



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

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

(11) 
1-0020971

(51)⁷ **C08K 5/101, C08L 23/10, 23/16, C08F**
2/00, 210/00, C08L 23/00

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|---|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2011-00745 | (22) | 23.02.2009 | | |
| (86) | PCT/US2009/034881 | 23.02.2009 | (87) | WO2010/082943 | 22.07.2010 |
| (30) | PCT/US2008/0073882 | 21.08.2008 | US | | |
| | 12/390,897 | 23.02.2009 | US | | |
| (45) | 27.05.2019 | 374 | (43) | 27.06.2011 | 279 |
| (73) | W. R. GRACE & CO.-CONN. (US)
7500 Grace Drive, Columbia, Maryland 21044 U.S.A. | | | | |
| (72) | CHEN, Linfeng (US), GOAD, Jeffrey, D. (US), SHEARD, William, G. (US) | | | | |
| (74) | Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW) | | | | |
-

(54) **COPOLYME PROPYLEN CHỊU VA ĐẬP DÒNG NÓNG CHẢY CAO VÀ QUY TRÌNH POLYME HOÁ ĐỂ SẢN XUẤT COPOLYME NÀY**

(57) Sáng chế đề xuất quy trình polyme hóa để sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao. Quy trình bao gồm việc cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 100g/10 phút tiếp xúc với một hoặc nhiều olefin trong lò phản ứng polyme hóa để tạo thành copolyme propylen chịu va đập với tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 60g/10 phút. Quá trình sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao có thể xảy ra trong một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa, bằng cách sử dụng nồng độ hydro chuẩn, và không có quá trình giảm nhớt.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao và quy trình polyme hóa để sản xuất copolyme này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhu cầu về copolyme chịu va đập với dòng nóng chảy cao tiếp tục gia tăng vì nhu cầu polyme cấu trúc phức tạp tiếp tục gia tăng. Copolyme chịu va đập từ propylen là copolyme được tạo ra bằng cách polyme hóa, và chẳng hạn không bao gồm quá trình giảm nhớt. Rất khó để tạo ra copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao trực tiếp từ quá trình polyme hóa. Các chất xúc tác polyme hóa thông thường đòi hỏi sử dụng nồng độ hydro cao hơn dòng nóng chảy của copolyme propylen chịu va đập cuối. Trong nhiều trường hợp, việc đưa nồng độ hydro cao vào không thể áp dụng được do giới hạn vận hành lò phản ứng, các vấn đề an toàn, và/hoặc xét đến lý do kinh tế.

Mong muốn tìm ra quy trình polyme hóa để sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao. Được mong muốn hơn nữa là có được quy trình sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao với độ bền va đập cao. Điều được mong muốn nữa là quy trình sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao có độ bền va đập cao mà giảm nguy cơ hoặc không có nguy cơ bị gãy vỡ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình polyme hóa sản xuất copolyme propylen chịu va đập với tốc độ dòng nóng chảy cao. Copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao cũng có thể có độ bền va đập cao. Các quy trình theo sáng chế là quy trình trong lò phản ứng và không bao gồm quy trình giảm nhớt.

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình polyme hóa. Quy trình polyme hóa theo sáng chế bao gồm quá trình polyme hóa pha khí, hoặc quá trình tạo thành bằng cách polyme hóa pha khí, polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất. Polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng chảy lớn hơn khoảng 100g/10 phút được đo theo ASTM D1238-01 (230°C, 2,16 kg). Quy trình này bao gồm việc đưa polyme trên cơ sở propylen hoạt tính vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai. Trong lò phản ứng thứ hai, polyme trên cơ sở propylen này được tiếp xúc với ít nhất một olefin trong điều kiện polyme hóa. Quy trình này còn bao gồm việc tạo

thành copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 60g/phút.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc duy trì H_2/C_3 nhỏ hơn 0,3 trong một hoặc cả hai lò phản ứng.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất bay hơi nhỏ hơn khoảng 65 $\mu\text{g/g}$. Hàm lượng chất bay hơi được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

Sáng chế đề xuất quy trình khác. Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình polyme hóa mà bao gồm việc cho ít nhất một olefin tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng polyme hóa dưới điều kiện polyme hóa. Polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 100g/10 phút. Quy trình còn bao gồm việc tạo ra copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 85g/10 phút.

Theo một phương án, lò phản ứng polyme hóa này là lò phản ứng polyme hóa pha khí.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,20 trong lò phản ứng.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$.

Sáng chế đề xuất chế phẩm. Theo một phương án, sáng chế đề xuất copolyme propylen chịu va đập bao gồm polyme trên cơ sở propylen có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 100g/10 phút và copolyme propylen/etylen được phân tán trong polyme trên cơ sở propylen. Copolyme propylen chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng và giá trị E_c nằm trong khoảng 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng. Copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 60g/10 phút.

Một ưu điểm của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất cải tiến copolyme propylen chịu va đập và đặc biệt là sản xuất copolyme propylen chịu va đập dòng nóng chảy cao.

Một ưu điểm của sáng chế là đề xuất copolyme propylen chịu va đập được cải tiến.

Một ưu điểm của copolyme theo sáng chế là tạo ra copolyme propylen chịu va đập có dòng nóng chảy cao chưa crackinh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án, sáng chế đề xuất quy trình polyme hóa. Quy trình polyme hóa bao gồm việc polyme hóa pha khí (hoặc quá trình tạo thành bằng cách polyme hóa pha khí) polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy (MFR) lớn hơn khoảng 100g/10 phút. MFR được đo theo phương pháp ASTM D 1238-01 (230°C, 2,16 kg). Tạo thành Polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất trong điều kiện polyme hóa (tức là polyme hóa pha khí). Quy trình này còn bao gồm việc đưa polyme trên cơ sở propylen hoạt tính vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai trong đó polyme trên cơ sở propylen hoạt tính được cho tiếp xúc với ít nhất một olefin không phải là propylen trong điều kiện polyme hóa. Quy trình còn bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 60g/10 phút.

Như được sử dụng ở bản mô tả này, “polyme hoạt tính” là polyme chứa một lượng chất xúc tác hoạt tính (thường được đưa vào trong đó) mà có khả năng polyme hóa khí tiếp xúc với olefin trong điều kiện polyme hóa. Theo một phương án, chất xúc tác hoạt tính được đưa vào polyme trên cơ sở propylen hoạt tính là chế phẩm xúc tác tự giới hạn mà bao gồm chế phẩm tiền xúc tác, chất đồng xúc tác, chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED). Chất M-EED bao gồm tác nhân kiểm soát chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát chọn lọc thứ hai (SCA2) và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA). Cần hiểu rằng M-EED có thể bao gồm ba hoặc nhiều hơn SCA và/hoặc hai hoặc nhiều hơn ALA.

Chế phẩm chất tiền xúc tác trong chế phẩm xúc tác này có thể là chế phẩm tiền xúc tác Ziegler-Natta. Có thể sử dụng chất tiền xúc tác Ziegler-Natta trong chế phẩm xúc tác này. Theo một phương án, chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta này chứa hợp chất kim loại chuyển tiếp và hợp chất kim loại nhóm 2. Hợp chất kim loại chuyển tiếp có thể là phức chất rắn thu được từ hợp chất kim loại chuyển tiếp, ví dụ, hydrocarbyloxit, hydrocarbyl, halogenua của titan, zirconi, crom hoặc vanadi, hoặc hỗn hợp của chúng.

Hợp chất kim loại chuyển tiếp có công thức chung TrX_x , trong đó Tr là kim loại chuyển tiếp, X là halogen hoặc C_{1-10} hydrocarboxyl hoặc hydrocarbyl, và x là số của các nhóm X như vậy trong hợp chất này kết hợp với hợp chất kim loại nhóm 2. Tr có

thể là nhóm 4, 5 hoặc 6. Theo một phương án, Tr là kim loại nhóm 4, chẳng hạn như titan. X có thể là clorua, bromua, C_{1-4} alcoxit hoặc phenoxit, hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một phương án. X là clorua.

Các ví dụ không giới hạn về các hợp chất kim loại chuyển tiếp thích hợp mà có thể được sử dụng để tạo ra chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta là $TiCl_4$, $ZrCl_4$, $HfCl_4$, $TiBr_4$, $TiCl_3$, $Ti(OC_2H_5)_3Cl$, $Zr(OC_2H_5)_3Cl$, $Ti(OC_2H_5)_3Br$, $Ti(OC_3H_7)_2Cl_2$, $Ti(OC_6H_5)_2Cl_2$, $Zr(OC_2H_5)_2Cl_2$, và $Ti(OC_2H_5)Cl_3$. Cũng có thể sử dụng các hỗn hợp của hợp chất chuyển tiếp kim loại này. Không có giới hạn về số lượng các hợp chất kim loại chuyển tiếp được đưa vào miễn là có mặt ít nhất một hợp chất kim loại chuyển tiếp. Theo một phương án, hợp chất kim loại chuyển tiếp này là hợp chất titan.

Các ví dụ không giới hạn về các hợp chất kim loại nhóm 2 thích hợp bao gồm magie halogenua, dialkoxymagie, alcoxymagie halogenua, magie oxyhalogenua, dialkylmagie, magie oxit, magie hydroxit, cacboxylat của magie. Theo một phương án, hợp chất kim loại nhóm 2 là magie diclorua.

Theo một phương án, chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta là hỗn hợp của các gốc titan được hỗ trợ hoặc theo cách khác thu được từ các hợp chất magie. Các hợp chất magie thích hợp bao gồm magie clorua khan, sản phẩm cộng magie clorua, magie dialkoxxit hoặc aryloxit. Theo một phương án, hợp chất magie này là magie di(C_{1-4})alkoxit, chẳng hạn như dietoxymagie.

Các ví dụ không giới hạn về các gốc titan thích hợp bao gồm titan alkoxit, titan aryloxit, và/hoặc titan halogenua. Các hợp chất được dùng để điều chế chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta bao gồm một hoặc nhiều magie-di(C_{1-4})alkoxit, magie dihalogenua, magie alkoxyhalogenua, hoặc các hỗn hợp của chúng và một hoặc nhiều titan(C_{1-4})alkoxit, titan tetrahalogenua, titan(C_{1-4})alkoxyhalogenua, hoặc các hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm tiền chất có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta như đã biết rộng rãi trong lĩnh vực kỹ thuật này. có thể được điều chế chế phẩm tiền chất bằng cách clo hóa của các hợp chất magie hỗn hợp nêu trên, các hợp chất titan, hoặc các hỗn hợp của chúng, và có thể liên quan đến việc sử dụng một hoặc nhiều hợp chất, được gọi là “tác nhân cắt xén”, trợ giúp cho quá trình tạo thành hoặc hòa tan chế phẩm cụ thể thông qua phản ứng trao đổi pha rắn/rắn. Các ví dụ

không giới hạn về các tác nhân cắt xén thích hợp bao gồm trialkylborat, cụ thể là triethylborat, các hợp chất phenolic, cụ thể là cresol, và silan.

Theo một phương án, chế phẩm tiền chất là hợp chất magie/titan hỗn hợp có công thức $Mg_dTi(OR_e)_fX_g$ trong đó R_e là gốc hydricacbon béo hoặc thơm có 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc COR' trong đó R' là gốc hydrocarbon béo hoặc thơm có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi nhóm OR_3 là giống hoặc khác nhau; X độc lập là clo, brom hoặc iot; d là 0,5 đến 56, hoặc 2 đến 4; hoặc 3; f là 2 đến 116, hoặc 5 đến 15; và g là 0,5 đến 116, hoặc 1 đến 3, hoặc 2. Có thể điều chế tiền chất bằng cách kết tủa có kiểm soát thông qua việc loại bỏ rượu ra khỏi hỗn hợp phản ứng được sử dụng trong chế phẩm của nó. Theo một phương án, môi trường phản ứng chứa hỗn hợp của chất lỏng thơm, đặc biệt là hợp chất thơm được clo hóa, chẳng hạn như clobenzen, với alkanol, đặc biệt là etanol, và tác nhân clo hóa vô cơ. Các tác nhân clo hóa vô cơ thích hợp bao gồm các dẫn xuất clo của silic, nhôm và titan, chẳng hạn như titan tetraclorea hoặc titan triclorea, đặc biệt là titan tetraclorea. Tác nhân clo hóa dẫn đến hiện tượng clo hóa một phần tạo ra tiền chất chứa lượng tương đối cao thành phần alkoxy. Việc loại bỏ alkanol ra khỏi dung dịch được sử dụng trong quá trình clo hóa, gây ra sự kết tủa tiền chất rắn có hình thái và diện tích bề mặt mong muốn. Tiền chất này được tách ra khỏi môi trường phản ứng. Ngoài ra, tiền chất thu được là hạt đồng nhất đặc biệt có cỡ hạt và chống lại sự gãy vỡ hạt cũng như sự giảm chất lượng của chất tiền xúc tác tạo ra. Theo một phương án, chế phẩm tiền chất là $Mg_3Ti(OEt)_8Cl_2$.

Tiếp theo, tiền chất được chuyển hóa thành chất tiền xúc tác dạng rắn bằng cách phản ứng tiếp (halogen hóa) với hợp chất halogenua vô cơ, tốt hơn là hợp chất titan halogenua, và kết hợp với chất cho điện tử nội tại. Nếu như chưa được kết hợp vào tiền chất này với một lượng đủ, có thể bổ sung chất cho điện tử nội tại một cách riêng biệt trước, trong khi, hoặc sau khi halogen hóa. Quá trình này được lặp lại một hoặc nhiều lần, tùy ý với sự có mặt của các chất phụ gia hoặc chất phụ trợ bổ sung, và sản phẩm rắn cuối cùng được rửa bằng dung môi béo. Phương pháp bất kỳ để tạo ra, thu hồi và bảo quản chất tiền xúc tác là thích hợp để sử dụng theo sáng chế.

Một phương pháp thích hợp cho halogen hóa tiền chất là cho tiền chất phản ứng ở nhiệt độ cao với titan halogenua hóa trị bốn, tùy ý với sự có mặt của chất pha loãng hydrocacbon hoặc halohydrocacbon. Titan halogenua hóa trị bốn được ưu tiên là titan tetraclorea. Tốt hơn là, dung môi hydrocacbon hoặc halohydrocacbon tùy ý được sử

dụng trong sản phẩm của chất tiền xúc tác polyme hóa olefin kể cả chứa lên đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc kể cả lên đến 9 nguyên tử cacbon. Các hydrocacbon làm ví dụ bao gồm pentan, octan, benzen, toluene, xylen, alkylbenzen, và decahydronaphtalen. Các halohydrocacbon béo làm ví dụ bao gồm metylen clorua, metylen bromua, cloform, cacbon tetraclorea, 1,2-đibromoetan, 1,1,2-tricloetan, tricloxyclohexan, đicloflometan và tetraclooctan. Các halohydrocacbon thơm làm ví dụ bao gồm clobenzen, bromobenzen, điclobenzen, và clotoluen. Halohydrocacbon béo có thể là hợp chất chứa ít nhất hai nhóm thế clorua chẳng hạn như cacbon tetraclorea hoặc 1,1,2-tricloetan. Halohydrocacbon thơm có thể là clobenzen hoặc o-clobenzen.

Quá trình halogen hóa có thể được lặp lại một hoặc nhiều lần, tùy ý đi kèm theo quá trình rửa bằng chất lỏng trơ chẳng hạn như hydrocacbon hoặc halohydrocacbon béo hoặc thơm giữa các quá trình halogen hóa và sau khi halogen hóa. Ngoài ra, tùy ý có thể được sử dụng một hoặc nhiều quá trình chiết bằng cách cho tiếp xúc với chất pha loãng lỏng trơ, đặc biệt là hydrocacbon béo hoặc thơm, hoặc halohydrocacbon béo hoặc thơm, đặc biệt là ở nhiệt độ cao hơn 100°C, hoặc cao hơn 110°C để loại bỏ các nhóm không bền, đặc biệt là $TiCl_4$.

Theo một phương án, chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta dùng trong sáng chế bao gồm hợp phần chất xúc tác rắn thu được bằng cách (i) tạo huyền phù dialkoxymagie trong hydrocacbon hoặc halohydrocacbon thơm là chất lỏng ở nhiệt độ thường, (ii) cho dialkoxymagie tiếp xúc với titan halogenua và tiếp theo (iii) cho chế phẩm thu được tiếp xúc lần thứ hai với titan halogenua, cho dialkoxymagie tiếp xúc với dieste của axit dicarboxylic thơm ở một số thời điểm trong quá trình xử lý bằng titan halogenua ở bước (ii).

Theo một phương án, chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta bao gồm hợp phần chất xúc tác rắn thu được bằng cách (i) tạo huyền phù chất liệu tiền chất có công thức $Mg_xTi(OR_e)_fX_g$ (như được mô tả ở trên) trong hydrocacbon hoặc halohydrocacbon là chất lỏng ở nhiệt độ thường, (ii) cho tiền chất tiếp xúc với titan halogenua và tiếp theo (iii) cho chế phẩm thu được tiếp xúc lần thứ hai với titan halogenua, và cho tiền chất tiếp xúc với dieste của axit dicarboxylic thơm ở một số thời điểm trong quá trình xử lý bằng titan halogenua ở bước (ii).

Chế phẩm chất tiền xúc tác bao gồm chất cho điện tử nội tại. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “chất cho điện tử nội tại” là hợp chất được cho vào hoặc theo cách

khác được tạo thành trong khi tạo thành chế phẩm chất tiền xúc tác mà trao cặp điện tử cho một hoặc nhiều kim loại có mặt trong chế phẩm chất tiền xúc tác tạo ra. Không bị ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết cụ thể nào, cho rằng chất cho điện tử nội tại trợ giúp cho quá trình điều chỉnh tạo thành các vị trí hoạt tính, nhờ đó tăng cường tính chọn lọc của chất xúc tác.

Theo một phương án, chất cho điện tử nội tại là hợp chất hai rang. “Hợp chất hai rang” được sử dụng trong bản mô tả này, là hợp chất chứa ít nhất hai nhóm chức chứa oxy, các nhóm chức chứa oxy này được tách riêng bằng ít nhất một chuỗi C₂-C₁₀ hydrocarbon bão hòa mà có thể tùy ý chứa một hoặc nhiều nguyên tử khác loại. Hợp chất hai rang có thể là phtalat, diete, succinat, phenylen dibenzoat, maleat, malonat, glutarat, dialkoxibenzen, bis(alkoxyalkyl), diol este, ketoeste, alkoxyalkyl este, bis(alkoxyalkyl fluoren, và hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, chất cho điện tử nội tại này là diisobutyl phtalat và/hoặc di-n-butyl phtalat.

Theo một phương án, chất cho điện tử nội tại này là 9,9-bis(metoxymetyl)-9H-fluoren.

Theo một phương án, chất cho điện tử nội tại là phenylen dibenzoat.

Chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta cũng có thể bao gồm chất mang trợ. Chất mang trợ này có thể là chất rắn trợ không ảnh hưởng gây hại đến hoạt động xúc tác của hợp chất kim loại chuyển tiếp. Ví dụ bao gồm các oxit kim loại, chẳng hạn như alumin, oxit á kim, chẳng hạn như silic đioxit.

Chế phẩm xúc tác này bao gồm chất đồng xúc tác. Chất đồng xúc tác để dùng với chế phẩm chất tiền xúc tác có thể là chế phẩm chứa nhôm. Các ví dụ không giới hạn về các chế phẩm chứa nhôm thích hợp bao gồm các hợp chất nhôm hữu cơ, chẳng hạn như trialkyl nhôm, dialkyl nhôm hydrua, alkyl nhôm dihydrua, dialkyl nhôm halogenua-, alkyl nhôm halogenua-, dialkyl nhôm alkoxit và alkyl nhôm dialkoxit có 1 đến 10, hoặc 1 đến 6 nguyên tử cacbon trong mỗi nhóm alkyl- hoặc alkoxit-. Theo một phương án, chất đồng xúc tác là hợp chất C₁₋₄ trialkyl nhôm, chẳng hạn như trietyl nhôm (TEA hoặc TEA1). Tỷ lệ mol của nhôm với titan là 10-200:1, hoặc 35-50:1. Theo một phương án, tỷ lệ mol của nhôm so với titan lên đến 45:1.

Chế phẩm xúc tác theo sáng chế bao gồm chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED) mà bao gồm tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm

soát độ chọn lọc thứ hai (SA2), và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA). Như được sử dụng ở bản mô tả này, “Chất cho điện tử bên ngoài” (hoặc “EED”) là hợp chất được cho vào độc lập với sự tạo thành chất tiền xúc tác chứa ít nhất một nhóm chức có khả năng chuyển cho nguyên tử kim loại cặp điện tử. Không bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể nào, cho rằng việc đưa vào của một hoặc nhiều chất cho điện tử bên ngoài trong chế phẩm xúc tác ảnh hưởng đến các đặc tính tiếp theo của polyme tạo thành: mức độ thực hiện (tức là chất liệu hòa tan xylen), trọng lượng phân tử (tức là dòng nóng chảy), phân bố trọng lượng phân tử (MWD), nhiệt độ nóng chảy, và/hoặc mức độ oligome.

Các ví dụ không giới hạn của các hợp chất thích hợp làm SCA bao gồm các hợp chất silic, chẳng hạn như alkoxysilan; các ete và polyete, chẳng hạn như alkyl-, xycloalkyl-, aryl-, alkyl/aryl- hỗn hợp, alkyl/xycloalkyl hỗn hợp, và/hoặc các polyete và/hoặc xycloalkyl/aryl-este hỗn hợp; este và polyester, đặc biệt là các este alkyl, xycloalkyl- và/hoặc aryl- của axit monocarboxylic hoặc axit dicarboxylic, chẳng hạn như các axit monocarboxylic hoặc dicarboxylic thơm; ete alkyl hoặc xycloalkyl hoặc các dẫn xuất thioete của este hoặc polyester này, chẳng hạn như các dẫn xuất alkyl et của alkyl este hoặc dieste của các axit monocarboxylic hoặc dicarboxylic thơm; và các dẫn xuất được thế bằng nguyên tử khác loại nhóm 15 hoặc 16 của tất cả các chất nêu trên; và các hợp chất amin, chẳng hạn như các amin mạch vòng, béo hoặc thơm, cụ thể hơn là các hợp chất pyrol hoặc pyridin; tất cả các hợp chất SCA nêu trên có tổng số từ 2 đến 60 nguyên tử cacbon và từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon trong nhóm alkyl hoặc alkylen bất kỳ, 3 đến 20 nguyên tử cacbon trong nhóm xycloalkyl hoặc xycloalkylen bất kỳ, và 6 đến 20 nguyên tử cacbon trong nhóm aryl hoặc arylen bất kỳ.

Theo một phương án, SCA1 và/hoặc SCA2 là chế phẩm silan có công thức chung (I):



(I)

Trong đó R mỗi lần xuất hiện độc lập là hydro hoặc nhóm hydrocarbyl hoặc nhóm amino, tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa một hoặc nhiều nguyên tử khác loại thuộc nhóm 14, 15, 16 hoặc 17. R chứa lên đến 20 nguyên tử không tính nguyên tử hydro và halogen, R' là nhóm C₁₋₂₀ alkyl, và m là 0, 1, hoặc 2. Theo một phương án, R là C₆₋₁₂ aryl, alkyl hoặc aralkyl, C₃₋₁₂ alkyl mạch nhánh, hoặc

C₃₋₁₂ nhóm amino mạch vòng, R' là C₁₋₄ alkyl, và m là 1 hoặc 2.

Theo một phương án, SCA1 là dimetoxysilan. Dimetoxysilan này có thể chứa ít nhất một nhóm alkyl bậc hai và/hoặc nhóm amino bậc hai liên kết trực tiếp với nguyên tử silic. Ví dụ không giới hạn về dimetoxysilan thích hợp bao gồm dioxyclopentylđimetoxysilan, methylxyclohexylđimetoxysilan, diisopropylđimetoxysilan, isopropylisobutylđimetoxysilan, diisobutylđimetoxysilan, t-butylisopropylđimetoxysilan, xyclopentylpyrrolidinđimetoxysilan, bis(pyrrolidino)đimetoxysilan, bis(perhydroisoquinolino)đimetoxysilan, và kết hợp bất kỳ nêu trên.

Theo một phương án SCA 1 là chế phẩm tăng cường độ cứng. “Chế phẩm tăng cường độ cứng” như được sử dụng ở bản mô tả này, là chế phẩm, ngoài việc dùng để vận hành theo các điều kiện quy trình theo sáng chế, làm gia tăng hoặc theo cách khác làm tăng cường độ cứng của polyme thu được trong điều kiện polyme hóa được quan tâm. Các ví dụ không giới hạn về các chế phẩm tăng cường độ cứng thích hợp bao gồm dimetoxysilan bất kỳ được bộc lộ ở trên.

Theo một phương án, SCA1 là dioxyclopentylđimetoxysilan.

Theo một phương án, SCA2 là hợp chất silic được chọn từ dietoxysilan, trietoxysilan, tetraetoxysilan, trimetoxysilan, dimetoxysilan chứa hai nhóm alkyl mạch thẳng, dimetoxysilan chứa hai nhóm alkenyl, diete, dialkoxybenzen, và hỗn hợp bất kỳ của chúng.

Các ví dụ không giới hạn về các hợp chất silic thích hợp làm SCA2 bao gồm dimetylđimetoxysilan, vinylmetylđimetoxysilan, n-octylmetylđimetoxysilan, n-octadexylmetylđimetoxysilan, metylđimetoxysilan, 3-clopropylmetylđimetoxysilan, 2-cloethylmetylđimetoxysilan, allylđimetoxysilan, (3,3,3-triflopropyl)metylđimetoxysilan, n-propylmetylđimetoxysilan, clometylđimetoxysilan, di-n-octylđimetoxysilan, vinyl(clometyl)đimetoxysilan, methylxyclohexylđietoxysilan, vinylmetylđietoxysila, 1-(triethoxysilyl)-2-(diethoxymethylsilyl)etan, n-octylmetylđietoxysilan, octaetoxy-1,3,5-trisilapentan, n-octadexylmetylđietoxysilan, metacryloxypropylmetylđietoxysilan, 2-hydroxy-4-(3-metylđietoxysilylpropoxy)diphenylketon, (3-glyxitoxypetyl)metylđietoxysilan, dodexylmethylđietoxysilan, dimetylđietoxysilan, dietylđietoxysilan, 1,1-dietoxy-1-silaxyclopent-3-en, clometylđietoxysilan, bis(metylđietoxysilylpropyl)amin, 3-

aminopropylmetyldietoxysilan,

(metacryloxymetyl)metyldietoxysilan, 1,2-bis(metyldietoxysilyl)etan, và diisobutyldietoxysilan, vinyltrimetoxysilan, vinyltrietoxysilan, benzyltrietoxysilan, butenyltrietoxysilan, (trietoxysilyl)xyclohexan, O-(vinylxybutyl)-N-trietoxysilylpropylcarbamát, 10-undecenyltrimetoxysilan, n-(3-trietoxysilylpropyl)pyrrol, N-[5-(trimetoxysilyl)-2-aza-1-oxopentyl]caprolactam, (3,3,3-triflopropyl)trimetoxysilane, triethoxysilylundecanal ethylene glycol acetal, (S)-N-trietoxysilylpropyl-O-mentocarbamat, triethoxysilylpropylethylcarbamát, N-(3-trietoxysilylpropyl)-4,5-dihydroimidazol, (3-trietoxysilylpropyl)-t-butylcarbamát, styrylethyltrimetoxysilan, 2-(4-pyridylethyl)trietoxysilan, n-propyltrimetoxysilan, n-propyltrietoxysilan, (S)-N-1-phenylethyl-N'-trietoxysilylpropylurea, (R)-N-1-phenylethyl-N'-trietoxysilylpropylurea, N-phenylaminopropyltrimetoxysilan, N-phenylaminomethyltrietoxysilan, phenethyltrimetoxysilan, pentyltrietoxysilan, n-octyltrimetoxysilan, n-octyltrietoxysilan, 7-octenyltrimetoxysilan, S-(octanoyl)mercaptopropyltrietoxysilan, n-octadecyltrimetoxysilan, n-octadecyltrietoxysilan, methyltrimetoxysilan, methyltrietoxysilan, N-methylaminopropyltrimetoxysilan, 3-methoxypropyltrimetoxysilan, metacryloxypropyltrimetoxysilan, metacryloxypropyltrietoxysilan, metacryloxymethyltrimetoxysilan, metacryloxymethyltrietoxysilan, và O-(metacryloxyethyl)-N-(trietoxysilylpropyl)carbamát, tetrametoxysilan và/hoặc tetraetoxysilan.

Theo một phương án, SCA2 có thể là methylxyclohexyldietoxysilan, diisobutyldietoxysilan, n-propyltrietoxysilan, tetraetoxysilan, di-n-butyl-dietoxysilan, benzyltrietoxysilane, but-3-enyltrietoxysilan, 1-(trietoxysilyl)-2-penten, (trietoxysilyl)xyclohexan, và kết hợp bất kỳ của các chất nêu trên.

Theo một phương án, SCA2 này được chọn từ dimetoxysilan chứa hai nhóm alkyl mạch thẳng, dimetoxysilan chứa hai nhóm alkenyl hoặc hydro, trong đó một hoặc nhiều nguyên tử hydro có thể được thế bằng halogen, và kết hợp bất kỳ của chúng.

Theo một phương án, SCA2 có thể là diete, đime của diete, dialkoxy benzen, đime của dialkoxybenzen, dialkoxybenzen được liên kết bằng nhóm hydrocacbon mạch thẳng, và kết hợp bất kỳ của chúng. Cần lưu ý rằng các diete cho ALA được nêu

ra sau đây cũng được dùng tương đương như là các ví dụ không giới hạn cho diete SCA2.

Theo một phương án, SCA2 là chế phẩm tăng cường dòng nóng chảy. “Chế phẩm tăng cường nóng chảy” như được sử dụng ở bản mô tả này, là chế phẩm mà, ngoài việc dùng để vận hành theo các điều kiện quy trình của sáng chế, làm gia tăng tốc độ dòng nóng chảy của polyme tạo ra trong điều kiện polyme hóa quan tâm. Chế phẩm tăng cường dòng nóng chảy có thể là chế phẩm silan bất kỳ thích hợp làm SCA2 như được bộc lộ trên đây, diete, alkoxybenzen, este, keton, amit, và/hoặc amin.

M-EED bao gồm tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA). “Tác nhân giới hạn hoạt tính”, như được sử dụng ở bản mô tả này là chất liệu làm giảm hoạt tính xúc tác ở nhiệt độ cao, cụ thể là trong lò phản ứng polyme hóa ở điều kiện polyme hóa ở nhiệt độ lớn hơn 100°C. Việc đưa ALA vào tạo ra chế phẩm xúc tác tự giới hạn hoạt tính. Như được sử dụng ở bản mô tả này, chế phẩm xúc tác “tự giới hạn hoạt tính” là chế phẩm xúc tác có hoạt tính giảm đi ở nhiệt độ lớn hơn khoảng 100°C. Nói cách khác, “tự giới hạn hoạt tính” là sự suy giảm hoạt tính xúc tác khi nhiệt độ phản ứng tăng lên trên 100°C so với hoạt tính xúc tác ở điều kiện polyme hóa bình thường với nhiệt độ phản ứng thường là thấp hơn 80°C. Ngoài ra, như là một tiêu chuẩn áp dụng trên thực tế, nếu một quy trình polyme hóa, chẳng hạn như polyme hóa pha khí tầng sôi vận hành ở điều kiện xử lý bình thường có khả năng làm ngưng dừng và tạo ra làm đổ tầng với nguy cơ được giảm đi xét về sự kết tụ các hạt polyme, chế phẩm xúc tác này được gọi là “tự giới hạn hoạt tính.”

Như là đo lường được chuẩn hóa hoạt tính polyme hóa ở nhiệt độ cao để dùng trong bản mô tả này, hoạt tính xúc tác được điều chỉnh để bù lại nồng độ monome khác nhau do nhiệt độ. Ví dụ, nếu sử dụng điều kiện polyme hóa pha lỏng (huyền phù đặc hoặc dung dịch), hệ số hiệu chỉnh tính độ hòa tan propylen giảm đi trong hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ cao được đưa vào. Tức là hoạt tính xúc tác “được chuẩn hóa” để bù lại sự giảm độ hòa tan so với nhiệt độ thấp hơn, cụ thể là ở nhiệt độ chuẩn 67°C. Hoạt tính “được chuẩn hóa”, ở nhiệt độ T hoặc A_T , được xác định là hoạt tính đo được hoặc (trọng lượng polyme/trọng lượng chất xúc tác/giờ) ở nhiệt độ T, nhân với hệ số hiệu chỉnh nồng độ $[P(67)]/[P(T)]$, trong đó $[P(67)]$ là nồng độ propylen ở nhiệt độ 67°C và $[P(T)]$ là nồng độ propylen ở nhiệt độ T. Phương trình cho hoạt tính được chuẩn hóa như sau:

$$\text{Hoạt tính được chuẩn hóa (A)} = \frac{[P(67)]}{[P(T)]} \times \text{Hoạt tính T}$$

Trong phương trình này, hoạt tính ở nhiệt độ T được nhân với tỷ số của nồng độ propylen ở 67°C với nồng độ propylen ở nhiệt độ T. Có thể sử dụng hoạt tính được chuẩn hóa thu được (A), đã được điều chỉnh cho sự giảm nồng độ propylen do nhiệt độ tăng lên, để so sánh hoạt tính xúc tác ở điều kiện nhiệt độ thay đổi. Sau đây là các hệ số hiệu chỉnh cho điều kiện được sử dụng trong quy trình polyme hóa pha lỏng

67°C	85°C	100°C	115°C	130°C	145°C
1,00	1,42	1,93	2,39	2,98	3,70

Hệ số hiệu chỉnh này áp dụng thừa nhận rằng hoạt tính polyme hóa tăng tuyến tính nồng độ propylen ở điều kiện được sử dụng. Hệ số điều chỉnh là hệ số của dung môi hoặc chất pha loãng được sử dụng. Ví dụ, các hệ số được liệt kê ở trên là cho hỗn hợp C₆₋₁₀ hydrocacbon béo thông thường (Isopar^{TME}, có thể có được từ Exxon Chemical Company). Trong điều kiện polyme hóa pha khí độ hòa tan monome thường không phải là một yếu tố tác động và hoạt tính thường không được hiệu chỉnh cho sự tăng nhiệt độ. Tức là, hoạt tính và hoạt tính được chuẩn hóa là giống nhau.

“Tỷ số hoạt tính được chuẩn hóa” được xác định A_T/A_{67} , trong đó A_T là hoạt tính ở nhiệt độ T và A_{67} là hoạt tính ở nhiệt độ 67°C. Giá trị này có thể dùng như là biểu thị của sự thay đổi hoạt tính phụ thuộc vào nhiệt độ. Ví dụ, A_{100}/A_{67} bằng 0,30 cho biết là hoạt tính xúc tác ở nhiệt độ 100°C chỉ bằng 30 phần trăm hoạt tính xúc tác ở nhiệt độ 67°C. Đã nhận thấy rằng ở nhiệt độ 100°C, tỷ số A_{100}/A_{67} là 35% hoặc ít hơn tạo ra hệ thống xúc tác là hệ thống tự tắt.

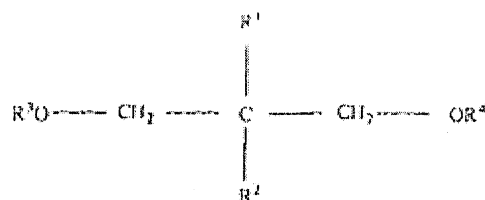
ALA có thể là este thơm hoặc dẫn xuất của nó, este béo hoặc dẫn xuất của nó, diete, poly(alkylen glycol) este, và kết hợp của chúng. Các ví dụ không giới hạn về este thơm thích hợp bao gồm este C₁₋₁₀ alkyl hoặc xycloalkyl của các axit monocarboxylic thơm. Các dẫn xuất được thể thích hợp của chúng bao gồm các hợp chất được thể cả trên các vòng thơm hoặc nhóm este bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa một hoặc nhiều nguyên tử khác loại nhóm 14, 15, hoặc 16, đặc biệt là oxy. Các ví dụ về các nhóm thế này bao gồm các nhóm (poly)alkylete, xycloalkylete, arylete,

aralkylete, alkylthioete, arylthioete, dialkylamin, diarylamin, diaralkylamin, và trialkylsilan. Este của axit carboxylic thơm có thể là C_{1-20} hydrocarbylete của axit benzoic trong đó nhóm hydrocarbylete không được thế hoặc được thế bởi một hoặc nhiều nguyên tử khác loại nhóm 14, 15, 16 chứa các nhóm thế và các dẫn xuất ete (poly)hydrocarbylete C_{1-20} của nó, hoặc C_{1-4} alkyl benzoate và các dẫn xuất được alkylat hóa dạng vòng C_{1-4} của nó, hoặc metyl benzoat, propyl benzoat, metyl p-etoxybenzoat, etyl p-metoxybenzoat, và etyl p-etoxybenzoat. Theo một phương án, este của axit carboxylic thơm là etyl p-etoxybenzoat.

Theo một phương án, ALA là este béo. Este béo này có thể là este của axit béo C_4-C_{30} có thể là mono- hoặc poly- (hai hoặc nhiều) este, có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, có thể là bão hòa hoặc không bão hòa, và kết hợp bất kỳ của chúng. Este của axit béo C_4-C_{30} cũng có thể được thế bằng một hoặc nhiều nhóm thế chứa nguyên tử khác loại nhóm 14, 15, hoặc 16. Các ví dụ không giới hạn về este của axit béo C_4-C_{30} thích hợp bao gồm este C_{1-20} alkyl của axit mono carboxylic béo C_{4-30} , este C_{1-20} alkyl của các axit monocarboxylic béo C_{8-20} , mono và dieste C_{1-4} alyl- của các axit monocarboxylic, dicarboxylic béo C_{4-20} , este alkyl C_{1-4} của các axit monocarboxylic và dicarboxylic béo C_{8-20} , và các dẫn xuất mono- hoặc polycarboxylat C_{4-20} của các ete C_{2-100} (poly) glycol hoặc C_{2-100} (poly) glycol. Theo một phương án khác, este của axit béo C_4-C_{30} có thể là isopropyl myristat và/hoặc di-n-butyl sebacat.

Theo một phương án, ALA là isopropyl myristat.

Theo một phương án, ALA là diete. Diete có thể là dialkyl diete được thể hiện bằng công thức dưới đây.



Trong đó R^1 đến R^4 độc lập với nhau là nhóm alkyl, aryl có lên đến 20 nguyên tử cacbon, mà có thể tùy ý chứa nguyên tử khác loại nhóm 14, 15, 16 hoặc 17, với điều kiện là R^1 và R^2 là nguyên tử hydro. Các ví dụ không giới hạn về các hợp chất ete dialkyl thích hợp bao gồm dimetyl ete, dietyl ete, dibutyl ete, metyl etyl ete, metyl butyl ete, metyl xyclohexyl ete, 2,2-dimetyl-1,3-dimetoxypropan, 2,2-dietyl-1,3-

dimetoxyproman, 2,2-di-n-butyl- 1 ,3-dimetoxyproman, 2,2-diisobutyl-1 ,3-dimetoxyproman, 2-etyl-2-n-butyl- 1,3-dimetoxyproman, 2-n-propyl-2-xyclopentyl-1,3-dimetoxyproman, 2,2-dimetyl-1 ,3-dietoxyproman, 2-isopropyl-2-isobutyl-1,3-dimetoxyproman, 2,2 -dixyclopenty 1-1,3-dimetoxyproman, 2-n-propyl-2-xyclohexyl- 1 ,3-dietoxyproman, và 9,9-bis(metoxymetyl)fluoren. Theo một phương án khác, hợp chất ete dialkyl là 2,2-diisobutyl- 1 ,3-dimetoxyproman.

Theo một phương án, ALA là Este poly (alkylen glycol). Các ví dụ không giới hạn về este poly(alkylen glycol) thích hợp bao gồm poly(alkylen glycol)mono hoặc diaxetat, poly(alkylen glycol) mono- hoặc di-myristat, poly(alkylen glycol) mono- hoặc di-laurat, poly (alkylen glycol) mono- hoặc di-oleat, glyxeryl tri(axetat), glyxeryl tri-este của axit carboxylic béo C₂₋₄₀, và kết hợp bất kỳ của chúng. Theo một phương án, gốc poly (alkylen glycol) của este poly(alkylen glycol) là poly(etylen glycol).

Theo một phương án, tỷ lệ mol của nhôm so với ALA có thể là 1,4-85:1, hoặc 2,0-50:1, hoặc 4-30:1. Đối với ALA mà chứa nhiều hơn một nhóm carboxylat, tất cả các nhóm carboxylat được xem là thành phần hữu hiệu. Ví dụ, phân tử sebacat chứa hai nhóm chức carboxylat được xem là có hai phân tử chức hữu hiệu.

Theo một phương án, chế phẩm xúc tác bao gồm tỷ lệ mol của nhôm so với là 0,5-25:1, hoặc 1,0-20:1, hoặc 1,5-15:1 hoặc nhỏ hơn 6,0, hoặc nhỏ hơn 5, hoặc nhỏ hơn 4,5.

Theo một phương án tỷ lệ Al:M-EED là 0,5-4,0:1. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, cho rằng tỷ lệ Al/M-EED là 0,5:1 đến 4,0:1 tạo ra lượng đủ nhôm để mang phản ứng polyme hóa ở nhiệt độ polyme hóa bình thường. Tuy nhiên, ở nhiệt độ cao (do sự lệch nhiệt độ hoặc rối loạn quy trình, chẳng hạn), nhiều gốc nhôm phản ứng với thành phần chất xúc tác khác. Điều này dẫn đến sự thiếu nhôm làm chậm lại phản ứng polyme hóa. Sự thiếu giảm nhôm này dẫn đến sự giảm tương ứng số lượng chất cho điện tử được tạo phức chất với nhôm. Các cặp điện tử tự do của chất cho không tạo phức chất làm hư hại hệ chất xúc tác, điều này từ làm ngừng phản ứng.

Như được sử dụng ở bản mô tả này, “SCA tổng” là lượng kết hợp (theo mol) SCA1 và SCA2. Nói cách khác, SCA tổng = SCA1 (mol) + SCA2 (mol). Lượng ALA trong M-EED làm tăng khả năng tự giới hạn hoạt tính của chất xúc tác ở nhiệt độ cao, trong khi lượng SCA1 tạo ra độ cứng và SCA2 tạo ra dòng nóng chảy trong polyme thu được. Tỷ lệ mol SCA tổng so với ALA là 0,43-2,33:1, hoặc 0,54-1,85:1, hoặc

0,67-1,5:1. Tỷ lệ mol SCA1 so với SCA tổng là 0,2-0,5:1, 0,25-0,45:1 hoặc 0,30-0,40:1. Người nộp đơn đã phát hiện bất ngờ và ngoài mong đợi là tỷ lệ mol có kiểm soát của: (1) SCA1 so với SCA2, và/hoặc (2) SCA tổng so với ALA và/hoặc (3) SCA1 so với SCA tổng tạo ra cho polyme thu được với đặc tính đặc biệt là dòng nóng chảy cao và độ cứng cao kết hợp với đặc tính vận hành như là chất xúc tác tự giới hạn hoạt tính.

Theo một phương án, tỷ lệ mol của SCA tổng so với ALA là 0,43-2,33:1 và tỷ lệ mol của SCA1 so với SCA tổng là 0,2-0,5:1.

Theo một phương án, chế phẩm xúc tác bao gồm tỷ lệ mol nhôm so với SCA tổng là 1,4-85:1, hoặc 2,0-50:1, hoặc 4,0-30:1.

Theo một phương án, chế phẩm xúc tác bao gồm tỷ lệ mol của SCA tổng so với ALA nhỏ hơn 1,0. Đáng ngạc nhiên và ngoài mong đợi là đã phát hiện ra rằng việc duy trì tỷ lệ mol của SCA tổng so với ALA nhỏ hơn 1,0 cải thiện đáng kể đặc điểm vận hành của lò phản ứng.

Theo một phương án, M-EED chứa đixyclopentylđimetoxyxilane (SCA1), chế phẩm tăng cường dòng chảy (SCA2), và isopropyl myristat (ALA). Theo một phương án khác, SCA2 được chọn từ methylcyclohexyldiethoxyxilane, diisobutyldiethoxyxilane, di-n-butylđimethoxyxilane, n-propyltriethoxyxilane, benzyltriethoxyxilane, butenyltriethoxyxilane, (triethoxysilyl)cyclohexane, tetraethoxyxilane, 1-ethoxy-2-(6-(2-ethoxyphenoxy)hexyloxy)benzene, 1-ethoxy-2-n-pentoxybenzene, và kết hợp bất kỳ của chúng.

Tỷ lệ mol giữa các thành phần khác nhau của chế phẩm xúc tác được đưa ra trong Bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Tỷ lệ mol	Khoảng
-----------	--------

Al so với Ti	10-200:1
Al so với M-EED	0,5-25:1
Ti so với M-EED	1-100:1
Al so với SCA tổng	1,4-85:1
Al so với ALA	1,4-85:1
SCA tổng so với ALA	0,43-2,33:1
SCA1 so với SCA2	0,1-1,0:1
SCA1 so với SCA tổng	0,2-0,5:1

Chế phẩm xúc tác theo sáng chế có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bộc lộ trong bản mô tả này.

Theo một phương án, việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen hoạt tính xảy ra nhờ quy trình polyme hóa pha khí theo đó chế phẩm xúc tác được tiếp xúc với propylen và tùy ý một hoặc nhiều olefin trong lò phản ứng polyme thứ nhất. Tùy ý, một hoặc nhiều monome olefin có thể được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất cùng với propylen để phản ứng với chất xúc tác tạo thành polyme, copolyme, (hoặc tầng sôi gồm các hạt polyme). Các ví dụ không giới hạn về monome olefin thích hợp bao gồm etylen, C₄₋₂₀ α -olefin, chẳng hạn như 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 4 metyl-1-penten, 1- hepten, 1-octen, 1-decen, 1-dodexen, và các olefin tương tự; C₄₋₂₀ diolefin, chẳng hạn như 1,3-butadien, 1,3-pentadien, norbornadien, 5-etyliden-2-norbornen (ENB) và dicyclopentadien; các hợp chất thơm C₈₋₄₀ vinyl bao gồm styrene, o-, m-, và p-metylstyren, divinylbenzen, vinylbiphenyl, vinylnaphthalen; các hợp chất thơm C₈₋₄₀ vinyl được thế halogen chẳng hạn như clostyren và flostyren.

Như được sử dụng ở bản mô tả này, “điều kiện polyme hóa” là các thông số nhiệt độ và áp suất trong lò phản ứng polyme hóa thích hợp để thúc đẩy quy trình polyme hóa giữa chế phẩm xúc tác và olefin để tạo thành polyme mong muốn. Quy trình polyme hóa có thể là quy trình polyme hóa pha khí, quy trình polyme hóa bột nhào, hoặc quy trình polyme hóa khối, vận hành trong một, hoặc nhiều hơn một, lò phản ứng polyme hóa. Theo đó, lò phản ứng polyme hóa có thể là phản ứng polyme hóa pha khí, lò phản ứng polyme hóa pha lỏng, hoặc kết hợp của chúng.

Cần hiểu rằng việc đưa hydro vào trong lò phản ứng polyme hóa là một phần

của điều kiện polyme hóa. Trong quy trình polyme hóa, hydro là tác nhân chuyển mạch và ảnh hưởng đến trọng lượng phân tử (và tương ứng là tốc độ dòng nóng chảy) của polyme thu được.

Theo một phương án, quy trình polyme hóa được thực hiện bằng cách polyme hóa pha khí. Như được sử dụng trong bản mô tả này, “polyme hóa pha khí,” hoặc “quy trình polyme hóa pha khí,” là quá trình dịch chuyển môi trường tầng sôi đi xuống, môi trường tầng sôi này chứa một hoặc nhiều monome, với sự có mặt của chất xúc tác qua tầng sôi của các hạt polyme được duy trì trong tình trạng tầng sôi được tạo tầng sôi bởi môi trường tầng sôi. “Sự tạo tầng sôi,” “được tạo tầng sôi,” hoặc “tạo tầng sôi” là quá trình tiếp xúc chất khí-chất rắn trong đó tầng gồm các hạt polyme chi nhỏ được nhấc lên và được khuấy trộn bằng dòng khí đi lên. Quá trình tạo tầng sôi xuất hiện trong tầng các hạt khi dòng chất lỏng đi lên qua khe hở của tầng hạt đến áp suất riêng phần và sự tăng lực ma sát vượt quá trọng lượng hạt. Do đó, “tầng sôi” là gồm nhiều hạt polyme được tạo huyền phù ở trạng thái tầng sôi nhờ dòng môi trường tầng sôi. “Môi trường tầng sôi” là một hoặc nhiều khí olefin, tùy ý một khí mang (chẳng hạn như H_2 hoặc N_2) và tùy ý chất lỏng (chẳng hạn như hydrocacbon) dâng lên qua lò phản ứng pha khí.

Lò phản ứng polyme hóa pha khí thông thường (hoặc lò phản ứng pha khí) bao gồm thùng (tức là, lò phản ứng), tầng sôi, đĩa phân bố, đường ống vào và ra, máy nén, bộ làm lạnh chu trình khí hoặc bộ trao đổi nhiệt, và hệ thống xả sản phẩm. Thùng bao gồm vùng phản ứng và vùng giảm tốc độ, mỗi trong số vùng này nằm trên đĩa phân bố. Tầng nằm trong vùng phản ứng. Theo một phương án, môi trường tầng sôi bao gồm khí propylen và ít nhất một khí khác chẳng hạn như olefin và/hoặc khí mang chẳng hạn như hydro hoặc nitơ. Theo một phương án, quy trình polyme hóa pha khí được thực hiện theo phương thức đậm đặc.

Theo một phương án, quá trình tiếp xúc xảy ra nhờ việc cấp chế phẩm xúc tác vào lò phản ứng polyme hóa và đưa olefin vào lò phản ứng polyme hóa. Theo một phương án, quy trình bao gồm cho olefin tiếp xúc với chất đồng xúc tác. Chất đồng xúc tác này có thể được tạo hỗn hợp với chế phẩm chất tiền xúc tác (trộn sơ bộ) trước khi đưa chế phẩm chất tiền xúc tác vào lò phản ứng polyme hóa. Theo một phương án khác, chất đồng xúc tác được cho vào lò phản ứng polyme hóa một cách độc lập với chế phẩm chất tiền xúc tác. Việc đưa độc lập chất đồng xúc tác vào lò phản ứng

polyme hóa có thể xảy ra đồng thời, hoặc về cơ bản đồng thời, với việc cấp chế phẩm chất tiền xúc tác.

Theo một phương án, quy trình này bao gồm việc trộn hoặc kết hợp theo cách khác M-EED với chế phẩm chất tiền xúc tác. M-EED này có thể được tạo phức chất với chất đồng xúc tác và/hoặc tạo hỗn hợp với chế phẩm chất tiền xúc tác (trộn sơ bộ) trước khi có sự tiếp xúc giữa chế phẩm xúc tác và propylen. Theo một phương án khác, M-EED (hoặc thành phần đơn lẻ của nó) có thể được đưa một cách độc lập vào lò phản ứng polyme hóa.

Theo một phương án, quy trình polyme hóa bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol hydro so với propylen (" H_2/C_3 ") nhỏ hơn 0,30 (tức là 0,30:1), hoặc nhỏ hơn 0,20, hoặc nhỏ hơn 0,18, hoặc nhỏ hơn 0,16, hoặc nhỏ hơn 0,08 trong lò phản ứng thứ nhất. Mặc dù có thể đạt được dòng nóng chảy cao bằng cách sử dụng lượng hydro cao, đã phát hiện thấy rằng polyme trên cơ sở propylen tạo ra bằng cách dùng tỷ lệ mol H_2/C_3 cao hơn 0,30 thúc đẩy đáng kể phản ứng hydro hóa không mong muốn của propylen với sự có mặt của thép cacbon được oxy hóa của lò phản ứng và làm giảm hoạt tính xúc tác. Ngược lại, trên cơ sở propylen thu được bằng quy trình theo sáng chế tránh được việc dùng lượng chất xúc tác còn lại quá nhiều khi tỷ lệ mol H_2/C_3 là nhỏ hơn 0,3.

Hơn nữa, vì giá trị tỷ lệ mol H_2/C_3 thấp, chẳng hạn như giá trị theo sáng chế là nhỏ hơn 0,30, cải thiện năng suất dùng chất xúc tác. Vì giá trị cho tỷ lệ mol H_2/C_3 gia tăng, càng nhiều hydro thay thế một lượng propylen càng lớn. Việc thay thế propylen bằng hydro làm giảm lượng propylen sẵn có cho phản ứng với chế phẩm xúc tác. Do đó, giá trị tỷ lệ mol H_2/C_3 lớn biểu thị là ít có propylen cho quy trình polyme hóa. Càng ít propylen sẵn có cho phản ứng biểu thị là càng ít polyme tạo ra-biểu thị là hoạt tính xúc tác giảm và sản lượng lò phản ứng giảm đi.

Ngược lại, chế phẩm xúc tác này có thể cho tạo thành polyme trên cơ sở propylen dòng nóng chảy cao bằng cách tỷ lệ H_2/C_3 thấp, cụ thể là, tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,3. Do đó, đáp ứng với hydro được cải thiện của chế phẩm xúc tác theo sáng chế cải thiện hoạt tính xúc tác và cải thiện sản lượng.

Theo một phương án, quy trình polyme hóa bao gồm việc duy trì áp suất hydro riêng phần chỉ thấp hơn khoảng 80 psi, hoặc thấp hơn khoảng 71 psi, hoặc thấp hơn khoảng 63 psi.

Theo một phương án, quy trình này bao gồm tự giới hạn hoạt tính của quy trình

polyme hóa khi nhiệt độ trong lò phản ứng là lớn hơn khoảng 100°C.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen trong một lò phản ứng polyme hóa.

Người nộp đơn thấy ngạc nhiên và ngoài mong đợi khi phát hiện ra rằng sự có mặt của chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài tạo ra chế phẩm xúc tác tự giới hạn hoạt tính và tạo ra polyme trên cơ sở propylen với độ cứng cao và dòng nóng chảy cao trong một lò phản ứng polyme hóa ở điều kiện polyme hóa tiêu chuẩn. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, cho rằng ALA cải thiện khả năng hoạt động trong lò phản ứng polyme hóa bằng cách ngăn cản sự tăng tốc độ phản ứng do sự tăng nhiệt độ, sự tạo màng polyme, và/hoặc kết tụ polyme gây ra do quá nhiệt. Việc đưa SCA1 và SCA2 vào giúp cho việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen có độ cứng cao (tức là T_{MF} cao hơn 170°C)/dòng nóng chảy cao (tức là nhiều hơn 50, hoặc 60, hoặc 70, hoặc 100g/phút khi dùng lượng hydro chuẩn).

Đặc biệt là, quy trình có ưu điểm là tạo ra polyme trên cơ sở propylen có độ cứng cao và dòng nóng chảy cao mà không cần giảm nhót- một kỹ thuật thông thường để gia tăng MFR ngoài giới hạn sử dụng hydro của polyme trên cơ sở độ cứng cao tinh khiết cấp phản ứng như mô tả trước đây. Thuật ngữ “giảm nhót” (hoặc “crackinh”), như được sử dụng ở bản mô tả này, là quá trình giảm chất lượng bằng nhiệt và/hoặc hóa học của polyme thành các đoạn mạch polyme nhỏ hơn. Quá trình giảm nhót thông thường bao gồm việc đưa polyme (chẳng hạn như polypropylen) ở trạng thái nóng chảy với sự có mặt của chất khơi mào gốc tự do (chẳng hạn như peroxit) để thoái biến polypropylen thành các đoạn mạch propylen nhỏ hơn. Quá trình giảm nhót là xảy ra sau khi ra khỏi lò phản ứng. Cần hiểu rằng các quy trình theo sáng chế để tạo ra copolyme propylen chịu va đập là các quy trình polyme hóa diễn ra trong lò phản ứng. Do đó các quy trình theo sáng chế để sản xuất copolyme propylen chịu va đập không bao gồm quá trình giảm nhót.

Quá trình giảm nhót có nhiều tác dụng phụ chẳng hạn như tạo thành sản phẩm phân hủy (thường gây ra các vấn đề về mùi vị và không thích hợp dùng với thực phẩm), tăng chi phí sản xuất, và giảm độ cứng polyme. Giảm nhót làm gia tăng dòng nóng chảy và còn làm giảm trọng lượng trung bình trọng lượng phân tử của polyme. Giảm nhót biến đổi cấu trúc vật lý và hóa học của polyme ban đầu. Ví dụ, polyme đồng nhất propylen được giảm nhót sẽ thể hiện các tính chất vật lý và/hoặc cơ học

giảm đi (tức là giảm môđun kéo, giảm môđun uốn) so với polyme đồng nhất propylen chưa crackinh với cùng MFR.

Theo một phương án, quy trình theo sáng chế tạo thành polyme trên cơ sở propylen chưa crackinh. Polyme được nói là “chưa crackinh” khi chưa được giảm nhót. Nói cách khác, polyme chưa crackinh polyme không được thoái biến bằng phương pháp nhiệt và/hoặc bằng hóa học. Polyme chưa crackinh không thể hiện sự suy giảm các tính chất và/hoặc cơ học liên quan đến trọng lượng phân tử (chẳng hạn như mô đun uốn và/hoặc các tính chất căng), như polyme bị giảm nhót ở cùng MFR. Ngoài ra, polyme chưa crackinh không có quá trình sản phẩm phân hủy (thường gây ra các vấn đề mùi vị và không thích hợp dùng với thực phẩm) như với polyme bị giảm nhót.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen có một hoặc nhiều đặc tính sau đây: (i) polyme đồng nhất propylen chưa crackinh; (ii) MFR cao hơn 50g/10 phút, hoặc cao hơn 60g/10 phút, hoặc cao hơn 70g/10 phút, hoặc cao hơn 100g/10 phút; (iii) hàm lượng hòa tan trong xylen nhỏ hơn 4% trọng lượng hoặc nhỏ hơn 3% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 0,1% trọng lượng đến nhỏ hơn 2,0% trọng lượng; (iv) T_{MF} lớn hơn khoảng 165°C, hoặc lớn hơn 170°C; (v) hàm lượng ALA ít nhất khoảng 5ppm đến 150ppm; (vi) hàm lượng oligome sau lò phản ứng (“oligome” là các hợp chất C_{12} - C_{21}) nhỏ hơn 3000ppm, hoặc nhỏ hơn 2500ppm, hoặc nằm trong khoảng từ 500ppm đến khoảng 3000ppm; và/hoặc (viii) hàm lượng oligome sau lò phản ứng vào khoảng 10%, hoặc khoảng 20%, hoặc khoảng 40% thấp hơn hàm lượng oligome tương ứng của polyme trên cơ sở propylen được tạo ra bằng chế phẩm xúc tác chứa một chất tăng cường độ cứng SCA (và tùy ý ALA) trong điều kiện polyme hóa tương tự. Thuật ngữ “hàm lượng oligome sau phản ứng,” như được sử dụng ở bản mô tả này, là hàm lượng oligome của polyme trên cơ sở propylen thu được ngay sau khi ra khỏi lò phản ứng polyme hóa. Nói cách khác, “hàm lượng oligome sau lò phản ứng” là hàm lượng oligome trước bất kỳ quá trình rửa, gia nhiệt, và/hoặc tinh chế sau khi polyme hóa.

Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen chưa crackinh là polyme propylen đồng nhất. Theo một phương án khác, polyme trên cơ sở propylen có hàm lượng độc tố thấp hoặc không có, có sản phẩm phân hủy thấp hoặc không có, có ít mùi khó chịu hoặc không có.

Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có thể tạo ra như được bộc lộ trong đơn đang xét nghiệm 12/390,785 (Attorney Docket số DOW-34661-B), nộp ngày 23/02/2009, toàn bộ nội dung của tài liệu này được kết hợp với bản mô tả theo cách viện dẫn.

Quy trình theo sáng chế bao gồm việc đưa polyme trên cơ sở propylen hoạt tính vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai. Theo một phương án, lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và lò phản ứng polyme hóa thứ hai vận hành nối tiếp nhau, theo đó dòng chảy từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất được nạp vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai và một hoặc nhiều monome olefin bổ sung (hoặc khác) được cho vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai để tiếp tục quy trình polyme hóa. Theo một phương án khác, mỗi trong số lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và lò phản ứng polyme hóa thứ hai là lò phản ứng polyme hóa pha khí.

Quy trình bao gồm cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính tiếp xúc với ít nhất một olefin trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai trong điều kiện polyme hóa, và tạo thành copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 60g/10 phút như được đo theo ASTM D1238-01. Ít nhất một olefin bao gồm olefin không phải là propylen.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen hoạt tính với MFR cao hơn 160g/10 phút và tạo thành copolyme propylen chịu va đập với MFR lớn hơn khoảng 85g/10 phút. Theo một phương án khác, quy trình bao gồm việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen hoạt tính với MFR cao hơn 200g/10 phút và tạo thành copolyme propylen chịu va đập với MFR lớn hơn khoảng 100g/10 phút. Theo một phương án khác, quy trình bao gồm việc tạo thành polyme trên cơ sở propylen hoạt tính với MFR lớn hơn khoảng 300g/10 phút và tạo thành copolyme propylen chịu va đập với MFR lớn hơn khoảng 150g/10 phút.

Copolyme propylen chịu va đập là copolyme dị pha. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “copolyme dị pha” là polyme nhiều pha có pha polyme liên tục (còn được gọi là pha chất nền) và pha polyme gián đoạn (còn được gọi là pha đàn hồi hoặc pha cao su, hoặc cao su) được phân tán trong pha polyme liên tục. Polyme trên cơ sở propylen tạo ra trong lò phản ứng thứ nhất là pha liên tục. Olefin được polyme hóa với sự có mặt của polyme trên cơ sở propylen trong lò phản ứng thứ hai và tạo thành pha gián đoạn. Copolyme dị pha có thể chứa nhiều hơn hai pha polyme.

Olefin được đưa vào lò phản ứng thứ hai có thể là propylen, etylen, C_{4-20} α -olefin (chẳng hạn như 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 4-metyl-1-penten, 1-hepten, 1-octen, 1-dexen, 1-dodexen và các chất tương tự), hoặc kết hợp bất kỳ của chúng. Theo một phương án, propylen và etylen được cho tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng thứ hai để tạo thành copolyme propylen chịu va đập có copolyme propylen/etylen là pha gián đoạn.

Theo một phương án, copolyme propylen chịu va đập có giá trị Fc nằm trong khoảng 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng 10% trọng lượng đến 40% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 30% trọng lượng. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “phần gián đoạn của copolyme” (“Fc”) là phần trăm trọng lượng của pha gián đoạn có mặt copolyme dị pha. Giá trị Fc dựa trên tổng trọng lượng của copolyme propylen chịu va đập.

Copolyme propylen chịu va đập có thể có giá trị Ec nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến khoảng 90% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 80% trọng lượng, hoặc nằm trong khoảng từ 40% trọng lượng đến 60% trọng lượng. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “hàm lượng etylen” (“Ec”) là phần trăm trọng lượng của etylen có mặt trong pha gián đoạn của copolyme propylen chịu va đập. Giá trị Ec dựa trên tổng trọng lượng của pha gián đoạn (hoặc cao su).

Theo một phương án, quy trình polyme hóa bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol hydro- so với- propylen (“ H_2/C_3 ”) nhỏ hơn 0,3 trong lò phản ứng polyme thứ nhất, và/hoặc trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai. Đã phát hiện thấy rằng polyme trên cơ sở propylen tạo ra bằng cách dùng tỷ lệ mol H_2/C_3 cao hơn 0,3 chứa một lượng dư của phần tồn chất xúc tác chẳng hạn như titan và/hoặc clo. Polyme trên cơ sở propylen thu được được tạo ra theo quy trình sáng chế tránh được lượng dư phần tồn chất xúc tác do tỷ lệ mol H_2/C_3 là nhỏ hơn 0,3.

Theo một phương án khác, quy trình bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,10, hoặc nhỏ hơn 0,08, hoặc nhỏ hơn 0,04, hoặc nhỏ hơn 0,03, trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai. Người nộp đơn đã ngạc nhiên và ngoài mong đợi phát hiện ra rằng việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,3 (và/hoặc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 đến nhỏ hơn 0,1 trong lò phản ứng thứ hai) làm giảm tiêu thụ hydro và cải thiện hoạt tính xúc tác vì một lượng hydro có mặt nhỏ hơn sẽ làm giảm áp suất riêng phần của propylen và/hoặc olefin khác.

Không bị ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết cụ thể nào, cho rằng chế phẩm xúc tác theo quy trình sáng chế góp phần tạo ra hàm lượng chất dễ bay hơi thấp trong copolyme propylen chịu va đập thu được. Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn khoảng 65 µg/g. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “các chất dễ bay hơi” là các chất chứa cacbon bị tách ra khỏi polyme dưới dạng hơi là nhỏ hơn khoảng 65 µg/g, hoặc nhỏ hơn khoảng 60 µg/g, hoặc nhỏ hơn khoảng 50 µg/g, hoặc nằm trong khoảng từ 10 µg/g đến nhỏ hơn khoảng 65 µg/g. Hàm lượng chất dễ bay hơi được xác định theo tiêu chuẩn Volkswagen (VW) PV-3341.

Mức thấp của hàm lượng chất dễ bay hơi trong copolyme theo sáng chế propylen chịu va đập có ưu điểm là làm giảm, hoặc hạn chế quá trình thổi khí sau đó. Thông thường copolyme propylen chịu va đập bình thường cần đến quá trình thổi khí nitơ và/hoặc thổi hơi nước (trong vài ngày) để làm giảm hàm lượng chất dễ bay hơi đến mức độ chấp nhận được-đặc biệt để dùng cho ứng dụng đòi hỏi hàm lượng chất dễ bay hơi thấp, chẳng hạn như ứng dụng làm đồ chứa thực phẩm. Hàm lượng chất dễ bay hơi thấp trong copolyme theo sáng chế propylen chịu va đập làm giảm thời gian thổi khí hoặc hạn chế cả quá trình thổi khí.

Theo một phương án, quy trình bao gồm tự giới hạn hoạt tính quá trình phản ứng polyme hóa khi nhiệt độ cao hơn 100°C trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và/hoặc lò phản ứng polyme hóa thứ hai. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, cho rằng ALA cải thiện sự vận hành trong lò phản ứng polyme hóa bằng cách ngăn cản sự tăng tốc độ phản ứng do sự tăng nhiệt độ, sự tạo màng polyme, và/hoặc kết tụ polyme gây ra do quá nhiều nhiệt trong quy trình polyme hóa trong từng lò phản ứng.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc đưa M-EED, hoặc một hoặc nhiều thành phần của nó, vào lò phản ứng thứ hai. Do đó, có thể cho tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (SCA2), và/hoặc tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA), một cách riêng biệt, hoặc theo kết hợp bất kỳ, vào lò phản ứng thứ hai.

Quy trình có thể gồm hai hoặc nhiều phương án được bộc lộ trong bản mô tả này.

Sáng chế đề xuất một quy trình khác nữa. Theo một phương án, quy trình polyme hóa được đề xuất bao gồm việc cho tiếp xúc, trong lò phản ứng polyme hóa

trong điều kiện polyme hóa, ít nhất một olefin tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính. Polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 100g/10 phút.

Quy trình còn bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy ít nhất là 85g/10 phút như được đo theo ASTM D-1238-01 (230°C, 2,16 kg trọng lượng). Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen có MFR lớn hơn khoảng 150g/10 phút và copolyme propylen chịu va đập này có MFR lớn hơn khoảng 100g/10 phút. Theo một phương án khác, polyme trên cơ sở propylen có MFR lớn hơn khoảng 200g/phút và copolyme propylen chịu va đập này có MFR lớn hơn khoảng 150g/10 phút.

Theo một phương án, quy trình polyme hóa xảy ra bằng cách polyme hóa pha khí. Nói cách khác, quá trình tiếp xúc giữa polyme trên cơ sở propylen hoạt tính và olefin xảy ra trong lò phản ứng polyme hóa pha khí trong điều kiện polyme hóa. Lò phản ứng polyme hóa này có thể là lò phản ứng polyme hóa thứ hai như được bộc lộ trên đây.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,20, hoặc nhỏ hơn 0,10, hoặc nhỏ hơn 0,08, hoặc nhỏ hơn 0,04, hoặc nhỏ hơn 0,03 trong quá trình tạo thành copolyme propylen chịu va đập.

Theo một phương án, quy trình bao gồm tự giới hạn hoạt tính quy trình polyme hóa bằng chế phẩm xúc tác được đưa vào polyme trên cơ sở propylen hoạt tính khi nhiệt độ trong lò phản ứng polyme hóa là lớn hơn khoảng 100°C. Chất xúc tác được đưa vào polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có thể là chế phẩm xúc tác được bộc lộ trong bản mô tả này có chất tiền xúc tác, chất đồng xúc tác và chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED) chứa tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (SCA2), và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA).

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc đưa, M-EED, hoặc một hoặc nhiều thành phần của nó, vào lò phản ứng. Do đó, có thể cho tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (SCA2), và/ hoặc tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA), một cách riêng biệt, hoặc kết hợp bất kỳ, vào lò phản ứng polyme hóa.

Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen hoạt tính được cho tiếp xúc với propylen và etylen. Quy trình bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va

đập với giá trị Ec nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, và giá trị Ec nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

Theo một phương án, quy trình bao gồm quá trình trộn nóng chảy tác nhân kết tinh với copolyme propylen chịu va đập và tạo thành copolyme propylen chịu va đập được kết tinh. Như được sử dụng ở bản mô tả này, “quá trình trộn nóng chảy” là quy trình trong đó polyme được mềm ra và/hoặc nóng chảy và được tạo hỗn hợp với một hoặc nhiều các hợp chất khác. Ví dụ không giới hạn về quá trình trộn nóng chảy các quy trình bao gồm quá trình đun, quá trình trộn nóng chảy (gián đoạn hoặc liên tục), quá trình trộn nóng chảy phản ứng, và/hoặc pha trộn.

Tác nhân kết tinh làm giảm kích cỡ của mầm tinh thể, nhờ đó cải thiện độ trong suốt và độ sáng của sản phẩm được tạo ra từ copolyme propylen chịu va đập này. Không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết bất kỳ, cho rằng tác nhân kết tinh tạo ra các vị trí cho quá trình kết tinh polyolefin một cách trật tự hơn nhanh hơn trong khi làm nguội. Trong quy trình kết tinh, các tinh thể polyme tổ chức thành các siêu cấu trúc lớn hơn còn được gọi là tinh thể hình cầu. Các tinh thể hình cầu là đồng nhất hơn và có kích cỡ nhỏ hơn tinh thể hình cầu được tạo ra khi không có mặt tác nhân kết tinh.

Có thể sử dụng các tác nhân kết tinh khác nhau đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này mà không giới hạn. Các ví dụ không giới hạn về các tác nhân kết tinh thích hợp bao gồm natri benzoate, nhôm adipat; nhôm p-t- butylbenzoat; các dẫn xuất sorbitol axetal chẳng hạn như 1,3,2,4-dibenzylidensorbitol, 1,3,2,4-bis(p-metylbenzyliden)sorbitol, 1,3,2,4-bis(p-etylbenzyliden)-sorbitol, 1,3-p-clobenzyliden-2,4-p-metylbenzyliden-sorbitol, 1,3-O-2,4-bis(3,4-đimetylbenzyliden)sorbitol, (có thể có được từ Milliken Chemical Spartanburg, SC với tên thương mại Millad® 3988), 1,3-O-2,4-bis(p-metylbenzyliden)sorbitol(cũng có thể có được từ Milliken Chemical với tên thương mại Millad® 3940); natri bis(4-t-butylphenyl)phosphat; natri bis(4-t-metylphenyl) phosphat; kali bis(4,6-di-t-butylphenyl) phosphat; natri 2,2'-metylen-bis(4,6-di-t-butylphenyl) phosphat (NA-11), natri 2,2'-etyliden-bis(4,6-di-t-butylphenyl)phosphat; bột talc; canxi cacbonat; và kết hợp bất kỳ của các chất nêu trên.

Theo một phương án, quy trình bao gồm việc tạo thành copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn khoảng 65 µg/g. Hàm lượng chất dễ bay hơi là nhỏ hơn 65 µg/g, hoặc nhỏ hơn 60 µg/g, hoặc nhỏ hơn 50 µg/g, hoặc nằm trong

khoảng từ 10 µg/g đến nhỏ hơn 65 µg/g.

Quy trình theo sáng chế có thể bao gồm hai hoặc nhiều phương án được bộc lộ trong bản mô tả này.

Sáng chế đề xuất copolyme propylen chịu va đập. Copolyme propylen chịu va đập này bao gồm polyme trên cơ sở propylen (pha nền) cùng với copolyme propylen/etylen (pha gián đoạn) được phân tán trong đó. Polyme trên cơ sở propylen có MFR lớn hơn khoảng 100g/10 phút. Copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn khoảng 60g/10 phút, giá trị Fc nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, giá trị Ec nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen có giá trị MFR lớn hơn khoảng 160g/10 phút và copolyme propylen chịu va đập có MFR lớn hơn khoảng 85g/10 phút. Theo một phương án khác, polyme trên cơ sở propylen có giá trị MFR lớn hơn khoảng 200g/10 phút và copolyme propylen chịu va đập có giá trị MFR lớn hơn khoảng 100g/10 phút. Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen có giá trị MFR lớn hơn khoảng 150g/10 phút. Theo một phương án khác polyme trên cơ sở propylen là polyme đồng nhất propylen.

Theo một phương án, polyme trên cơ sở propylen có một hoặc nhiều đặc tính sau: hàm lượng hòa tan xylen nhỏ hơn khoảng 4% trọng lượng, hoặc nhỏ hơn khoảng 2% trọng lượng; và T_{MF} lớn hơn khoảng 170°C.

Theo một phương án, không có thành phần polyme trong copolyme propylen chịu va đập này bị crackinh. Nói cách khác, copolyme propylen chịu va đập này chưa crackinh, polyme trên cơ sở propylen là chưa crackinh, và copolyme propylen/etylen là chưa crackinh.

Theo một phương án, copolyme propylen chịu va đập này có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65µg/g, hoặc nhỏ hơn khoảng 60µg/g, hoặc nhỏ hơn 50µg/g, hoặc nằm trong khoảng từ 10µg/g đến nhỏ hơn khoảng 65µg/g (VW PV3341).

Theo một phương án, copolyme propylen chịu va đập này có hàm lượng ALA ít nhất là 5 ppm, hoặc ít nhất là 10 ppm, hoặc ít nhất là 20 ppm, hoặc ít nhất là 30 ppm, hoặc nằm trong khoảng từ 5ppm đến khoảng 150 ppm.

Theo một phương án, copolyme propylen chịu va đập là copolyme propylen chịu va đập kết tinh.

Có thể sử dụng copolyme propylen chịu va đập theo sáng chế cho nhiều ứng dụng chẳng hạn như các bộ phận bên trong của máy móc ô tô khi yêu cầu có lượng chất dễ bay hơi thấp, và dùng cho đồ đựng có tiếp xúc với thực phẩm chẳng hạn như cốc và đồ đựng. Ngoài ra, nhiều mặt hàng đúc thông dụng chẳng hạn như đồ chơi, thùng, xô, và các mặt hàng thông dụng có thể áp dụng các đặc tính của sản phẩm dòng nóng chảy cao và các đặc tính độ bền va đập và/hoặc hàm lượng chất dễ bay hơi thấp của copolyme propylen chịu va đập theo sáng chế. Cũng có thể sử dụng copolyme propylen chịu va đập theo sáng chế để tạo ra sợi dùng cho thảm, chất liệu bọc, và tấm lót giấy.

Copolyme propylen chịu va đập có thể là hai hoặc nhiều phương án được bộc lộ trong bản mô tả này.

Định nghĩa

Tất cả các viện dẫn đến Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học trong bản mô tả này dùng để chỉ Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, được công bố và là bản quyền của CRC Press, Inc., 2003. Ngoài ra, bất kỳ viện dẫn nào đến nhóm và các nhóm se là đến nhóm hoặc các nhóm được nêu trong Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học sử dụng hệ thống IUPAC cho việc đánh số các nhóm. Trừ khi có quy định ngược lại, khi không được chỉ rõ trong bản mô tả, hoặc thông thường trong lĩnh vực kỹ thuật này, tất cả các giá trị phần và phần trăm là tính theo trọng lượng. Đối với các mục đích xử lý Patent Mỹ, nội dung của patent, đơn patent, hoặc công bố đơn bất kỳ được viện dẫn trong bản mô tả này được kết hợp vào đây theo cách viện dẫn toàn bộ (hoặc phiên bản đơn Mỹ tương đương được kết hợp theo cách viện dẫn), đặc biệt là xét về bộc lộ các kỹ thuật tổng hợp, định nghĩa (với điều kiện là không phải không phù hợp với định nghĩa bất kỳ được nêu trong bản mô tả này) và hiểu biết chung trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Thuật ngữ “chứa,” và các từ tương đương của nó, không được dự định để loại trừ sự có mặt của thành phần, bước hoặc quy trình bổ sung bất kỳ, cho dù nó có được bộc lộ trong bản mô tả này hay không. Để tránh sự không rõ ràng bất kỳ nào, tất cả chế phẩm được yêu cầu bảo hộ trong bản mô tả này thông qua việc sử dụng thuật ngữ “chứa” có thể bao gồm bất kỳ chất phụ gia, chất bổ trợ bổ sung, hoặc hợp chất cho dù là polyme hoặc theo cách khác, trừ khi có quy định ngược lại. Ngược lại, thuật ngữ,

“chủ yếu bao gồm” loại trừ khỏi phạm vi của chỉ dẫn tiếp theo thành phần, bước hoặc quy trình bất kỳ khác, chỉ trừ khi các yếu tố đó không phải là thiết yếu cho vận hành. Thuật ngữ “bao gồm” loại trừ thành phần, bước hoặc quy trình bất kỳ không được phác họa hoặc liệt kê cụ thể. Thuật ngữ “hoặc”, trừ khi được quy định theo cách khác, dùng để chỉ các thành phần được liệt kê một cách riêng rẽ cũng như trong kết hợp bất kỳ.

Khoảng trị số bất kỳ nêu trong bản mô tả này, bao gồm tất cả các giá trị từ giá trị dưới đến giá trị trên, với các số gia là một đơn vị, miễn là sự khác biệt ít nhất là 2 đơn vị giữa giá trị dưới bất kỳ và giá trị trên bất kỳ. Ví dụ nếu như quy định rằng lượng của một thành phần, hoặc giá trị của một chế phẩm hoặc đặc tính vật lý, chẳng hạn như, lượng của một hỗn hợp thành phần, nhiệt độ làm mềm, trị số nóng chảy, v.v., nằm trong khoảng từ 1 và 100, dự tính rằng tất cả các giá trị riêng biệt, chẳng hạn như, 1, 2, 3, v.v., và tất cả các khoảng nhỏ hơn, chẳng hạn như từ 1 đến 20, 55 đến 70, 197 đến 100, v.v., là được liệt kê cụ thể trong bản mô tả này. Đối với các giá trị nhỏ hơn một, một đơn vị được xem là 0,0001, 0,001, 0,01 hoặc 0,1, nếu thích hợp. Đây chỉ là những ví dụ về điều được dự tính cụ thể, tất cả kết hợp có thể có của giá trị số giữa giá trị dưới và giá trị trên được tính đến, được xem như là được nêu rõ ràng trong đơn này. Nói cách khác, khoảng trị số bất kỳ được nêu trong bản mô tả này bao gồm giá trị hoặc khoảng nhỏ bất kỳ trong phạm vi được nêu ra. Phạm vi số đã được nêu ra, như bản luận trong bản mô tả này, trị số nóng chảy tham chiếu, tốc độ dòng nóng chảy, và các tính chất khác.

Thuật ngữ “hỗn hợp” hoặc “hỗn hợp polyme” như được sử dụng ở bản mô tả này, là hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyme. Hỗn hợp như vậy có thể hoặc có thể không trộn lẫn với nhau (không được tách pha ở mức độ phân tử). Hỗn hợp như vậy có thể hoặc có thể không chứa một hoặc nhiều cấu hình miền, như được xác định bằng phổ điện tử truyền qua, sự tán xạ ánh sáng, sự tán xạ tia X, và các phương pháp khác đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Thuật ngữ “chế phẩm” như được sử dụng trong bản mô tả này, bao gồm hỗn hợp của chất liệu chứa chế phẩm này, cũng như các sản phẩm phản ứng và sản phẩm phân hủy được tạo thành từ các chất liệu của chế phẩm.

Thuật ngữ “polyme” là hợp chất cao phân tử được điều chế bằng cách polyme hóa monome thuộc cùng một loại hoặc khác nhau. “Polyme” bao gồm polyme đồng

nhất, copolyme, trime, chất đồng trùng hợp, và các chất tương tự. Thuật ngữ “chất đồng trùng hợp” dùng để chỉ polyme được điều chế bằng cách polyme hóa ít nhất hai loại monome hoặc comonome. Thuật ngữ này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở đó, copolyme (thường dùng để chỉ polyme được điều chế từ hai dạng monome hoặc comonome khác nhau), trime (thường dùng để chỉ polyme được điều chế từ ba dạng monome hoặc comonome khác nhau), tetrame (thường dùng để chỉ polyme được điều chế từ bốn dạng monome hoặc comonome khác nhau), và các dạng tương tự.

Thuật ngữ “chất đồng trùng hợp” được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ polyme được điều chế bằng cách polyme hóa ít nhất hai dạng monome khác nhau. Do đó, thuật ngữ chung chất đồng trùng hợp bao gồm copolyme, là thuật ngữ thường được sử dụng dùng để chỉ polyme được điều chế từ hai monome khác nhau, và polyme được điều chế từ nhiều hơn hai dạng monome khác nhau.

Thuật ngữ “polyme trên cơ sở olefin” là polyme, ở dạng được polyme hóa, chứa phần trăm trọng lượng đáng kể olefin, ví dụ như etylen hoặc propylen, dựa trên tổng trọng lượng của polyme. Các ví dụ không giới hạn về polyme trên cơ sở olefin bao gồm polyme trên cơ sở etylen và polyme trên cơ sở propylen.

Thuật ngữ “polyme trên cơ sở etylen” như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ polyme chứa phần trăm trọng lượng đáng kể etylen monome (dựa trên tổng trọng lượng của monome có thể polyme hóa), và tùy ý có thể chứa ít nhất một comonome được polyme hóa.

Thuật ngữ “chất đồng trùng hợp etylen/ α -olefin” như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ chất đồng trùng hợp chứa phần trăm trọng lượng đáng kể monome etylen được polyme hóa (dựa trên tổng trọng lượng của monome có thể polyme hóa), và ít nhất một α -olefin được polyme hóa.

Thuật ngữ “polyme trên cơ sở propylen,” như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ polyme chứa phần trăm trọng lượng đáng kể monome propylen được polyme hóa (dựa trên tổng trọng lượng của monome có thể polyme hóa), và tùy ý có thể chứa ít nhất một comonome được polyme hóa.

Thuật ngữ ‘alkyl’, như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ gốc hydrocacbon không vòng, mạch nhánh hoặc không phân nhánh, bão hòa hoặc không bão hòa. Các ví dụ không giới hạn về các gốc alkyl thích hợp bao gồm, ví dụ, metyl, etyl, n-propyl, i-propyl, 2-propenyl (hoặc alyl), vinyl, n-butyl, t-butyl, i-butyl (hoặc 2-

metylpropyl), v.v. Các alkyl này có 1 đến 22 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ “alkyl được thế,” như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ alkyl như vừa được mô tả ở trên trong đó một hoặc nhiều nguyên tử hydro liên kết với nguyên tử cacbon bất kỳ của alkyl được thế bằng một nhóm khác chẳng hạn như halogen, aryl, aryl được thế, xycloalkyl, xycloalkyl được thế, heteroxycloalkyl, heteroxycloalkyl được thế, halogen, haloalkyl, hydroxyl, amino, phosphide, alkoxy, amino, thio, nitro, và kết hợp của chúng. Các alkyl được thế thích hợp bao gồm, ví dụ như, benzyl, triflometyl và các chất tương tự.

Thuật ngữ “aryl,” như được sử dụng ở bản mô tả này, dùng để chỉ phần tử thay thế thơm có thể là một nhân thơm hoặc nhiều vòng thơm mà được ngưng tụ với nhau, được liên kết đồng hóa trị, hoặc được liên kết thông qua một nhóm chung chẳng hạn như gốc metylen hoặc etylen. Các vòng thơm có thể bao gồm phenyl, naphtyl, antraxenyl, và biphenyl, ngoài ra là các chất khác. Các aryl này có 1 và 20 nguyên tử cacbon.

Các phương pháp thử nghiệm

Môđun uốn được xác định theo ASTM D790-00 Method I, bằng cách sử dụng mẫu ASTM D638 Type 1 được thử nghiệm ở tốc độ 1,3 mm/phút.

Độ bền và đập Izod được đo theo ASTM D256.

Tốc độ dòng nóng chảy (MFR) được đo theo phương pháp thử nghiệm ASTM D1238-01 ở nhiệt độ 230°C với 2,16 kg trọng lượng polyme trên cơ sở propylen.

Độ hòa tan trong xylen (XS) được đo theo quy trình sau đây. Hòa tan 0,4g polyme trong 200 ml xylen đồng thời khuấy ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 30 phút. Sau đó, làm lạnh dung dịch này xuống 25°C và sau 30 phút phần polyme không tan được lọc đi. Phân tích dịch lọc thu được bằng bộ phân tích Polyme dòng chảy-Flow Injection Polyme Analysis-bằng cách sử dụng cột Viscotek ViscoGEL H-100-3078 với pha động THF chảy ở tốc độ 1,0 ml/phút. Cột này được nối với thiết bị dò Triple Detector Array Viscotek Model 302 Detector Array với bộ phận dò tán xạ ánh sáng, máy đo độ nhớt và máy đo khúc xạ vận hành ở nhiệt độ 45°C. Duy trì chuẩn độ dụng cụ bằng các chất chuẩn polystyrene Viscotek PolyCAL™.

Điểm nhiệt độ nóng chảy cuối T_{MF} là nhiệt độ để làm nóng chảy phần lớn hoàn toàn tinh thể trong mẫu và được xem như là phương pháp đo isotactic (đẳng cấu) và

độ kết tinh vốn có. Thử nghiệm này được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị quét nhiệt vi sai –Differential Scanning Calorimeter TA Q100. Mẫu được gia nhiệt từ 0°C đến 240°C với tốc độ 80°C/phút, được làm lạnh ở cùng một tốc độ xuống 0°C, sau đó được gia nhiệt tiếp ở cùng một tốc độ lên đến nhiệt độ 150°C, được giữ ở nhiệt độ 150°C trong thời gian 5 phút và được gia nhiệt từ 150°C đến 180°C ở tốc độ 1,25°C/phút. Xác định T_{MF} từ chu trình cuối này bằng cách tính toán bắt đầu của đường cơ sở ở cuối đường cong gia nhiệt.

Quy trình thử nghiệm

- (1) Hiệu chỉnh dụng cụ bằng indi có độ tinh khiết cao làm chất chuẩn.
- (2) Sục bộ đầu/ô dụng cụ một cách đều đặn bằng nitơ ở tốc độ chảy không đổi 50ml/phút.
- (3) Chuẩn bị mẫu:

Ép khuôn 1,5 g mẫu bột bằng cách sử dụng thiết bị ép khuôn Wabash Compression Molder 30-G302H-18-CX (30 tấn): (a) Gia nhiệt hỗn hợp ở nhiệt độ 230°C trong thời gian 2 phút ở điều kiện tiếp xúc; (b) nén mẫu ở cùng nhiệt độ bằng áp suất 20 tấn trong thời gian 1 phút; (c) làm nguội mẫu xuống nhiệt độ 45°F và giữ trong thời gian 2 phút bằng áp suất 20 tấn; (d) cắt tấm thành 4 mảnh có kích cỡ giống nhau, xếp các tấm này lại với nhau, và lặp lại các bước (a) đến (c) để làm đồng nhất mẫu.
- (4) Cân một mẫu mẫu (tốt hơn nếu có trọng lượng từ 5 đến 8 mg) từ tấm mẫu và gắn nó trong chảo mẫu nhôm tiêu chuẩn đưa chảo đã được gắn chứa mẫu ở phía mẫu của bộ đầu/ô dụng cụ và đặt chảo không được gắn gì vào phía tham chiếu. Nếu sử dụng bộ lấy mẫu tự động, cân ra một số phiên bản mẫu khác nhau và vận hành máy theo trình tự.
- (5) Đo lường:
 - (i) Lưu giữ số liệu: tắt
 - (ii) Tốc độ giảm 80,00°C/phút 240,00°C
 - (iii) Đẳng nhiệt trong thời gian 1,00 phút
 - (iv) Tốc độ giảm 80,00°C/phút xuống 0,00°C
 - (v) Đẳng nhiệt trong thời gian 1,00 phút
 - (vi) Tốc độ giảm 80,00°C/phút xuống 150,00°C
 - (vii) Đẳng nhiệt trong thời gian 5,00 phút

- (viii) Lưu giữ số liệu: bật
- (ix) Tốc độ giảm 1,25°C/phút xuống 180,00°C
- (x) Cuối quá trình

(6) Tính toán: Xác định T_{MF} bằng cách chặn hai đường. Kẻ một đường từ đường cơ sở ở nhiệt độ cao. Kẻ một đường nữa qua độ võng của đường cong gần với đầu cuối đường cong ở phía nhiệt độ cao.

Hàm lượng chất dễ bay hơi – được đo bằng phép phân tích khoảng cách tĩnh – static Headspace Analysis như được mô tả trong sách giáo khoa: Pyrolysi and GC in Polyme Analysis, edited by S.A. Liebman and E.J. Levy, Marcel Dekker, Inc., 185 Phân tích sắc ký khí/phương pháp sắc ký khí đầu trống (gas chromatography/head-space gas chromatography (GC-HS) analysis) được sử dụng rộng rãi trong ngành công nghiệp máy móc ô tô. Công ty Volkswagen AG đã xây dựng nên một tiêu chuẩn, mà được chấp nhận rộng rãi và được sử dụng trong ngành công nghiệp chế tạo chất dẻo. Tiêu chuẩn này đã được biết đến là “WW standard PV 3341” (hoặc “PV3341”). PV 3341 là một thử nghiệm trong đó mẫu có trọng lượng 2 gam được đưa vào bình nhỏ có khoảng cách trống để chứa thêm, giữ trong thời gian 5 giờ ở nhiệt độ 120°C và sau đó được phủ vào GC. Thực hiện quá trình định lượng bằng cách sử dụng kỹ thuật chuẩn bên ngoài dựa trên đáp ứng diện tích đỉnh của tiêu chuẩn axeton.

Bằng cách ví dụ và không giới hạn, các ví dụ của sáng chế được nêu ra sau đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

(1) Chất tiền xúc tác

SHAC 320 là chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta bao gồm titan, magiem và chất cho điện tử nội tại là di-isobutylphtalat và được điều chế theo ví dụ 1 của patent Mỹ số 6,825,146, toàn bộ nội dung của tài liệu được kết hợp vào bản mô tả theo cách viện dẫn.

Chất tiền xúc tác FV là chế phẩm chất tiền xúc tác Ziegler-Natta bao gồm titan, magie, và chất cho điện tử nội tại 1,3-diète như được bộc lộ trong đơn yêu cầu cấp patent châu âu số 728,769. Chất tiền xúc tác FC được điều chế như sau.

Ở nhiệt độ môi trường, trộn 350 g alcolat halogenua magie/titan hỗn hợp, 72 g 9,9-bis(metoxymetyl)-9H-fluoren, và 5,6 L hỗn hợp của titan (IV) clorua và clobenzen

50/50 (Thể tích). Khuấy hỗn hợp này ở nhiệt độ 105 đến 115°C trong thời gian 60 phút, để lắng, và lọc ở nhiệt độ 100°C. Chất rắn được khuấy trong 2,8 lít clobenzen ở nhiệt độ 85°C, để lắng, và lọc ở nhiệt độ 85°C. Khuấy hai lần chất rắn này trong 5,6 lít hỗn hợp mới tạo gồm 50/50 titan(IV) clorua và clobenzen ở nhiệt độ 105 đến 115°C trong thời gian 30 phút, để lắng và lọc ở nhiệt độ 100°C. Sau khi làm nguội, rửa chất rắn này hai lần bằng 5,2 lít hexan ở nhiệt độ 50 đến 60°C, sau đó rửa lần cuối bằng 5,6 lít 2-metylbutan ở nhiệt độ môi trường. Chất rắn này được trộn với 1,19 kg dầu khoáng, và xử lý huyền phù đặc thu được trong điều kiện chân không để tách loại các chất dễ bay hơi còn lại.

(2) Chất cho điện tử bên ngoài

Các mẫu A-E bao gồm chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED) với thành phần M-EED được chọn từ các chất sau đây:

DCPDMS: dixyclopentyldimetoxyasilan (SCA)

IPM: isopropyl myristat (ALA)

PTES: n-propyltriethoxyasilan (SCA2)

TEOS: tetraethoxyasilan (SCA2)

DiPDMS: diisopropyl dimethoxyasilan

Mẫu F bao gồm chất cho điện tử bên ngoài với thành phần được chọn từ các chất sau đây:

DCPDMS: dixyclopentyldimethoxyasilan (SCA)

IPM: isopropyl myristat (ALA)

Các mẫu G và H là copolyme chịu va đập thông thường. Mẫu H được điều chế bằng chế phẩm xúc tác mà bao gồm dixyclopentyldimethoxyasilan là chất cho điện tử bên ngoài. Các mẫu G và H được đưa ra như là các mẫu so sánh và không phải là phương án của sáng chế.

(3) Polyme hóa

Tiến hành sản xuất các mẫu A-F và mẫu H trong pha khí bằng cách sử dụng lò phản ứng tầng sôi liên kết như được mô tả trong patent Mỹ số 4,882,380, toàn bộ nội dung của tài liệu này được kết hợp vào bản mô tả này theo cách viện dẫn. Điều kiện polyme hóa là như được nêu ra trong bảng 2 sau đây.

Mẫu G là copolyme chịu va đập thông thường được tạo ra trong quy trình Spheripol, là quy trình nhiều bước đã biết bằng cách sử dụng lò phản ứng polyme hóa

pha lỏng trong giai đoạn thứ nhất, sau đó là một hoặc hai lò phản ứng polyme hóa pha khí bổ sung để tạo ra pha cao su. Cấp sản phẩm hoàn thiện là cấp độ lò phản ứng (tức là không được giảm nhót)

Trong bước cuối của quá trình sản xuất các mẫu A-F, mỗi mẫu được xả ra bán liên tục vào hộp sợi và được tưới (hoặc khử hoạt tính) bằng nitơ ướt ở nhiệt độ 22°C bằng cách sử dụng khoảng 3 kg nước cho 100kg nhựa trong thời gian lên đến 3 giờ.

Sau khi nhựa từ mẫu H được xả ra khỏi lò phản ứng, nhựa này được khử hoạt tính bằng cách sục trong thời gian từ 1 đến 3 giờ bằng nitơ ướt ở nhiệt độ 22°C, bằng cách sử dụng 1 kg nước cho 1000 kg polyme.

Các mẫu A-F và H được trộn với các chất phụ gia được liệt kê trong bảng 4 bằng cách sử dụng máy đùn khớp nhau hai trục. Không thực hiện sục khí trên các mẫu này sau khi pha trộn.

Điều kiện Rx 1	A	B	C	D	E	F	G*	H*
Chất xúc tác	SHAC 320	SHAC 320	SHAC 320	SHAC 320	SHAC 320	FV		SHA C 320
Rx 1 H ₂ /C ₃	0,144	0,15	0,177	0,188	0,192	0,075		0,178
Nhiệt độ Rx (C)	70	70	70	70	70	70		65
Mol Al/DCPDMS	21,0	13,3	21,0	13,3	13,3	4,3		1
Mol Al/PTES		8,0	Na	8,0	8,0	Na		Na
Mol/Al/DiPD MS	8,2	Na	8,2	Na	Na	Na		Na
Mol/Al/IPM	3,5	3,3	3,5	3,3	3,3	2,8		Na
Rx1 Al/SCA	2,1	2	2,1	2	2	1,7		1
Rx1 Al/Ti	49	49	49	49	49	49		40
Áp suất propylen một phần		2208	2208	2208	2208	2202		2622
Thời gian lưu Rx 1 (giờ)	2,7	2,9	3,1	3	2,9	3,3		1,3

MFR (polyme đồng nhất) dg/phút	139,0	153,0	210,0	195,0	205,0	187,0		6,1
XS (polyme đồng nhất) % trọng lượng	1,7	1,6	2,3	1,7	1,8	1,8		1,6
Điều kiện Rx2								
Nhiệt độ Rx2 (C)	70	70	70	70	70	70		70
Áp suất propylen một phần Rx 2 (psi)	95	78	93	88	81	82		41
Thời gian lưu Rx 2 (giờ)	2	2,1	2,1	2	2	2		1
Rx 2 H ₂ /C ₃	0,023	0,022	0,023	0,022	0,021	0,017		0,096
Hàm lượng chất dễ bay hơi	47,7	55,6			58,45	46,9	70,4	125
Đặc tính sản phẩm viên								
MFR (g/10 phút)	78	74	80	90	108	82	82	33
Ec (% trọng lượng)	44,5	45,2	43,4	44,3	44,5	43,4	49,3	52
Fc (% trọng lượng)	17,3	16,9	18,5	18,2	17,3	18,4	18,9	17
Không kết tinh								
ISO Flex Chord (psi)	173,45 5	176,14 6	162,11 6	169,68 9	170,57 4	157,45 1		

ISO Flex Chord (MPa)	1,197	1,215	1,119	1,171	1,177	1,086		
ISO Notched Izod@23C (KJ/M ²)	7,63	8,39	9,73	9,47	8,4	9,85		
ISO Charpy ở 23°C (KJ/M ²)	7,21	7,85	8,42	8,31	7,83	9,2		

*= So sánh

Bảng 3

Được kết tinh bằng 1000 ppmw NA-11	A	B	C	D	E	F	G*	H*
ISO Flex Chord (psi)	221,093	221,552	210,400		218,637	197,370		
	1,526	1,529	1,452		1,509	1,362		
ISO Notched Izod @23C (KJ/M ²)	7,49	7,81	8,08		7,02	10		
ISO Charpy ở 23°C (KJ/M ²)	7,21	7,63	8,27		6,59	10		
Được kết tinh bằng 500ppmwN aBz								
ISO Flex Chord (MPa)	1,380	1,396					1,41 3	1493* *
ISO	7,4	8,03					7,4	8,3**

Notched Izod @23C (KJ/M ²)								
ISO Charpy ở 23°C (KJ/M ²)	7,4	7,4					6,8	
Mô đun uốn cát tuyến ASTM 1% (MPa)								1539
ASTM RT Izod (J/m)								76

*= So sánh

**= Các giá trị được tính toán dựa trên tương quan với các giá trị ASTM được liệt kê trong bảng này

Bảng 4

Các chất phụ gia (ppmw)	Ví dụ A-G
Irganox 1010 (chất chống oxy hóa phenolic không tự do)	1000
Irgafos 168 (chất lỏng oxy hóa phosphite)	1000
GMS (Glyxerol monostearat)	6000
Canxi Stearat (chất nhận axit)	600
Nếu được kết tinh bằng NA-11	
NA-11 – tác nhân kết tinh	1000
Nếu được kết tinh bằng NaBz	
Canxi stearat	0
Kẽm oxit (chất nhận axit)	200
NaBz (Natri benzoate)	500

	Ví dụ H
Irganox 1010	750
Chất chống oxy hóa P-EPQ- Phosphit	750
Chất làm trơn Acrawax C	500
Thụ thể axit DHT-4A Zeolit	250
NaBz	500

Các mẫu A-F có hàm lượng chất dễ bay hơi thấp hơn mẫu H đối chứng cho dù mẫu A-F có MFR cao hơn mẫu H.

Mẫu F thể hiện bằng cách sử dụng chất xúc tác khác (chất xúc tác FV) kết hợp với IPM và DCPDMS có thể đạt được cùng một kết quả, cụ thể là, sản xuất copolyme propylen chịu va đập với dòng nóng chảy cao và hàm lượng chất dễ bay hơi thấp. Ngoài ra, bằng cách sử dụng IPM kết hợp với DCPDMS nhỏ hơn, điều này cho phép giảm thêm chi phí vì DCPDMS là đắt hơn.

Mỗi mẫu A và B các đặc tính chịu va đập và độ cứng giống, hoặc về cơ bản giống với mẫu G (bằng cách sử dụng về cơ bản là cùng, hoặc cùng các chất phụ gia). Đáng ngạc nhiên và ngoài mong đợi là copolyme propylen chịu va đập theo sáng chế được tạo ra trong pha khí là tốt hơn về hàm lượng chất dễ bay hơi. Đặc biệt là, mỗi mẫu A và B có hàm lượng chất dễ bay hơi thấp hơn mẫu G.

Dự tính cụ thể rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án và minh họa được nêu trong bản mô tả này, mà còn bao gồm các dạng cải biến của phương án này bao gồm từng phần của các phương án và kết hợp các dấu hiệu của các phương án khác nhau đều nằm trong phạm vi của yêu cầu bảo hộ sau đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Quy trình polyme hóa bao gồm các bước:**

polyme hóa pha khí trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D1238-01 (230°C, 2,16 kg);

đưa polyme trên cơ sở propylen hoạt tính này vào lò phản ứng thứ hai;

cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính tiếp xúc với ít nhất một olefin trong lò phản ứng thứ hai trong điều kiện polyme hóa; và

tạo ra copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 60g/10 phút.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước cho propylen và tùy ý ít nhất một olefin khác tiếp xúc với chế phẩm xúc tác trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, chế phẩm xúc tác này chứa chất tiền xúc tác, chất đồng xúc tác và chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (mixed external electron donor: M-EED) là tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (first selectivity control agent: SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (second selectivity control agent: SCA2), và tác nhân giới hạn hoạt tính (activity limiting agent: ALA).

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,3 trong thiết bị được chọn từ nhóm bao gồm lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, lò phản ứng polyme hóa thứ hai, và kết hợp của chúng.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,1 trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai.

5. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước đưa vào lò phản ứng thứ hai một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (SCA2), tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA), và kết hợp của chúng.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính tiếp xúc với propylen và etylen và tạo ra copolyme propylen chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng và giá trị E_c nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

7. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước tạo ra copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$ được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

8. Quy trình theo điểm 1, trong đó quy trình này bao gồm bước tự giới hạn quy trình polyme hóa bằng chế phẩm xúc tác nêu trên khi nhiệt độ cao hơn 100°C trong lò phản ứng được chọn từ nhóm bao gồm lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, lò phản ứng polyme hóa thứ hai, và kết hợp của chúng.

9. Quy trình polyme hóa bao gồm các bước:

cho trong lò phản ứng polyme hóa trong điều kiện polyme hóa, ít nhất một olefin tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D-1238-01 (230°C, 2,16 kg); và

tạo ra copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 85g/10 phút.

10. Quy trình theo điểm 9, trong đó quy trình này bao gồm bước cho ít nhất một olefin nêu trên tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng polyme hóa pha khí.

11. Quy trình theo điểm 9, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H_2/C_3 nhỏ hơn 0,20.

12. Quy trình theo điểm 9, trong đó quy trình này bao gồm polyme trên cơ sở propylen hoạt tính là chế phẩm xúc tác tự giới hạn hoạt tính, quy trình này bao gồm việc tự giới hạn quy trình polyme hóa khi nhiệt độ trong lò phản ứng polyme hóa lớn hơn 100°C.

13. Quy trình theo điểm 9, trong đó quy trình này bao gồm bước cho propylen và etylen tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính; và tạo ra copolyme propylen chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, và giá trị E_c nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

14. Quy trình theo điểm 9, bao gồm bước tạo ra copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$ được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

15. Copolyme propylen chịu va đập bao gồm:

polyme trên cơ sở propylen có tốc độ dòng nóng chảy (MFR) lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D-1238-01 (230°C, 2,16 kg);

copolyme propylen/etylen được phân tán trong polyme trên cơ sở propylen này; và

copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 60g/10 phút, giá trị F_c nằm trong khoảng 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, giá trị E_c nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

16. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 15, trong đó MFR của polyme trên cơ sở propylen này lớn hơn 160g/10 phút và MFR của copolyme propylen chịu va đập là lớn hơn 85g/10 phút.

17. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 15, trong đó polyme trên cơ sở propylen này có đặc tính được chọn từ nhóm bao gồm hàm lượng chất hòa tan trong xylen nhỏ hơn khoảng 4%, T_{MF} lớn hơn khoảng 170°C, và kết hợp của chúng.

18. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 15, trong đó polyme trên cơ sở propylen này là chưa crackinh.

19. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 15, trong đó copolyme này chứa hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$ được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

20. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 15, trong đó copolyme này chứa tác nhân giới hạn hoạt tính với lượng ít nhất 5 ppm.

21. Quy trình polyme hóa bao gồm các bước:

cho propylen và tùy ý ít nhất một olefin khác tiếp xúc với chế phẩm xúc tác trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất trong điều kiện polyme hóa pha khí, chế phẩm xúc tác này là chất tiền xúc tác có chất cho điện tử nội tại diete là 9,9-bis(metoxymetyl)-9H-flouren, chất đồng xúc tác và chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED) chứa tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1) là đixyclopentylđimetoxysilan và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA) là isopropyl myristat;

tạo ra trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D1238-01 (230°C, 2,16 kg);

cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính tiếp xúc với ít nhất một olefin trong lò phản ứng thứ hai trong điều kiện polyme hóa; và

tạo ra copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 60g/10 phút và độ bền va đập Izod là 9, 85 kJ/m².

22. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H₂/C₃ nhỏ hơn 0,3 trong một hoặc cả hai lò phản ứng.

23. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H₂/C₃ nhỏ hơn 0,1 trong lò phản ứng thứ hai.

24. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm bước đưa vào lò phản ứng thứ hai một thành phần được chọn từ nhóm bao gồm chất cho điện tử hỗn hợp bên ngoài (M-EED), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ nhất (SCA1), tác nhân kiểm soát độ chọn lọc thứ hai (SCA2), tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA), và kết hợp của chúng.

25. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm bước cho polyme trên cơ sở propylen hoạt tính tiếp xúc với propylen và etylen và tạo ra copolyme propylen chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng và giá trị E_c nằm trong khoảng 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

26. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm bước tạo ra copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 µg/g được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

27. Quy trình theo điểm 21, trong đó quy trình này bao gồm bước tự giới hạn hoạt tính quy trình polyme hóa bằng chế phẩm xúc tác khi nhiệt độ cao hơn 100°C trong lò phản ứng được chọn từ nhóm bao gồm lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, lò phản ứng polyme hóa thứ hai, và kết hợp của chúng.

28. Quy trình polyme hóa bao gồm các bước:

cho trong lò phản ứng trong điều kiện polyme hóa, ít nhất một olefin tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D-1238-01 (230°C, 2,16kg) và chế phẩm xúc tác chứa chất tiền xúc tác có chất cho điện tử nội tại diene là 9,9-bis(metoxymetyl)-9H-fluoren và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA) là isopropyl myristat; và

tạo ra copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 85g/10 phút, độ bền va đập Izod 9,85 kJ/m², và ALA với lượng ít nhất 5 ppm.

29. Quy trình theo điểm 28, trong đó quy trình này bao gồm bước cho ít nhất một olefin tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính trong lò phản ứng polyme hóa pha khí.

30. Quy trình theo điểm 28, trong đó quy trình này bao gồm việc duy trì tỷ lệ mol H₂/C₃ nhỏ hơn 0,2.

31. Quy trình theo điểm 28, trong đó polyme trên cơ sở propylen hoạt tính chứa chế phẩm xúc tác tự giới hạn hoạt tính, quy trình này bao gồm bước tự giới hạn quy trình polyme hóa khi nhiệt độ trong lò phản ứng polyme hóa là lớn hơn 100°C.

32. Quy trình theo điểm 28, trong đó quy trình này bao gồm bước cho propylen và etylen tiếp xúc với polyme trên cơ sở propylen hoạt tính; và tạo ra copolyme propylen

chịu va đập có giá trị F_c nằm trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng và giá trị E_c nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng.

33. Quy trình theo điểm 28, trong đó quy trình này bao gồm việc tạo ra copolyme propylen chịu va đập có hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$ được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

34. Copolyme propylen chịu va đập bao gồm:

polyme trên cơ sở propylen có tốc độ dòng nóng chảy (MFR) lớn hơn 100g/10 phút được đo theo ASTM D-1238-01 (230°C, 2,16 kg);

copolyme propylen/etylen được phân tán trong polyme trên cơ sở propylen này, và

copolyme propylen chịu va đập có tốc độ dòng nóng chảy lớn hơn 60g/10 phút, giá trị F_c ở trong khoảng từ 5% trọng lượng đến 50% trọng lượng, giá trị E_c nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến 90% trọng lượng, độ bền va đập Izod là 9,85 kJ/m² và tác nhân giới hạn hoạt tính (ALA) là isopropyl myristat với lượng ít nhất 5 ppm.

35. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 34, trong đó MFR của polyme trên cơ sở propylen là lớn hơn 160g/10 phút và MFR của copolyme chịu va đập là lớn hơn 85g/10 phút.

36. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 34, trong đó polyme trên cơ sở propylen có hàm lượng chất hòa tan trong xylen nhỏ hơn 4%.

37. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 34, trong đó polyme trên cơ sở propylen này là chưa crackinh.

38. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 34, trong đó copolyme này chứa hàm lượng chất dễ bay hơi nhỏ hơn 65 $\mu\text{g/g}$ được đo theo tiêu chuẩn VW PV3341.

39. Copolyme propylen chịu va đập theo điểm 34, trong đó copolyme này có T_{MF} lớn hơn 170°C.