hỗn hợp chứa chất hoạt hóa (được gọi là BOO dưới đây), NOR1 và peroxit (được gọi là PER dưới đây).

Sản phẩm được gọi là NOR1 sau đây tương ứng với hợp chất có công thức (5)



(5).

Sản phẩm được gọi là BOO sau đây tương ứng với hợp chất có công thức (107)



(107).

PER là 2,5-Dimetyl-2,5-di(tert-butylperoxy) hexan (thử nghiệm > 94%). PER được đặt vào chất mang polypropylen xốp có độ xốp của tế bào mở là 60%, với kích thước tế bào từ 20 micron đến 80 micron. Việc tích hợp PER vào chất mang polypropylen xốp diễn ra bằng cách trộn nó ở 5% trong thiết bị bay hơi quay ở 1 atm ở nhiệt độ phòng trong 16 giờ. Theo cách này, thu được nồng độ 5% khối lượng của PER trong polypropylen.

NOR1 và BOO đầu tiên được kết hợp cùng vào homo polypropylen với tốc độ dòng nóng chảy là 25,0 g/10min (230°C, 2,16 kg) và tỷ trọng là 0,9 g/cm<sup>3</sup> ở nồng độ theo % khối lượng được nêu ở bảng dưới đây, với máy ép đùn vít đôi xoay đồng thời có

đường kính vít là 25 mm và tỷ lệ chiều dài với đường kính là 42, ở nhiệt độ nóng chảy là 210°C. Vì vậy sản phẩm trộn sẵn này có thể được xem là mẻ kết hợp.

Đối với tất cả các mẻ kết hợp hoặc nồng độ, nồng độ cuối của sản phẩm trong polyme được thể hiện ở cột thứ hai, và nồng độ của sản phẩm ở mẻ kết hợp hoặc nồng độ tương ứng được thể hiện ở cột thứ ba của bảng dưới đây.

Vải không dệt thoi nóng chảy được sản xuất trên thiết bị MB-L 150 / 200 từ RAVOtec GmbH. Máy ép đùn dạng cấp là máy ép đùn trục vít đơn với đường kính vít 25mm, tỷ lệ chiều dài với đường kính 25 và có bốn vùng gia nhiệt. Trừ khi được mô tả khác, tốc độ quay vít là 50 vòng với mỗi phút. Nhiệt độ nóng chảy ở cuối máy ép đùn được ghi và được liệt kê làm nhiệt độ tham chiếu ở ví dụ dưới đây. Thiết bị thoi nóng chảy có vòi phun với 35 lỗ với mỗi inch vuông, mỗi lỗ có đường kính là 0,35 mm. Trừ khi được mô tả khác, thể tích không khí là 360 m<sup>3</sup>/giờ. Khoảng cách từ băng chuyển đến khuôn là 250 mm. Khuôn có chiều rộng là 200 mm. Định lượng của vải không dệt là 20 g/m<sup>2</sup>, trừ khi được mô tả khác.

Polyme được sử dụng cho thử nghiệm là polypropylen homopolyme với tốc độ dòng nóng chảy (MFR) là 25,0 g/10min (230°C, 2,16 kg) và tỷ trọng là 0,9 g/cm<sup>3</sup>. Nó là cấp được làm ổn định với 0,05% chất chống oxy hóa phenol, 0,1% phosphit và 0,025% khối lượng canxi stearat.

Tốc độ dòng nóng chảy được đo theo ISO 1133 (230°C, 2,16 kg). Phép đo được thực hiện trên vải không dệt mà được cắt thành mảnh nhỏ. Tốc độ dòng nóng chảy là tham số quyết định cho quy trình thoi nóng chảy. Cần tốc độ dòng nóng chảy đủ cao để có thể sản xuất vải không dệt chất lượng tốt.

Áp suất thủy tĩnh (cột nước) và khả năng thấm khí là thông số ứng dụng mà để xác định chất lượng của vải không dệt được sản xuất.

Áp suất thủy tĩnh đo áp suất cần thiết để tác dụng lực lên giọt nước thông qua vải được giữ căng. Nó là phép đo độ bền của vải không dệt với sự thẩm thấu của nước. Phép đo được thực hiện theo WSP (World Strategic Partner) 80.6 (2005). Thử nghiệm được thực hiện với đầu thử nghiệm là 100 cm<sup>2</sup> ở tốc độ tăng áp suất nước là 10 ± 0,5 cm H<sub>2</sub>O/min. Kết quả được nêu dưới dạng chiều cao cột nước hoặc áp suất thủy tĩnh, hoặc cột áp thủy tĩnh theo mm, khi giọt thứ ba nhô qua vải không dệt. Cột áp thủy tĩnh cao là

dấu hiệu của chất lượng tốt của vải không dệt vì nó có thể giữ dòng chất lỏng thông qua vải không dệt và do đó hoạt động dưới dạng bộ lọc hiệu quả.

Khả năng thấm khí được đo theo WSP (World Strategic Partner) 70.1 (2005). Sự chênh lệch áp suất là 200 Pa và kích cỡ mẫu 20 cm<sup>2</sup>. Kết quả được nêu theo l/m<sup>2</sup>/s, vì vậy nó xác định thể tích không khí chảy vuông góc thông qua phần không dệt của bề mặt là 1 m<sup>2</sup> với mỗi giây. Khả năng thấm quá cao là dấu hiệu của vải không dệt với phân bố đường kính sợi không đồng nhất, sao cho vị trí của vải không dệt được đóng gói với sợi trong khi các vị trí khác hở hơn nhiều. Kết quả là, vải không dệt với sợi không đồng nhất này có khả năng thấm cao, vì vùng sợi rời để chất lỏng dễ dàng chảy qua, và do đó chúng là bộ lọc không hiệu quả. Với lý do này, vải không dệt có khả năng thấm thấp thường được ưu tiên.

Trừ khi được mô tả khác, tỷ lệ phần trăm được nêu là theo % khối lượng.

Bảng 10 (xử lý ở 270°C)

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm) | Nồng độ trong nước cái [% khối lượng] | Áp suất thủy tĩnh ở giọt thứ 3 [mm] | Khả năng thấm khí ở 20cm <sup>2</sup> , 200Pa [l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở 230°C, 2,16 kg [g/10min] |
|-------|--------------------------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| E1    | 0,25% PER                                        | 5%                                    | 98                                  | 4546                                                                | 433                            |
| E2    | 0,4% PER                                         | 5%                                    | 107                                 | 4126                                                                | 521                            |
| E3    | 0,2% PER + 0,015% NOR1 + 0,005% BOO              | 5% resp. 1,1%                         | 280                                 | 2198                                                                | 803                            |

Kết quả ở bảng 10 thể hiện chất lượng vượt trội của vải không dệt chứa hỗn hợp của PER và NOR và BOO, về cột nước (cột áp thủy tĩnh), khả năng thấm khí hoặc tốc độ dòng nóng chảy. Hỗn hợp sản phẩm tạo ra đặc tính vượt trội hơn với PER được sử dụng một mình mặc dù PER được sử dụng ở nồng độ cao hơn nhiều. Ngay cả sử dụng nồng độ PER nhân đôi so với nồng độ PER của hỗn hợp bậc ba không cho phép để thu được đặc tính đạt được bằng hỗn hợp bậc ba.

Bảng 11 (xử lý ở 250°C)

| Ví dụ | Công thức (nồng độ trong polyme được thử nghiệm) | Chất tải trong nước cái [% khối lượng] | Áp suất thủy tĩnh ở giọt thứ 3 [mm] | Khả năng thấm khí ở 20cm <sup>2</sup> , 200Pa [l/m <sup>2</sup> /s] | MFR ở 230°C, 2,16 kg [g/10min] |
|-------|--------------------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| E4    | 0,25% PER                                        | 5%                                     | 122                                 | 3956                                                                | 470                            |
| E5    | 0,2% PER + 0,015% NOR1 + 0,005% BOO              | 5% resp. 1,1%                          | 363                                 | 1748                                                                | 828                            |

Kết quả ở bảng 11 thể hiện chất lượng vượt trội của vải không dệt, về cột nước (cột áp thủy tĩnh), khả năng thấm khí hoặc tốc độ dòng nóng chảy, thu được bằng hỗn hợp bậc ba của PER + NOR1 + BOO. Hỗn hợp này tạo ra đặc tính vượt trội hơn PER được sử dụng một mình, mặc dù PER được sử dụng ở 0,25%, nồng độ vượt trội với một trong hỗn hợp bậc ba (tương đương với 0,22%).

(F) Ví dụ ứng dụng F1 đến F7: Để xác định tốc độ dòng nóng chảy (MFR)

Sử dụng chất làm tăng cường (BOO) kết hợp với NOR1 và/hoặc peroxit

Nguyên liệu thô được sử dụng:

Polyme: Bột PP: HA10XT (MFR là 3,5 g/10 min) (230°C, 2,16 kg)

Sự ổn định bazo: 1000ppm pentaerythritol tetrakis[3-[3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl]propionat (Irganox 1010) + 500ppm Canxi Stearat DW

Peroxit: 2,5-Dimetyl-2,5-bis(tert.-butyl-peroxy) hexan (PER)

Chất phụ gia cracking giảm độ nhớt 1: NOR1

Chất phụ gia cracking giảm độ nhớt 2: 1-Octadecanthiol (ODT)

Quy trình thử nghiệm:

Điều chế hỗn hợp trong máy trộn tốc độ cao Mixaco Lab CM 12

(Mixaco Maschinenbau (D))

(bổ sung peroxit và Hydroxylamin este qua việc định liều trong dung dịch với Isopropanol)

Sản xuất hợp chất ở 240°C trong máy ép đùn vít đôi Collin 25/42D  
(dung dịch Collin Lab & Pilot GmbH (D))

Phép đo MFR ở 230°C với 2,16 kg trong Göttfert MI Robo  
(Göttfert Werkstoff Prüfmaschinen GmbH (D))

Bảng 12 (giá trị MFR [g/10 min] (230°C/2,16 kg) sau khi trộn

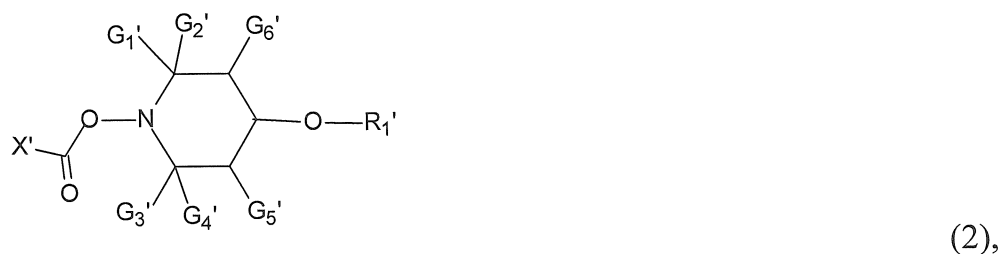
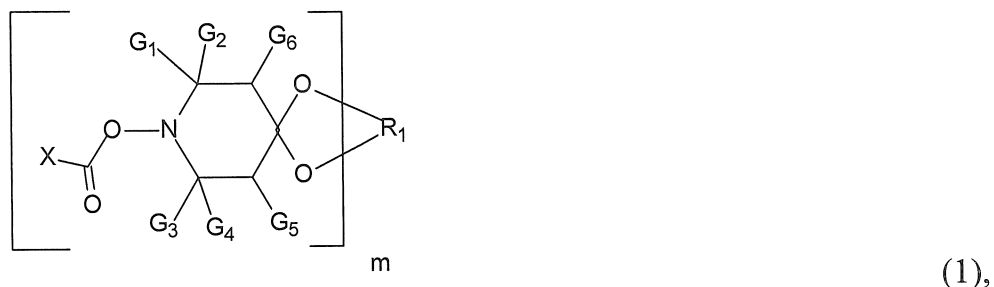
| Ex. |                                                                 | MFR (230° C/2,16 kg) - g/10min | Tổng nồng độ % | Delta MFR với tham chiếu (MFR 3,5) (230°C/2,16 kg) - g/10 min |
|-----|-----------------------------------------------------------------|--------------------------------|----------------|---------------------------------------------------------------|
| F1  | 0,003% BOO                                                      | 8,8                            | 0,003          | 5,3                                                           |
| F2  | 0,013% NOR1                                                     | 11,0                           | 0,013          | 7,5                                                           |
| F3  | 0,06% PER                                                       | 42,0                           | 0,06           | 38,5                                                          |
| F4  | BOO+NOR1+PER được đo<br>0,057% PER<br>0,003% BOO<br>0,013% NOR1 | 59,1                           | 0,073          | 55,6                                                          |
| F5  | Delta được tính toán<br>BOO+NOR1+PER                            |                                |                | 51,3                                                          |
|     |                                                                 |                                |                |                                                               |
| F6  | 0,06% PER<br>0,013% NOR1                                        | 49,2                           | 0,073          | 45,7                                                          |
| F7  | 0,08% PER                                                       | 58,2                           | 0,08           | 54,7                                                          |

Thử nghiệm dẫn đến bảng 12 thể hiện tốc độ dòng nóng chảy vượt trội của vải không dệt thu được bằng hỗn hợp ba thành phần của PER + NOR1 + BOO.

## YÊU CẦU BẢO HỘ

## 1. Chế phẩm chứa

(a) hợp chất có công thức (1) hoặc (2)



trong đó

mỗi  $G_1$ ,  $G_2$ ,  $G_3$  và  $G_4$  độc lập là  $C_1$ - $C_4$ alkyl khác, hoặc  $G_1$  và  $G_2$  cùng nhau hoặc  $G_3$  và  $G_4$  cùng nhau là pentametylen;

mỗi  $G_1'$ ,  $G_2'$ ,  $G_3'$  và  $G_4'$  độc lập là  $C_1$ - $C_4$ alkyl khác, hoặc  $G_1'$  và  $G_2'$  cùng nhau hoặc  $G_3'$  và  $G_4'$  cùng nhau là pentametylen;

mỗi  $G_5$ ,  $G_6$ ,  $G_5'$  và  $G_6'$  độc lập là hydro khác hoặc  $C_1$ - $C_4$ alkyl; và

mỗi  $X$  và  $X'$  độc lập là hydro khác,  $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $C_2$ - $C_{18}$ alkenyl,  $-O$ - $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $-NH$ - $C_1$ - $C_{18}$ alkyl,  $-N(C_1-C_6alkyl)_2$ , phenyl, phenoxy hoặc  $-NH$ -phenyl,

$m$  là 1 hoặc 2, và

khi  $m$  là 1,  $R_1$  là  $C_2$ - $C_8$ alkylen hoặc  $C_2$ - $C_8$ hydroxyalkylen hoặc  $C_4$ - $C_{36}$ acyloxyalkylen, hoặc,

khi  $m$  là 2,  $R_1$  là  $(-CH_2)_2C(CH_2-)_2$ , và

$R_1'$  là hydro,  $C_1$ - $C_8$ alkyl,  $C_1$ - $C_8$ hydroxyalkyl hoặc nhóm có công thức  $-(C=O)-C_1-C_{40}$ alkyl, hoặc

$-O-R_1'$  cùng với nhóm  $-CH-$  liên kết chúng là nhóm  $-(C=O)-$ ,

(b) hợp chất có công thức (3)



trong đó

A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, trong đó (các) gốc -S-R được đưa vào bằng phản ứng với nhóm isoxyanat,

R là C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>alkyl mà tùy ý được thế và/hoặc được ngắt quãng, và

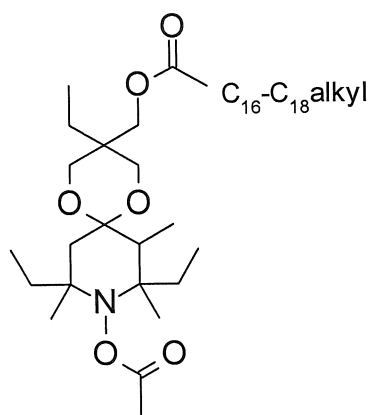
n bằng hoặc lớn hơn 1, và

(c) chất nền polyme.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần (a) là hợp chất có công thức (1).

3. Chế phẩm theo điểm 2, trong đó thành phần (a) là hợp chất có công thức (1), n là 1 và R<sub>1</sub> là C<sub>4</sub>-C<sub>36</sub>acyloxyalkylen.

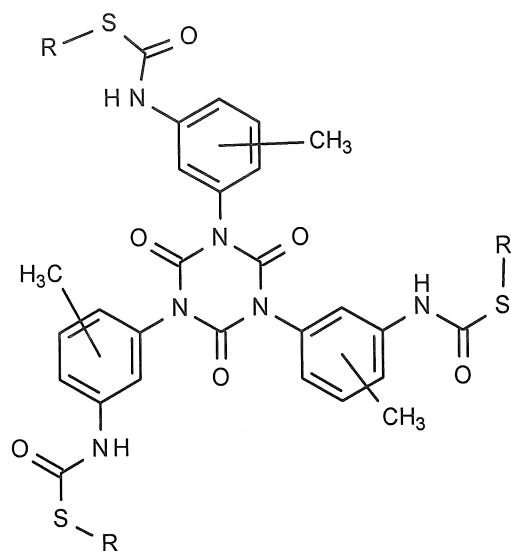
4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó thành phần (a) là hợp chất có công thức (5)



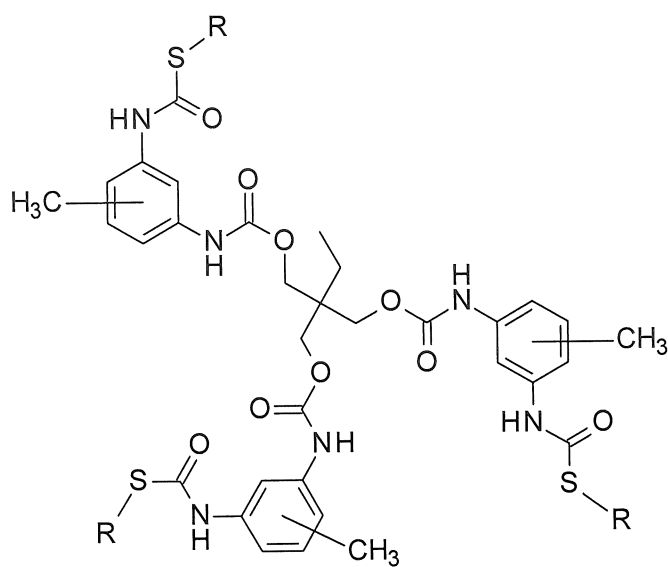
(5).

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là xyclohexyl diisoxyanat, metylenbis(xyclohexyl) diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, phenyl diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat hoặc naphthyl diisoxyanat mỗi hợp chất không được thế hoặc được thế bằng C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>alkyl hoặc di(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>alkyl)amino, hoặc là C<sub>4</sub>-C<sub>20</sub>alkyl diisoxyanat, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là phenyl diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat hoặc naphtyl diisoxyanat mỗi hợp chất không được thế hoặc được thế bằng C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>alkyl hoặc di(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>alkyl)amino, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.
7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó A được dựa trên isoxyanat hữu cơ, là phenyl diisoxyanat mà không được thế hoặc được thế bằng C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>alkyl, hoặc sản phẩm oligome hoặc polyme thu được bằng phản ứng của diisoxyanat ở trên với chính chúng và/hoặc với polyol.
8. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7, trong đó polyol là C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>alkanol chứa hai hoặc nhiều nhóm hydroxy, hoặc poly-C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>alkylen glycol.
9. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó R là C<sub>2</sub>-C<sub>40</sub>alkyl mà không được ngắt quãng hoặc được ngắt quãng bằng -O-, -NH-, -S- và/hoặc nhóm cacbonyl.
10. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó R là C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>alkyl mà không được ngắt quãng hoặc được ngắt quãng bằng -O- và/hoặc nhóm cacbonyl.
11. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chất nền polyme là polyme dẻo nhiệt, tốt hơn là polyolefin.
12. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó chất nền polyme là polyolefin được chọn từ nhóm gồm polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng, polyetylen tỷ trọng thấp, polyetylen tỷ trọng trung bình, polyetylen tỷ trọng cao, polyetylen copolyme và polypropylen homopolyme và polypropylen copolyme.
13. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12 còn chứa ít nhất một peroxit.
14. Sợi chứa chế phẩm như được định nghĩa ở điểm 1.
15. Vải không dệt được điều chế bằng cách sử dụng sợi theo điểm 14.
16. Chế phẩm chứa hợp chất có công thức (1) hoặc (2) cùng với hợp chất có công thức (3), mỗi hợp chất như được định nghĩa ở điểm 1.
17. Hợp chất có công thức



(13), hoặc



(14)

trong đó R như được định nghĩa ở điểm 1.