



(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) 
1-0020067

(51)⁷ **C08F 10/00**

(13) **B**

(21)	1-2013-01896	(22)	21.12.2011		
(86)	PCT/TH2011/000051	21.12.2011	(87)	WO2012/099549	26.07.2012
(30)	1001001960	22.12.2010	TH		
(45)	26.11.2018	368	(43)	25.09.2013	306
(73)	PTT GLOBAL CHEMICAL PCL (TH) 555/1, Energy Complex Building A, 14th-18th Floor, Vibhavadi Rangsit Road, Chatuchak, Bangkok 10900, Thailand				
(72)	SAMINGPRAI, Sutheerawat (TH), CHUENCHEEP, Worawat (TH), SUTTIPITAKWONG, Pattiya (TH), CHANDAVASU, Chaya (TH)				
(74)	Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)				

(54) **PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẤT MANG MAGIE HALOGENUA LÀM THÀNH PHẦN XÚC TÁC CHO PHẢN ỨNG TRÙNG HỢP OLEFIN**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế chất mang magie halogenua để dùng làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin, trong đó chất mang magie halogenua là chất rắn được điều chế theo cách có sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo, tốt hơn là rượu béo được etoxylat hóa.

Phương pháp này bao gồm các bước:

- (a) bổ sung hợp chất magie halogenua vào dung môi hữu cơ, và gia nhiệt;
- (b) làm lạnh hỗn hợp thu được ở bước (a) một cách nhanh chóng đến nhiệt độ trong phòng hoặc thấp hơn trong dung môi hữu cơ trơ chứa chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo được chọn từ rượu béo đã được etoxylat hóa; và
- (c) rửa sản phẩm cộng magie halogenua bằng dung môi hữu cơ trơ khan, và làm khô.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực hóa học, cụ thể là liên quan đến hỗn hợp và quy trình hóa học. Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chất mang magie halogenua để làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Sự hình thành các hạt bụi trong quá trình trùng hợp là một trong những vấn đề quan trọng trong ngành công nghiệp sản xuất chất dẻo. Các hạt bụi này bắt nguồn từ polyme có cỡ hạt rất nhỏ, có nghĩa là, polyme có cỡ hạt nhỏ hơn 75 micromet. Nếu các hạt bụi có mặt với lượng lớn, chúng có xu hướng làm cản trở quá trình sản xuất, do đó, ảnh hưởng đến sự keo tụ của polyme trong ống nạp, làm nghẽn ống nạp và gây ảnh hưởng xấu đến quá trình sản xuất. Nhìn chung, có nhiều phương pháp loại bỏ các hạt bụi này, ví dụ, sử dụng sàng và quạt để thổi chúng đi xa, hoặc lắp đặt bộ lọc trong quá trình sản xuất polyme. Tuy nhiên, đã phát hiện ra rằng có một số hạn chế đối với các phương pháp này để loại bỏ một cách có hiệu quả và ưu việt đối với toàn bộ bụi. Do đó, việc sử dụng các phương pháp nêu trên có xu hướng làm phức tạp hóa quá trình sản xuất cũng như làm tăng chi phí sản xuất. Vì vậy, việc ngăn cản hoặc làm giảm thiểu sự hình thành các hạt bụi nêu trên là được ưu tiên hơn.

Đã biết rằng hình dạng và cỡ hạt polyme và chất xúc tác, và sự phân bố của polyme là có liên quan với nhau, như được bộ lộ trong Ludwig L. Bohm, Angew. Chem. Int. Ed. 2003, 42, 5010 - 5030. Đó là, nếu chất xúc tác có hạt dạng hình cầu và sự phân bố cỡ hạt hẹp, cũng có thể dẫn đến sự sản xuất hạt hình cầu giống và sự phân bố cỡ hạt hẹp như của polyme. Do đó, đã có những nỗ lực nhằm cải thiện cỡ hạt và hình dạng của polyme qua việc sử dụng chất xúc tác có cỡ hạt và hình dạng thích hợp. Patent Nhật Bản số 6-287217 bộc lộ quy trình sản xuất polyme olefin, quy trình này sử dụng hợp chất xúc tác rắn nhằm thu được polyolefin có hạt hình cầu và có sự phân bố đường kính hạt ở phạm vi hẹp. Ngoài ra, không có một loại polyme nào có cỡ nhỏ hơn 200 μ m, được sản xuất khi chưa qua quá trình trong đó có sử dụng lượng chất hoạt

động bề mặt không ion tăng trong bước điều chế chất xúc tác nhằm loại bỏ sự tạo thành các hạt cỡ nhỏ của chất xúc tác rắn nêu trên.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 3-140308 bộc lộ phương pháp sản xuất chất xúc tác cho phản ứng trùng hợp olefin, khác biệt ở chỗ, hợp chất phức thu được từ phản ứng giữa hợp chất magie với rượu trong dung môi hữu cơ trơ của nó được khuấy cho đến khi nó được trộn cùng nhau ở nhiệt độ cao hơn điểm chảy mềm của nó bằng cách sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion, và sau đó làm lạnh dung dịch đã được huyền phù hóa một cách nhanh chóng mà không có sự thất thoát đáng kể rượu. Phương pháp này tạo ra chất xúc tác rắn có hạt hình cầu. Sau đó, chất xúc tác rắn này được làm khô một phần, và được xử lý bằng titan được halogen hóa hoặc hợp chất cho electron.

Tuy nhiên, các chất hoạt động bề mặt không ion được bộc lộ trong cả hai tài liệu sáng chế của Nhật Bản là các chất hoạt động bề mặt trong nhóm este sorbitan. Việc sử dụng este sorbitan trong phạm vi công nghiệp có thể đặt ra những khó khăn do độ ổn định thấp của hệ thống nhũ tương của nó và có thể sau đó tạo ra chất mang magie halogenua có hình dạng không mong muốn.

Nhằm giải quyết vấn đề này, mục đích của sáng chế là đề xuất chất mang magie halogenua và quy trình điều chế hợp chất này để sử dụng làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin nhằm thu được olefin được trùng hợp có hình cầu và sự phân bố cỡ hạt hẹp mong muốn, cũng như bụi có cỡ hạt nhỏ hơn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một khía cạnh của sáng chế là đề xuất quy trình điều chế chất mang magie halogenua để làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin, trong đó chất mang magie halogenua là chất rắn thu được từ quy trình điều chế chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu, cụ thể là rượu béo đã được etoxylat hóa.

Quy trình này bao gồm các bước:

- (a) bổ sung hợp chất magie halogenua vào dung môi hữu cơ, và gia nhiệt;

(b) làm lạnh một cách nhanh chóng hỗn hợp thu được ở bước (a) đến nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ thấp hơn trong dung môi hữu cơ trơ và chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo đã được etoxylat hóa trên cơ sở sinh học; và

(c) rửa chất mang magie halogenua bằng dung môi hữu cơ trơ khan, và sau đó làm khô,

trong đó chất hoạt động bề mặt không ion là rượu béo đã được etoxylat hóa.

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình điều chế chất mang magie halogenua có hình cầu, và có sự phân bố cỡ hạt hẹp nhằm sử dụng nó làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ thể hiện đồ thị phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua được điều chế bằng phương pháp làm nguội chậm và phương pháp làm nguội nhanh.

Fig.2 là các ảnh chụp chất mang magie halogenua được điều chế theo cách không sử dụng chất hoạt động bề mặt bằng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM) và kính hiển vi quang học (optical microscope - OM).

Fig.3 là các ảnh chụp chất mang magie halogenua được điều chế theo cách không sử dụng chất hoạt động bề mặt bằng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM) và kính hiển vi quang học (optical microscope - OM).

Fig.4 là các ảnh chụp của chất mang magie halogenua được điều chế theo cách không sử dụng chất hoạt động bề mặt bằng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM) và kính hiển vi quang học (optical microscope - OM).

Fig.5 là hình vẽ thể hiện đồ thị phân bố cỡ hạt của chất mang magie stearat được điều chế theo cách không sử dụng chất hoạt động bề mặt mà sử dụng natri lauryl ete sulfat (SLES), và theo cách có sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion theo sáng chế.

Fig.6 là ảnh chụp bằng kính hiển vi quang học của chất mang magie halogenua được điều chế theo cách có sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion theo sáng chế ở các nồng độ khác nhau.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế chất mang magie halogenua để làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp polyolefin, quy trình này sẽ được mô tả trong các khía cạnh khác nhau dưới đây.

Giải thích thuật ngữ

Các thuật ngữ kỹ thuật và thuật ngữ khoa học được sử dụng trong bản mô tả này có các ý nghĩa như được hiểu bởi những người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng, trừ khi có quy định khác.

Việc sử dụng danh từ số ít hoặc đại từ khi được sử dụng cùng với thuật ngữ "bao gồm" trong yêu cầu bảo hộ và/hoặc trong bản mô tả có nghĩa là "một" và còn bao gồm "một hoặc nhiều", "ít nhất một" và "một hoặc nhiều hơn một".

Trong toàn bộ đơn này, thuật ngữ "khoảng" được sử dụng để nhận diện giá trị bất kỳ được thể hiện hoặc được xuất hiện trong sáng chế có thể bị biến đổi hoặc bị lệch. Sự biến đổi hoặc sai lệch có thể là do các lỗi của thiết bị và phương pháp được sử dụng để xác định nhiều giá trị khác nhau.

Các thuật ngữ "bao gồm", "có" và "gồm" là các động từ liên kết kết thúc mở. Một hoặc nhiều động từ này như "bao gồm", "mà bao gồm", "có", "mà có", "gồm", "mà gồm" cũng được kết thúc mở. Ví dụ, bất kỳ phương pháp mà có thuật ngữ "bao gồm", "có" hoặc "gồm" một hoặc nhiều bước, được hiểu là không chỉ giới hạn ở một hoặc nhiều bước này.

Dụng cụ, thiết bị, phương pháp hoặc hóa chất bất kỳ được nêu rõ ở đây, trừ khi được nêu rõ khác, được dùng có nghĩa là các dụng cụ, thiết bị, phương pháp hoặc hóa chất mà được sử dụng một cách phổ biến bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

A. Quy trình điều chế chất mang magie halogenua

Phương án theo sáng chế là quy trình điều chế chất mang magie halogenua qua chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo đã được etoxylat hóa trên cơ sở sinh học.

Ưu tiên là, rượu béo đã được etoxylat hóa theo sáng chế là rượu béo đã được etoxylat hóa bao gồm ít nhất 1 nhưng không quá 12 nhóm etoxylat.

Ưu tiên hơn là, rượu béo bao gồm từ 1 đến 5 nhóm etoxylat.

Theo một khía cạnh của sáng chế, chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có thể bao gồm ít nhất một mạch có 6 đến 22 nguyên tử cacbon.

Ưu tiên là, rượu béo theo sáng chế này bao gồm ít nhất một mạch có 12 đến 14 nguyên tử cacbon.

Chất hoạt động bề mặt không ion là rượu béo trên cơ sở sinh học mà có thể bao gồm mạch no và không no, trong đó mạch có một số chẵn nguyên tử cacbon mà có thể là mạch thẳng, mạch nhánh hoặc vòng thơm.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo trên cơ sở sinh học cho quy trình điều chế chất mang magie halogenua có nguồn gốc từ rượu octylic, rượu octyl-dexyl, rượu dexyl, rượu lauryl, rượu lauryl-miristyl, rượu lauryl-xetyl, rượu miristyl, rượu xetyl, rượu xetyl-stearyl, rượu stearyl hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có thể thu được từ dầu cọ là nguồn trên cơ sở sinh học.

Quy trình điều chế chất mang magie halogenua thông qua chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo gồm các bước sau:

một cách ngẫu nhiên, trừ khi được nêu rõ khác, chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo được sử dụng trong pha lỏng hoặc nửa lỏng trong đó mỗi bước được tiến hành dưới môi trường khí nitơ;

(a) bổ sung hợp chất magie halogenua vào dung môi hữu cơ, và gia nhiệt cho đến khi hợp chất tan chảy;

(b) làm lạnh một cách nhanh chóng hỗn hợp thu được ở bước (a) đến nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ thấp hơn, trong dung môi hữu cơ trơ chứa chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo đã được etoxylat hóa trên cơ sở sinh học ở nồng độ nằm trong khoảng từ 0,01% đến 5% trọng lượng/thể tích; và

(c) rửa magie halogenua bằng dung môi hữu cơ trơ khan, và làm khô.

Chất hoạt động bề mặt không ion là rượu béo đã được etoxylat hóa trên cơ sở sinh học.

Ưu tiên là, bước (c) được tiến hành trong điều kiện chân không hoặc khí trơ.

Dung môi hữu cơ có thể ưu tiên trong bước (a) là dung môi rượu hoặc ete.

Dung môi rượu mà có thể được sử dụng trong bước (a) là rượu béo có 1 đến 10 nguyên tử cacbon, hoặc hỗn hợp của chúng, mà có thể được chọn từ etanol, isopropanol, butanol, hexanol, octanol, và 2-etyl hexanol.

Dung môi ete mà có thể được sử dụng trong bước (a) là ete béo hoặc ete không béo có 2 đến 6 nguyên tử cacbon, hoặc hỗn hợp của nó.

Theo một khía cạnh của sáng chế, trong bước (a) hợp chất của magie và dung môi hữu cơ được sử dụng theo tỷ lệ mol là nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1:15.

Theo một khía cạnh theo sáng chế, bước (a) được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25°C đến 150°C.

Dung môi hữu cơ trơ có thể ưu tiên trong bước (b) là dung môi hữu cơ trơ có điểm sôi từ 30°C đến 200°C.

Ưu tiên, dung môi hữu cơ trơ trong bước (b) được chọn từ alkan hoặc hợp chất thơm có 5 đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc hỗn hợp của chúng, mà có thể được chọn từ pentan, hexan, heptan và decan.

Hợp chất magie có thể ưu tiên trong sáng chế này là magie clorua khan.

Tốc độ trộn của mỗi bước trong quá trình điều chế chất mang magie halogenua là nằm trong khoảng từ 300 đến 1200 vòng/phút.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ dưới đây thể hiện sáng chế mà không nhằm mục đích làm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

- 0,02 mol magie clorua khan ($MgCl_2$) được hòa tan trong 0,12-0,25 mol etanol (C_2H_5OH) ở nhiệt độ lớn hơn 90°C với tốc độ khuấy là 300-900 vòng/phút.

- Hỗn hợp được kết tủa ngay ở nhiệt độ 0°C trong 200ml dung dịch heptan (C_7H_{16}) với sự có mặt của chất hoạt động bề mặt không ion với lượng từ 0,01% đến 5% trọng lượng/thể tích ở tốc độ khuấy là 800-1200 vòng/phút.

- Sau đó, sản phẩm cộng của magie halogenua được rửa bằng hexan khan nhiều lần ở tốc độ khuấy là 300-500 vòng/phút và được làm khô trong điều kiện chân không.

Một cách ngẫu nhiên, chất mang magie halogenua dạng rắn sẽ xuất hiện ở bước (b).

Dưới đây là quá trình điều chế chất mang magie halogenua trong các dạng khác nhau theo sáng chế này, mà ảnh hưởng đến hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua.

I. Phương pháp làm lạnh

Thử nghiệm so sánh ảnh hưởng của phương pháp làm lạnh lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua đã được thực hiện, và kết quả của thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 1 và trên Fig.1.

Bảng 1: Ảnh hưởng của phương pháp làm lạnh lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua.

Phương pháp làm lạnh	Cỡ hạt chất mang magie halogenua			
	D[3,2] (μm)	Khẩu độ	D[4,3] (μm)	D50 (μm)
Làm lạnh chậm	105,9	1,8	186,8	164,6
Làm lạnh nhanh	28,2	2,0	58,5	50,6

II. Các loại chất hoạt động bề mặt

Thử nghiệm so sánh ảnh hưởng của chất hoạt động bề mặt lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua đã được thực hiện bởi không sử dụng bất kỳ chất hoạt động bề mặt nào, sử dụng chất hoạt động bề mặt natri lauryl ete sulfat (SLES), và sử dụng chất hoạt động bề mặt không ion theo sáng chế. Nồng độ của chất

hoạt động bề mặt là 1% trọng lượng/thể tích và kết quả của thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 2 và trên các hình vẽ từ Fig.2 đến Fig.5.

Bảng 2: Ảnh hưởng của chất hoạt động bề mặt lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua.

Các loại chất hoạt động bề mặt	Cỡ hạt của chất mang magie halogenua		
	D[3,2]	D(50)	Khẩu độ
Không có chất hoạt động bề mặt	28,2	50,6	2,0
SLES	29,2	49,3	1,9
Chất hoạt động bề mặt không ion $R_x(OC_2H_4)_yOH$	29,8 - 32,5	55,2 - 61,2	1,9 - 2,0

Lưu ý: x là một số nguyên nhận trị số từ 12 đến 14

y là số nguyên nhận trị số từ 3 đến 5

R là nhóm alkyl

III. Nồng độ của chất hoạt động bề mặt

Thử nghiệm so sánh ảnh hưởng của nồng độ của chất hoạt động bề mặt không phân cực lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua đã được thực hiện, và kết quả của thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 3 và trên Fig.6.

Bảng 3: Ảnh hưởng của nồng độ của chất hoạt động bề mặt không ion lên hình dạng và sự phân bố cỡ hạt của chất mang magie halogenua.

Nồng độ của chất hoạt động bề mặt không ion (% trọng lượng/thể tích)	Cỡ hạt của chất mang magie halogenua			
	D[3,2] (μm)	Khẩu độ	D[4,3] (μm)	D50 (μm)
0	35,2	1,9	67,1	59,4
0,5	42,9	2,1	91,4	76,3
1,0	41,7	1,9	77,6	66,8
1,5	28,0	1,7	50,6	45,2
2,0	28,0	1,5	46,2	42,9
3,0	21,1	1,4	32,0	29,3

Phương án tốt nhất của sáng chế

Phương án tốt nhất của sáng chế là phương án như được bộc lộ trong phần mô tả chi tiết sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế chất mang magie halogenua để dùng làm thành phần xúc tác trong phản ứng trùng hợp olefin, phương pháp này bao gồm các bước:

(a) bổ sung hợp chất magie halogenua vào dung môi hữu cơ, và gia nhiệt;

(b) làm lạnh một cách nhanh chóng hỗn hợp thu được ở bước (a) đến nhiệt độ trong phòng hoặc thấp hơn trong dung môi hữu cơ trơ chứa chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo được chọn từ rượu béo đã được etoxylat hóa trên cơ sở sinh học với nồng độ nằm trong khoảng từ 0,01% đến 5% trọng lượng/thể tích; và

(c) rửa sản phẩm cộng magie halogenua bằng dung môi hữu cơ trơ khan, và làm khô.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa ít nhất từ 1 đến 12 nhóm etoxylat.

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa ít nhất từ 1 đến 5 nhóm etoxylat.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa mạch có số nguyên tử cacbon là số chẵn.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có cấu trúc hỗn hợp gồm các mạch no và không no.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa ít nhất một mạch có 6 đến 22 nguyên tử cacbon.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa ít nhất một mạch có 12 đến 14 nguyên tử cacbon.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo chứa các mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng không phải vòng thơm.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo được dẫn xuất từ rượu octyl, rượu octyl-dexyl, rượu dexyl, rượu lauryl, rượu lauryl-miristyl, rượu lauryl-xetyl, rượu miristyl, rượu xetyl, rượu xetyl-stearyl, rượu stearyl hoặc hỗn hợp của các rượu này.
10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có nguồn gốc từ dầu cọ.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có mặt ở dạng pha lỏng hoặc pha nửa lỏng.
12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có mặt với nồng độ nằm trong khoảng từ 0,5% đến 3% trọng lượng/thể tích.
13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu béo có mặt với nồng độ nằm trong khoảng từ 1% đến 2% trọng lượng/thể tích.
14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hợp chất magie halogenua là hợp chất magie khan.
15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi hữu cơ ở bước (a) là rượu hoặc hỗn hợp của chúng.
16. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi rượu ở bước (a) là rượu béo có 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc hỗn hợp của chúng.
17. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi rượu ở bước (a) được chọn từ etanol, isopropanol, butanol, hexanol, octanol, 2-etyl hexanol hoặc hỗn hợp của chúng.

18. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó dung môi ở bước (a) là ete béo hoặc ete vòng béo có 2 đến 6 nguyên tử cacbon hoặc hỗn hợp của chúng.
19. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ mol giữa hợp chất magie halogenua và dung môi hữu cơ ở bước (a) nằm trong khoảng từ 1:2 đến 1:15.
20. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bước (a) được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25°C đến 150°C.
21. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất mang magie halogenua xuất hiện ở dạng chất rắn ở bước (b).
22. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi hữu cơ trơ ở bước (b) là hydrocacbon béo, hydrocacbon thơm hoặc hỗn hợp của chúng.
23. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi hữu cơ trơ ở bước (b) là dung môi hữu cơ trơ có điểm sôi nằm trong khoảng từ 30°C đến 200°C.
24. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó dung môi hữu cơ trơ ở bước (b) được chọn từ alkan hoặc hợp chất thơm có 5 đến 12 nguyên tử cacbon hoặc hỗn hợp của chúng.
25. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tốc độ trộn của mỗi bước trong quá trình điều chế chất mang magie halogenua nằm trong khoảng từ 300 đến 1200 vòng/phút.
26. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó từng bước được thực hiện trong môi trường khí trơ.
27. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó việc làm khô ở bước (c) được thực hiện trong điều kiện chân không hoặc điều kiện khí trơ.

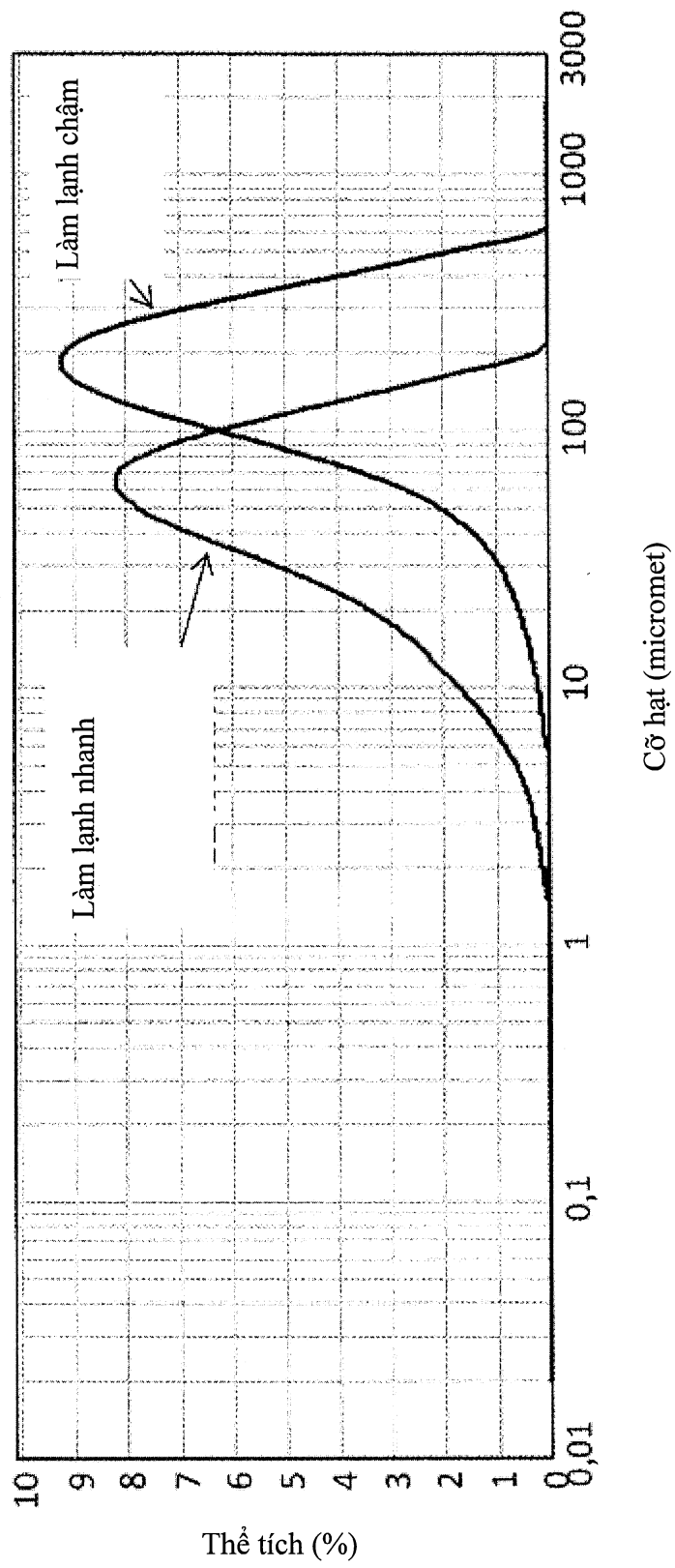


FIG. 1

2/4



FIG. 2

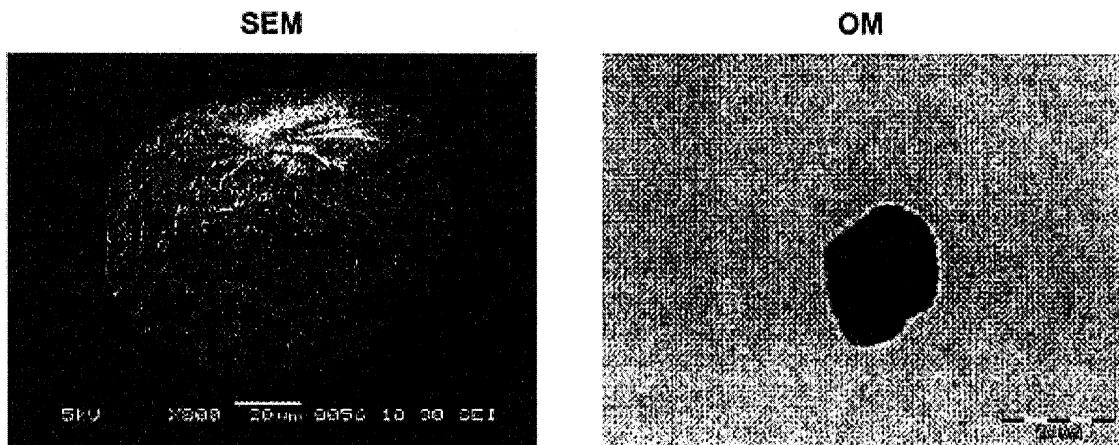


FIG. 3

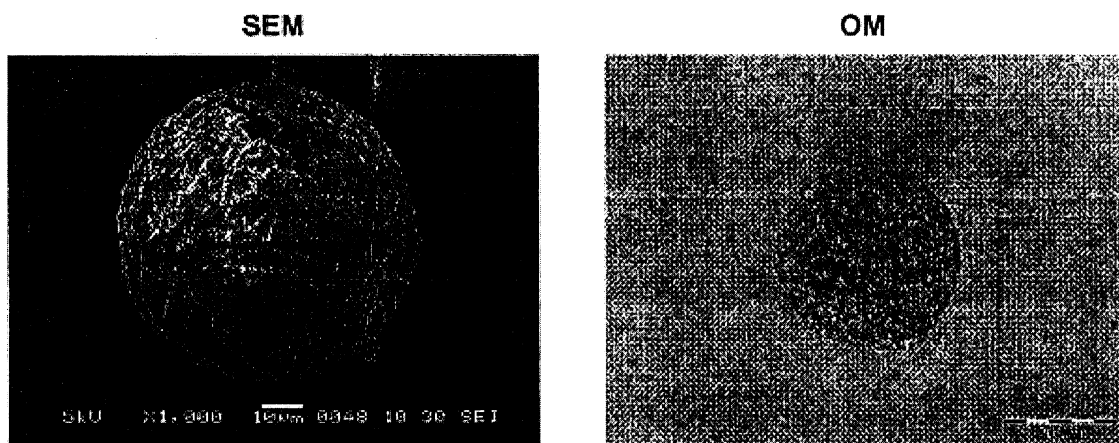
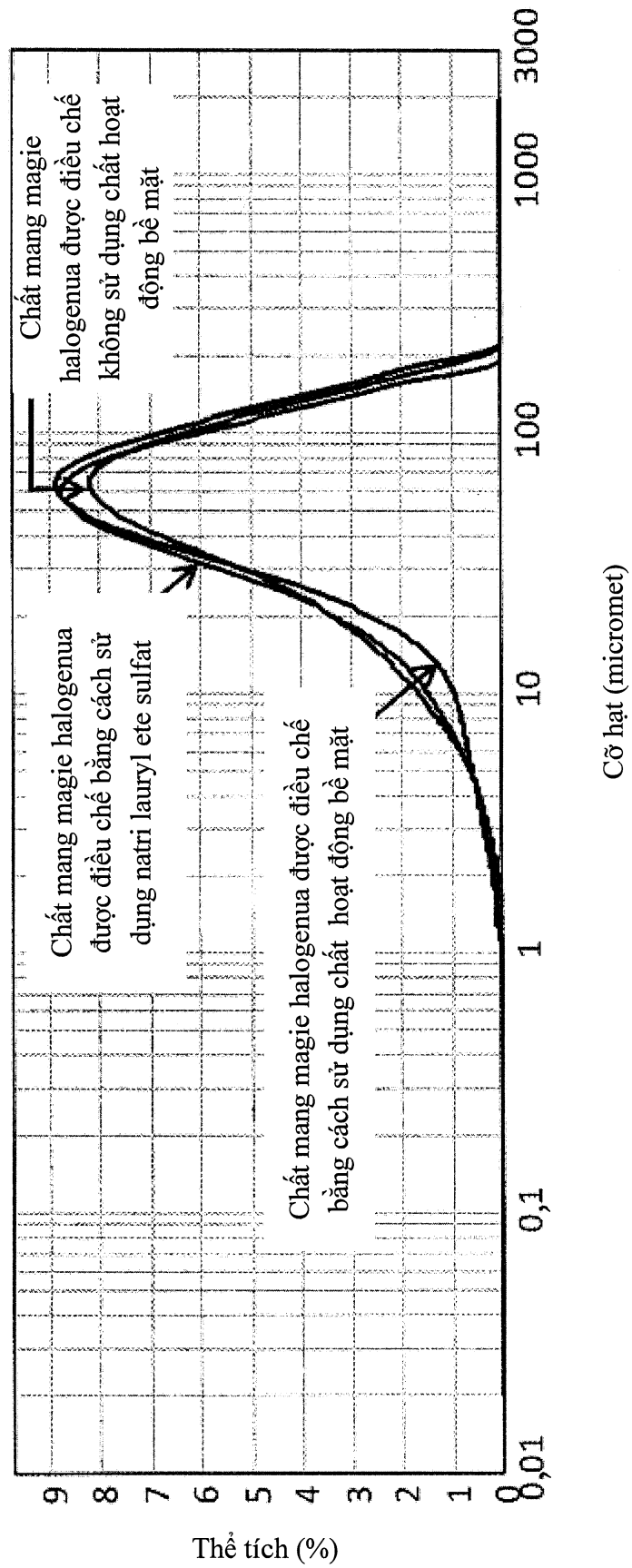
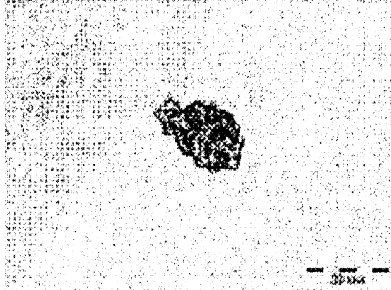


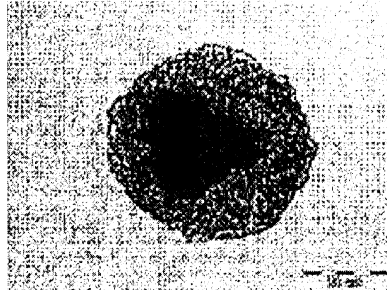
FIG. 4



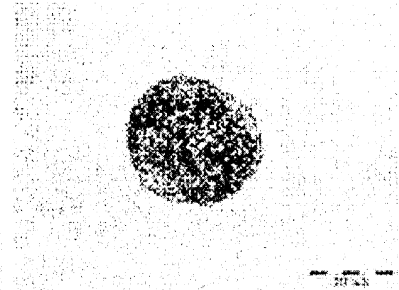
0% trọng lượng/thể tích



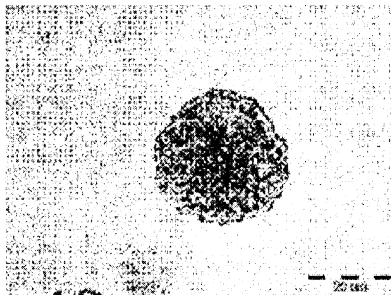
0,5% trọng lượng/thể tích



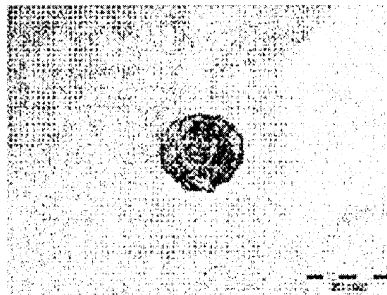
1% trọng lượng/thể tích



1,5% trọng lượng/thể tích



2% trọng lượng/thể tích



3% trọng lượng/thể tích

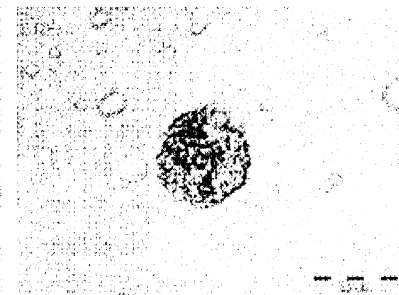


FIG. 6