



(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)



1-0025349

(51)⁷ C07C 2/08; C07C 11/107; C08F 2/00;
C08F 10/00; C07B 61/00

(13) B

(21) 1-2016-03150

(22) 24/02/2015

(86) PCT/JP2015/055304 24/02/2015

(87) WO2015/129712 03/09/2015

(30) 2014-034394 25/02/2014 JP; 2014-060711 24/03/2014 JP

(45) 25/09/2020 390

(43) 27/02/2017 347A

(73) Mitsubishi Chemical Corporation (JP)

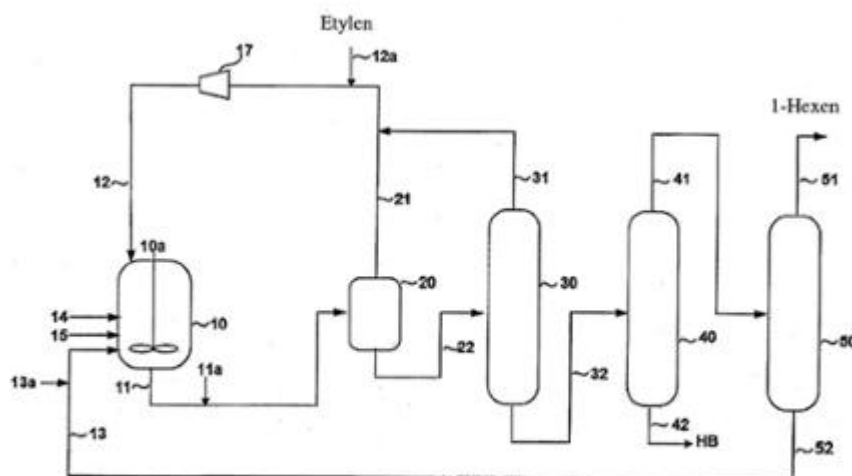
1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8251, Japan

(72) TODA Satoshi (JP); EMOTO Hiroki (JP).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT POLYME α -OLEFIN THẤP PHÂN TỬ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, và dung môi, bao gồm bước phản ứng, bước tinh chế và bước tuần hoàn nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin và dung môi từ bước tinh chế cho bước phản ứng; và trong đó lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen cấp từ bước tuần hoàn cho bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử trong dung môi với sự có mặt của chất xúc tác, và cụ thể hơn là đề cập đến phương pháp sản xuất 1-hexen nhờ phản ứng polyme hoá nguyên liệu thô etylen bậc thấp.

Polyme α -olefin thấp phân tử là chất hữu ích được sử dụng rộng rãi làm nguyên liệu thô cho monome để sản xuất polyme olefin, làm comonome để sản xuất các polyme khác nhau, và cũng làm nguyên liệu thô để sản xuất chất dẻo hoá, chất hoạt động bề mặt, dầu bôi trơn, v.v. Cụ thể, 1-hexen được sản xuất nhờ phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp hữu ích dùng làm nguyên liệu thô để sản xuất polyetylen tỷ trọng thấp mạch thẳng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nói chung, polyme α -olefin thấp phân tử được sản xuất theo phương pháp phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử với sự có mặt của chất xúc tác và dung môi. Ví dụ, JP-A 8-134131 mô tả phương pháp sản xuất 1-hexen nhờ quá trình trime hóa etylen với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất crom và hợp chất chứa halogen và dung môi, và mô tả halogenua của hydrocacbon mạch thẳng dưới dạng hợp chất chứa halogen (PTL 1).

JP-A 2008-179801 mô tả 1-hexen dùng làm nguyên liệu thô để sản xuất polyetylen, mà được sản xuất nhờ quá trình trime hóa etylen với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất crom và hợp chất chứa halogen chứa olefin được halogen hóa đã được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ trong quá trình phân hủy hợp chất chứa halogen (PTL 2).

Tài liệu sáng chế

[PTL 1] JP-A 8-134131

[PTL 2] JP-A 2008-179801

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần giải quyết

Trong sản xuất ở quy mô công nghiệp polyme α -olefin thấp phân tử như 1-hexen hoặc các hợp chất tương tự bằng cách sử dụng α -olefin như etylen hoặc các hợp chất tương tự làm nguyên liệu thô, việc cải thiện tiếp độ chọn lọc của sản phẩm dự định, và công nghệ hiện có để được cải thiện tiếp về độ chọn lọc là điều mong muốn. Thời điểm bắt đầu sản xuất, độ chọn lọc sản xuất sản phẩm dự định cũng như độ tinh khiết của sản phẩm dự định đều thấp, và đặc biệt là cần loại bỏ tạp chất của sản phẩm dự định liên quan đến chất lượng sản phẩm.

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử, đặc biệt là phương pháp sản xuất 1-hexen nhờ quá trình trime hóa etylen, và đề xuất phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử có khả năng cải thiện độ chọn lọc của sản phẩm dự định trong khi vẫn duy trì hoạt động trong khoảng chấp nhận được, hoặc tức là đề xuất phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử có lợi trong công nghiệp.

Giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu tỉ mỉ nhằm mục đích giải quyết các vấn đề nêu trên và kết quả là đã phát hiện ra rằng, trong trường hợp hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen được dùng làm hợp chất chứa halogen là một thành phần của chất xúc tác đồng nhất trên cơ sở crom, và khi một lượng cụ thể của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen của sản phẩm phân hủy được tuần hoàn trong lò phản ứng, thì độ chọn lọc của sản phẩm dự định có thể được cải thiện. Ngoài ra, các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện ra rằng, khi phản ứng được bắt đầu trong điều kiện mà olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen được làm

cho có mặt trong khoảng cụ thể ở bước tuần hoàn ở thời điểm bắt đầu sản xuất, thì độ chọn lọc và độ tinh khiết của sản phẩm dự định có thể được cải thiện từ khi bắt đầu phản ứng, và đã tạo ra sáng chế.

Đặc biệt, các vấn đề chính của sáng chế được nêu trong các mục từ [1] đến [9] dưới đây.

[1] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, và dung môi, bao gồm:

bước phản ứng, bước tinh chế và bước tuần hoàn nguyên liệu thô là α -olefin và dung môi chưa phản ứng từ bước tinh chế cho bước phản ứng; và trong đó:

lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen cấp từ bước tuần hoàn cho bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

[2] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục [1] nêu trên, trong đó chất xúc tác còn chứa hợp chất chứa nitơ làm hợp phần cấu thành.

[3] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục [1] nêu trên hoặc [2], trong đó kim loại chuyển tiếp là crom.

[4] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3] nêu trên, trong đó α -olefin là etylen và polyme α -olefin thấp phân tử là 1-hexen.

[5] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4] nêu trên, trong đó phản ứng được bắt đầu trong điều kiện mà olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen được làm cho có mặt ở bước tuần hoàn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng, ở thời điểm bắt đầu sản xuất.

[6] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5] nêu trên, trong đó lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen nằm trong khoảng từ 0,1 đến 170 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

[7] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6] nêu trên, trong đó hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen, và olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen.

[8] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nêu trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6] nêu trên, trong đó hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là 1,1,2,2-tetracloetan, và olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là 1,2-đicloetylen.

[9] Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, và dung môi, trong đó:

olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen cấp ở bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

Hiệu quả của sáng chế

Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử theo sáng chế có thể cải thiện được độ chọn

lọc của sản phẩm dự định trong khi vẫn giữ được hoạt tính trong khoảng chấp nhận được.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ giải thích một ví dụ về trình tự công nghệ sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử (α 1-hexen) theo một phương án thực hiện của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án tốt nhất để thực hiện sáng chế (dưới đây được gọi là phương án của sáng chế) được mô tả chi tiết dưới đây. Sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án sau, và có thể được cải biến và thay đổi trong phạm vi và nội dung của sáng chế.

Chất xúc tác

Chất xúc tác để sử dụng theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể chừng nào nó là chất xúc tác mà có thể sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá nguyên liệu thô α -olefin thấp phân tử, và chứa, dưới dạng hợp phần cấu thành của chất xúc tác, hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và, dưới dạng hợp chất chứa halogen, hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen. Xét về việc cải thiện hoạt tính của chất xúc tác, tốt hơn là sử dụng chất xúc tác chứa hợp chất chứa nitơ làm hợp phần cấu thành của chất xúc tác.

(Hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp)

Theo phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo sáng chế, kim loại chuyển tiếp chứa trong hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp mà được dùng làm chất xúc tác không bị giới hạn cụ thể chừng nào nó là kim loại chuyển tiếp. Trong số các kim loại này, được ưu tiên là kim loại chuyển tiếp thuộc Nhóm 4 đến Nhóm 6 của Bảng hệ thống tuần hoàn dạng dài α dưới đây, trừ khi có quy định khác, "Bảng Hệ thống tuần hoàn" để chỉ Bảng Hệ thống tuần hoàn dạng dài). Cụ thể, được ưu tiên là một hoặc nhiều kim loại được

chọn từ nhóm bao gồm crom, titan, zirconi, vanadi và hafni; được ưu tiên hơn là crom hoặc titan; và được ưu tiên nhất là crom.

Theo sáng chế, hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp được sử dụng làm nguyên liệu thô của chất xúc tác là một hoặc nhiều hợp chất được đại diện bằng MeZ_n . Trong bản mô tả này, trong công thức chung, Me là nguyên tố kim loại chuyển tiếp, Z tùy ý là nhóm hữu cơ hoặc nhóm vô cơ hoặc nguyên tử âm, và n để chỉ số nguyên bằng từ 2 đến 6, và tốt hơn nếu là 2 hoặc nhiều. Khi n bằng 2 hoặc nhiều, Z có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Nhóm hữu cơ có thể là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon và tùy ý có phân tử thể và ví dụ cụ thể bao gồm nhóm cacbonyl, nhóm alkoxy, nhóm carboxyl, nhóm α -diketonat, nhóm α -ketocarboxyl, nhóm α -ketoeste, nhóm amit, v.v. Ví dụ về nhóm vô cơ bao gồm nhóm tạo ra muối của kim loại như nhóm axit nitric, nhóm axit sulfuric, v.v. Ví dụ về nguyên tử âm bao gồm nguyên tử oxy, nguyên tử halogen, v.v.

Ví dụ cụ thể về hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong đó kim loại chuyển tiếp là crom (dưới đây có thể được gọi là hợp chất chứa crom) bao gồm crom(IV)-tert-butoxit, crom(III) axetylaxetonat, crom(III) trifloaxetylaxetonat, crom(III) hexafluaxetylaxetonat, crom(III) (2,2,6,6-tetrametyl-3,5-heptandionat), $\text{Cr}(\text{PhCOCHCOPh})_3$ (trong đó Ph là nhóm phenyl), crom(II) axetat, crom(III) axetat, crom(III)-2-etylhexanoat, crom(III) benzoat, crom(III) naphtenat, crom(III) heptanoat, $\text{Cr}(\text{CH}_3\text{COCHCOOCH}_3)_3$, crom clorua, cromic clorua, crom bromua, cromic bromua, crom iodua, cromic iodua, crom florua, cromic florua, v.v.

Ví dụ cụ thể về hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong đó kim loại chuyển tiếp là titan (dưới đây có thể được gọi là hợp chất chứa titan) bao gồm TiCl_4 , TiBr_4 , TiI_4 , TiBrCl_3 , TiBr_2Cl_2 , $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{O-iso-C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Ti}(\text{O-iso-C}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Ti}(\text{O-n-C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{O-iso-C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Ti}(\text{O-iso-C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{O-tert-C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Ti}(\text{O-tert-C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{TiCl}_4(\text{thf})_2$ (trong công thức hóa học này, thf là tetrahydrofuran), $\text{Ti}((\text{CH}_3)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}((\text{n-C}_3\text{H}_7)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}((\text{iso-C}_3\text{H}_7)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}((\text{n-C}_4\text{H}_9)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}((\text{tert-C}_4\text{H}_9)_2\text{N})_4$, $\text{Ti}(\text{OSO}_3\text{CH}_3)_4$,

$\text{Ti}(\text{OSO}_3\text{C}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OSO}_3\text{C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Ti}(\text{OSO}_3\text{C}_4\text{H}_9)_4$, TiCp_2Cl_2 , TiCp_2ClBr ,
 $\text{Ti}(\text{OCOC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$,
 $\text{Ti}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Ti}(\text{OCOC}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, v.v.

Trong bản mô tả này, Cp là nhóm xyclopentadienyl.

Ví dụ cụ thể về hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong đó kim loại chuyển tiếp zirconi (dưới đây có thể được gọi là hợp chất chứa zirconi) bao gồm ZrCl_4 , ZrBr_4 , ZrI_4 , ZrBrCl_3 , ZrBr_2Cl_2 , $\text{Zr}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Zr}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{O}-n-\text{C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Zr}(\text{O}-n-\text{C}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{iso}-\text{C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{iso}-\text{C}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{O}-n-\text{C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Zr}(\text{O}-n-\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{iso}-\text{C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{iso}-\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{tert}-\text{C}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Zr}(\text{O}-\text{tert}-\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}((\text{CH}_3)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}((\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}((n-\text{C}_3\text{H}_7)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}((\text{iso}-\text{C}_3\text{H}_7)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}((n-\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}((\text{tert}-\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{N})_4$, $\text{Zr}(\text{OSO}_3\text{CH}_3)_4$, $\text{Zr}(\text{OSO}_3\text{C}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Zr}(\text{OSO}_3\text{C}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Zr}(\text{OSO}_3\text{C}_4\text{H}_9)_4$, ZrCp_2Cl_2 , ZrCp_2ClBr , $\text{Zr}(\text{OCOC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_4$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_3\text{H}_7)_2\text{Cl}_2$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_4\text{H}_9)_4$, $\text{Zr}(\text{OCOC}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$, $\text{ZrCl}_2(\text{HCOCFCOF})_2$, $\text{ZrCl}_2(\text{CH}_3\text{COCFCOCH}_3)_2$, v.v.

Ví dụ cụ thể về hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong đó kim loại chuyển tiếp là vanadi (dưới đây có thể được gọi là hợp chất chứa vanadi) bao gồm vanadi pentoxit, vanadi oxytriclora, vanadi oxytribromua, metoxy vanadat, etoxy vanadat, n-propyl vanadat, isopropoxy vanadat, n-butoxy vanadat, isobutoxy vanadat, t-butyl vanadat, 1-metylbutoxy vanadat, 2-metylbutoxy vanadat, n-propoxy vanadat, neopentoxo vanadat, 2-etylbutyloxy vanadat, xyclohexyl vanadat, alylxyclohexyl vanadat, phenoxy vanadat, vanadi(III) axetylaxetonat, vanadi(III) hexafloraxetylaxetonat, vanadi(III) (2,2,6,6-tetrametyl-3,5-heptandionat), $\text{V}(\text{C}_6\text{H}_5\text{COCHCOC}_6\text{H}_5)_3$, vanadi(III) axetat, vanadi(III) 2-ethylhexanoat, vanadi(III) benzoat, vanadi(III) naphtenat, $\text{V}(\text{CH}_3\text{COCHCOOCH}_3)_3$, vanadi(III) clorua, vanadi(III) bromua, vanadi(III) iodua, vanadi(III) florua, bis(xyclopentadienyl)vanadiđimetyl, bis(xyclopentadienyl)vanadiđimetyl clorua, bis(xyclopentadienyl)vanadietyl clorua, bis(xyclopentadienyl)vanadi điclora, v.v.

Ví dụ cụ thể về hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong đó kim loại chuyển tiếp là hafni (dưới đây có thể được gọi là hợp chất chứa hafni) bao

gồm dimetylsilylenbis{1-(2-metyl-4-isopropyl-4H-azulenyl)}hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis{1-(2-metyl-4-phenyl-4H-azulenyl)}hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(4-clophenyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(4-flopehnyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(3-clophenyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(2,6-đimetylphenyl)-4H-azulenyl}]hafini
 điclorua, dimetylsilylenbis{1-(2-metyl-4,6-điisopropyl-4H-azulenyl)}hafini
 điclorua, diphenylsilylenbis{1-(2-metyl-4-phenyl-4H-azulenyl)}hafini
 điclorua, methylphenylsilylenbis{1-(2-metyl-4-phenyl-4H-azulenyl)}hafini
 điclorua, methylphenylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(1-naphtyl)-4H-azulenyl}]hafini
 điclorua, dimetylsilylenbis{1-(2-etyl-4-phenyl-4H-azulenyl)}hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-etyl-4-(1-anthraxenyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-etyl-4-(2-anthraxenyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis[1-{2-etyl-4-(9-phenanthryl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylmetylenbis[1-{2-metyl-4-(4-biphenylyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylgermylenbis[1-{2-metyl-4-(4-biphenylyl)-4H-azulenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylenbis{1-{2-etyl-4-(3,5-đimetyl-4-trimetylsilylphenyl)-4H-
 azulenyl)}hafini điclorua, dimetylsilylenbis[1-{2-metyl-4-(4-biphenyl)-4H-
 azulenyl}][1-{2-metyl-4-(4-biphenylyl)indenyl}]hafini điclorua,
 dimetylsilylen{1-(2-etyl-4-phenyl-4H-azulenyl)}{1-(2-metyl-4,5-
 benzindenyl)}hafini điclorua, dimetylsilylenbis{1-(2-metyl-4-
 phenylindenyl)}hafini điclorua, dimetylsilylenbis{1-(2-metyl-4,5-
 benzindenyl)}hafini điclorua, dimetylsilylenbis[1-(2-metyl-4-(1-
 naphtyl)indenyl}]hafini điclorua, v.v.

Trong số các hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp này, được ưu tiên là hợp chất chứa crom; và trong số các hợp chất chứa crom, được đặc biệt ưu tiên là crom(III)-2-etylhexanoat.

(Hợp chất chứa nhôm)

Hợp chất chứa nhôm để sử dụng theo sáng chế là hợp chất chứa nguyên tử nhôm trong phân tử, và ví dụ cụ thể bao gồm hợp chất trialkylnhôm, hợp chất alkoxyalkylnhôm, hợp chất alkylnhôm hydrit, v.v. Trong bản mô tả

này, số nguyên tử cacbon của mỗi hợp chất alkyl và alkoxy thường nằm trong khoảng từ 1 đến 20, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 4. Hợp chất trialkylnhôm bao gồm, ví dụ, trimetylnhôm, trietylnhôm, và triisobutylnhôm. Ví dụ cụ thể về hợp chất alkoxynhôm bao gồm dietylnhôm etoxit. Ví dụ cụ thể về hợp chất alkylnhôm hydrit bao gồm dietylnhôm hydrit. Trong số các hợp chất này, được ưu tiên là hợp chất trialkylnhôm, và được ưu tiên hơn là trietylnhôm. Một mình hoặc hai hoặc nhiều hợp chất này có thể được sử dụng theo sáng chế dưới dạng riêng rẽ hoặc dưới dạng kết hợp.

(Hợp chất chứa halogen)

Hợp chất chứa halogen để sử dụng theo sáng chế là hợp chất chứa nguyên tử halogen trong phân tử. Theo sáng chế, mỗi hydrocacbon được sử dụng có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen. Sử dụng hợp chất theo sáng chế thu được lợi ích là làm cải thiện đáng kể hoạt tính của chất xúc tác và độ chọn lọc của sản phẩm dự định. Tốt hơn, nếu hợp chất chứa halogen là hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen.

Nguyên tử halogen bao gồm nguyên tử clo, nguyên tử flo và nguyên tử brom. Được ưu tiên là nguyên tử clo do nó có xu hướng làm tăng hoạt tính của chất xúc tác và độ chọn lọc của sản phẩm dự định.

Hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen bao gồm cloetylen, đicloetylen, tricloetan, tricloetylen, tetracloetan, tetracloetylen (percloetylen), pentacloetan, hexacloetan, floetylen, đifloetylen, trifloetan, trifloetylen, tetrafloetan, tetrafloetylen (perfloetylen), pentafloetan, hexafloetan, bromoetylen, đibromoetylen, tribromoetan, tribromoetylen, tetrabromoetan, tetrabromoetylen (perbromoetylen), pentabromoetan, hexabromoetan, và các hợp chất được đề cập dưới đây.

Do hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen, được ưu tiên sử dụng trong bản mô tả này là 1,1,2,2-tetracloetan và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen. Tốt hơn, nếu hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế

bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen là hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen. Hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen bao gồm, ví dụ, pentacloetan, pentaflôetan, pentabromoetan, hexacloetan, hexaflôetan, 1,1,2,2,3-pentaflopropan, 1,2,3,4,5,6-hexacloxylohexan, hexabromoetan, v.v.

(Hợp chất chứa nito)

Chất xúc tác để sử dụng theo sáng chế chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen dưới dạng hợp phần cấu thành của chất xúc tác, và, ngoài các hợp chất này, tốt hơn là còn chứa hợp chất chứa nito dưới dạng hợp phần xúc tác.

Theo sáng chế, hợp chất chứa nito là hợp chất chứa nguyên tử nito trong phân tử, và bao gồm, ví dụ, amin, amit, imit, v.v.

Amin bao gồm, ví dụ, hợp chất pyrol. Ví dụ cụ thể về các hợp chất này bao gồm pyrol như pyrol, 2,4-đimetylpyrol, 2,5-đimetylpyrol, 2,5-đietylpyrol, 2,4-đietylpyrol, 2,5-đi-n-propylpyrol, 2,5-đi-n-butylpyrol, 2,5-đi-n-pentylpyrol, 2,5-đi-n-hexylpyrol, 2,5-đibenzylpyrol, 2,5-điisopropylpyrol, 2-metyl-5-etylpyrol, 2,5-đimetyl-3-etylpyrol, 3,4-đimetylpyrol, 3,4-điclopyrol, 2,3,4,5-tetraclopyrol, 2-axetylpyrol, indol, 2-metylindol, và đipyrol trong đó hai vòng liên kết pyrol qua phân tử thế, và dẫn xuất của chúng. Dẫn xuất bao gồm, ví dụ, dẫn xuất kim loại pyrolit, và ví dụ cụ thể về chúng bao gồm, ví dụ, nhôm pyrolit như dietylnhôm pyrolit, etylnhôm đipyrolit, nhôm tripyrolit, dietylnhôm (2,5-đimetylpyrolit), etylnhôm bis(2,5-đimetylpyrolit), nhôm tris(2,5-đimetylpyrolit), dietylnhôm (2,5-đietylpyrolit), etylnhôm bis(2,5-đietylpyrolit), nhôm tris(2,5-đietylpyrolit), v.v.; natri pyrolit như natri pyrolit, natri (2,5-đimetylpyrolit), v.v.; lithi pyrolit như lithi pyrolit, lithi (2,5-đimetylpyrolit), v.v.; kali pyrolit như kali pyrolit, kali (2,5-đimetylpyrolit), v.v. Nhôm pyrolit không nằm trong dạng hợp chất chứa nhôm trên đây.

Các amit bao gồm, ví dụ, axetamit, N-metylhexanamit, succinamit, maleamit, N-metylbenzamid, imidazol-2-carboxamid, đi-2-thenoylamin, α -

lactam, α -lactam, α -caprolactam, và các muối của các hợp chất này với kim loại thuộc Nhóm 1, 2 hoặc 13 của Bảng hệ thống tuần hoàn.

Imit bao gồm, ví dụ, 1,2-cyclohexandicarboximit, succinimit, phthalimit, maleimit, 2,4,6-piperidintrion, perhydroazexin-2,10-dion, và các muối của các hợp chất này với kim loại thuộc Nhóm 1, 2 hoặc 13 của Bảng hệ thống tuần hoàn. Sulfonamit và sulfonimit bao gồm, ví dụ, benzensulfonamit, N-methylmetansulfonamit, N-metyltriflometylsulfonamit, và các muối của các hợp chất này với kim loại thuộc Nhóm 1, 2 hoặc 13 của Bảng hệ thống tuần hoàn. Một mình hoặc hai hoặc nhiều hợp chất này có thể được sử dụng theo sáng chế dưới dạng riêng rẽ hoặc dưới dạng kết hợp.

Trong số các hợp chất này, theo sáng chế, được ưu tiên là amin; và tất cả các hợp chất nêu trên, tốt hơn nếu là hợp chất pyrol. Được đặc biệt ưu tiên là 2,5-dimethylpyrol hoặc dietylnhôm (2,5-dimethylpyrolit).

(Điều chế sơ bộ chất xúc tác)

Chất xúc tác để sử dụng theo sáng chế chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen dưới dạng hợp phần cấu thành của chất xúc tác, và tốt hơn là còn chứa hợp chất chứa nitơ làm hợp phần cấu thành. Kiểu dùng chất xúc tác không bị giới hạn cụ thể. Tốt hơn là, chất xúc tác được cho tiếp xúc với nguyên liệu thô, α -olefin ở điều kiện trong đó hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp và hợp chất chứa nhôm của chất xúc tác trước đó không được giữ tiếp xúc với nhau, hoặc thời gian tiếp xúc sơ bộ cho cả hai hợp chất là ngắn. Điều kiện nêu trên được ưu tiên vì thúc đẩy một cách có lợi phản ứng polyme hoá chọn lọc nguyên liệu thô α -olefin thấp phân tử, vì vậy thu được polyme α -olefin thấp phân tử từ nguyên liệu thô với hiệu suất cao.

Theo sáng chế, "điều kiện trong đó hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp và hợp chất chứa nhôm trước đó không được giữ tiếp xúc với nhau, hoặc thời gian tiếp xúc sơ bộ cho cả hai hợp chất là ngắn" có nghĩa là điều kiện nêu trên được giữ không những ở thời điểm bắt đầu phản ứng mà còn trong suốt quá

trình nguyên liệu thô, α -olefin và các hợp phần xúc tác được cấp bổ sung vào lò phản ứng.

Tuy nhiên, điều kiện cụ thể nêu trên là điều kiện được ưu tiên cần để điều chế chất xúc tác, và không có mối quan hệ sau khi chất xúc tác đã được điều chế. Do đó, trong trường hợp chất xúc tác mà đã được điều chế được thu gom từ hệ phản ứng và được tái sử dụng trong hệ, chất xúc tác có thể được tái sử dụng bất kể điều kiện được ưu tiên trên đây.

Trong trường hợp chất xúc tác bao gồm, ví dụ, bốn hợp phần trên đây, tức là, hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp (a), hợp chất chứa nitơ (b), hợp chất chứa nhôm (c) và hydrocacbon (d) có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, điều kiện tiếp xúc của các hợp phần này thường bao gồm như sau:

(1) phương pháp đưa hợp phần xúc tác (a) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (b), (c) và (d);

(2) phương pháp đưa hợp phần xúc tác (c) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (a), (b) và (d);

(3) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (b) và (c) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (a) và (d);

(4) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (a) và (b) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (c) và (d);

(5) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (c) và (d) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (a) và (b);

(6) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (a) và (d) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (b) và (c);

(7) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (a), (b) và (d) vào dung dịch chứa hợp phần xúc tác (c);

(8) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác (b) đến (d) vào dung dịch chứa hợp phần xúc tác (a);

(9) phương pháp đưa chất lỏng được điều chế bằng cách đưa hợp phần xúc tác (a) vào dung dịch chứa các hợp phần xúc tác (b) và (c), và dung dịch chứa hợp phần xúc tác (d), đồng thời và độc lập vào lò phản ứng (trong đó, nếu

muốn, dung dịch chứa hợp phần xúc tác (c) có thể được đưa tiếp vào lò phản ứng);

(10) phương pháp đưa các hợp phần xúc tác riêng rẽ (a) đến (d) đồng thời và độc lập vào lò phản ứng.

Mỗi dung dịch nêu trên thường có thể được điều chế bằng cách sử dụng dung môi được sử dụng trong phản ứng.

Olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen (nó có thể được gọi là "một hoặc nhiều nguyên tử halogen")

Olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen theo sáng chế là hydrocacbon olefin có nguyên tử halogen liên kết với nguyên tử cacbon của liên kết đôi trong bản mô tả này, và tốt hơn nếu là halogenohydrocacbon chưa bão hoà có số nguyên tử halogen thấp so với hydrocacbon nêu trên có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen. Được ưu tiên hơn là sản phẩm phân hủy của hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen. Được ưu tiên hơn nữa là sản phẩm phân hủy của hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen.

Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo sáng chế (khía cạnh thứ nhất theo sáng chế) bao gồm, như được mô tả chi tiết dưới đây, bước phản ứng, bước tinh chế và bước tuần hoàn nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin và dung môi từ bước tinh chế cho bước phản ứng, trong đó, nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin cấp từ bước tuần hoàn cho bước phản ứng, lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen phải nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng. Phương pháp này được mô tả dưới đây.

Theo sáng chế, hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen mà được dùng làm một hợp phần xúc tác được phân hủy hầu như hoàn toàn ở bước phản ứng để tạo ra, dưới dạng sản phẩm phụ, olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng

một hoặc nhiều nguyên tử halogen. Điều này tồn tại trong hỗn hợp phản ứng và được cấp vào bước tinh chế cùng với sản phẩm dự định và dung môi trong đó.

Bước tinh chế bao gồm bước tách nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin, bước tách chất có điểm sôi cao, và bước tách sản phẩm. Trong trường hợp điểm sôi của sản phẩm phụ gần với điểm sôi của nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin, sản phẩm phụ có thể được tách ở bước tách nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin và có thể được tuần hoàn ở bước phản ứng cùng với nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin trong đó. Mặt khác, khi điểm sôi của sản phẩm phụ gần với điểm sôi của dung môi, sản phẩm phụ có thể được tách ở bước tách sản phẩm, và có thể được tuần hoàn đến bước phản ứng cùng với dung môi trong đó. Trong trường hợp sản phẩm phụ được chuyển hóa thành chất có điểm sôi cao, chất có thể được tách ở bước tách chất có điểm sôi cao.

Ở bước phản ứng, hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, mà đã được cấp trong giai đoạn đầu, hợp chất (sản phẩm phụ) được tạo ra bằng cách phân hủy hydrocacbon trong quá trình phản ứng, và sản phẩm phụ mà đã được cấp từ bước tuần hoàn sẽ có mặt dưới dạng được trộn trong bản mô tả này.

Trước đây, đã cho rằng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen sẽ gây ảnh hưởng cho phản ứng, và vì vậy việc tuần hoàn olefin xả ra từ bước phản ứng, một lần nữa vào bước phản ứng được xem là bất lợi do olefin sẽ tích tụ ở bước phản ứng. Tuy nhiên, ngạc nhiên là, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng olefin thúc đẩy phản ứng xúc tác và cải thiện độ chọn lọc của sản phẩm dự định.

Mặc dù không rõ ràng, lý do sẽ là olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen có thể cấp nguyên tử halogen vào chất xúc tác trong dung môi, như hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, chừng nào lượng của chúng nằm trong khoảng cụ thể, và, do đó, độ chọn lọc của sản phẩm dự định nhờ đó có thể được cải thiện.

Theo sáng chế, bằng cách đưa lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen cấp từ

bước tuần hoàn cho bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng, có thể tạo ra hệ phản ứng có khả năng cải thiện độ chọn lọc của sản phẩm dự định.

Tốt hơn, nếu giới hạn trên của tỷ lệ phân tử gam của là 170, tốt hơn nữa là 120. Tốt hơn, nếu tỷ lệ thấp hơn của tỷ lệ phân tử gam của là 0,5, tốt hơn nữa là 1,0, còn tốt hơn nữa là 3,0, đặc biệt là tốt hơn là 10,0. Khi tỷ lệ phân tử gam của nằm trong khoảng nêu trên, thì có thể cấp nguyên tử halogen vào chất xúc tác mà không gây ảnh hưởng cho phản ứng.

Theo sáng chế, trong trường hợp trong đó hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là 1,1,2,2-tetracloetan, tốt hơn nếu olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen là 1,2-đicloetylen; và trong trường hợp trong đó hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen là hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen, tốt hơn nếu olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen là olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen.

Trong bản mô tả này, trong trường hợp trong đó olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen là 1,2-đicloetylen (hợp chất này có thể được gọi là DCE), cụ thể, tốt hơn nếu giới hạn dưới lượng của chúng so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng là 0,1 hoặc cao hơn và tốt hơn nếu giới hạn trên của nó là thấp hơn 100 (tỷ lệ mol), tốt hơn nữa là thấp hơn 85, còn tốt hơn nữa là thấp hơn 55.

Theo phương án được ưu tiên hơn nữa theo sáng chế, lượng hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen được cấp vào bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 50 (tỷ lệ mol) so với lượng cấp vào bước phản ứng của kim loại chuyển tiếp, và lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen cấp từ bước tuần hoàn cho bước phản ứng là

2 hoặc cao hơn (tỷ lệ mol) so với lượng hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, và thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng. Nồng độ olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen trong dung môi tuần hoàn có thể được đo bằng cách sử dụng sắc ký khí hoặc thiết bị phân tích tương tự.

Hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen chuyển nguyên tử halogen sang kim loại chuyển tiếp để tạo ra chất có hoạt tính xúc tác, nhưng với tiến trình của phản ứng, có thể tạo ra chất xúc tác suy biến mà độ chọn lọc và độ tinh khiết của sản phẩm dự định có thể thấp hơn. Theo phương pháp theo sáng chế, môi trường trong đó nguyên tử halogen có thể được truyền một cách thông suốt đến chất xúc tác suy biến có thể được tạo ra và nhờ đó chất có hoạt tính xúc tác có thể được tạo ra.

Phương pháp kiểm soát lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen, được cấp từ bước tuần hoàn, đến lượng nêu trên không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ bao gồm phương pháp trong đó, trong bước tinh chế, tỷ lệ hồi lưu có thể được kiểm soát trong tháp tách nguyên liệu thô chưa phản ứng α -olefin, và nhờ đó lượng tuần hoàn của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen có thể được kiểm soát.

Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo sáng chế (khía cạnh thứ hai theo sáng chế) dựa vào việc phát hiện của khía cạnh thứ nhất nêu trên theo sáng chế, nhưng phương pháp này có thể áp dụng cho quy trình theo mẻ không đòi hỏi bước tuần hoàn. Đặc biệt, phương pháp này là để sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử nhờ phản ứng polyme hoá thấp α -olefin với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, và dung môi, trong đó olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen cấp ở bước phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

Trong trường hợp này, hiển nhiên rằng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen mà có thể tồn tại trong hệ phản ứng nhờ phân hủy hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen trong hệ phản ứng không nằm trong nhóm olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen cấp ở bước phản ứng.

Ngoài ra, cũng hiển nhiên rằng mức độ ảnh hưởng của khía cạnh thứ hai theo sáng chế là giống như trong trường hợp trong đó lượng cụ thể của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen thu được từ việc tuần hoàn từ bước tinh chế trong khía cạnh thứ nhất theo sáng chế, được làm cho có mặt ở bước phản ứng.

Olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen bao gồm, ví dụ, 1,1-đicloetylen, 1,2-đicloetylen, tricloetylen, tetracloetylen (percloetylen), trifloetylen, perfloetylen, triflopropylen, tetracloxylohexen, 1,1-đibromoetylen, 1,2-đibromoetylen, tribromoetylen, perbromoetylen, v.v.

Dung môi

Theo phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo sáng chế, α -olefin có thể được oligome hóa trong dung môi. Dung môi không bị giới hạn cụ thể nhưng tốt hơn nếu là hydrocacbon bão hoà. Ví dụ, ví dụ được ưu tiên về dung môi bao gồm hydrocacbon bão hoà mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc hydrocacbon bão hoà vòng béo có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon như butan, pentan, 3-metylpentan, n-hexan, n-heptan, 2-metylhexan, octan, xyclohexan, metylxyclohexan, 2,2,4-trimetylpentan, decalin, v.v. Ngoài ra, hydrocacbon thơm như benzen, toluen, xylen, etylbenzen, mesitylen, tetralin và các hợp chất tương tự có thể được sử dụng làm dung môi cho polyme α -olefin thấp phân tử. Ngoài ra, 1-hexen, đexen hoặc các hợp chất tương tự được tạo ra nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử cũng có thể sử dụng làm dung môi phản ứng. Một mình hoặc hai nhiều các hợp chất này có thể được sử dụng trong bản mô tả này làm dung môi riêng lẻ hoặc hỗn hợp dung môi.

Trong số các dung môi, được ưu tiên sử dụng là hydrocacbon bão hoà mạch thẳng hoặc hydrocacbon bão hoà vòng béo có từ 4 đến 10 nguyên tử cacbon, xét về việc ngăn ngừa sự tạo ra hoặc kết tủa sản phẩm phụ polyme như polyetylen và các hợp chất tương tự, và xét tiếp về khả năng nhận biết hoạt tính cao của chất xúc tác. Cụ thể, được ưu tiên là n-heptan hoặc xyclohexan; và được ưu tiên nhất là n-heptan.

α -olefin

α -olefin được sử dụng làm nguyên liệu thô theo phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo sáng chế bao gồm, ví dụ, α -olefin được thể hoặc không được thể có từ 2 đến 30 nguyên tử cacbon. Ví dụ cụ thể về α -olefin của dạng bao gồm etylen, propylen, 1-buten, 1-hexen, 1-octen, 3-metyl-1-buten, 4-metyl-1-penten, v.v. Trong số các hợp chất này, dưới dạng nguyên liệu thô α -olefin theo sáng chế, được ưu tiên là etylen. Trong trường hợp etylen được dùng làm nguyên liệu thô, trime của etylen là 1-hexen, có thể được sản xuất với hiệu suất cao và ở độ chọn lọc cao.

Trong trường hợp trong đó etylen được dùng làm nguyên liệu thô, nguyên liệu thô có thể chứa thành phần tạp chất khác bất kỳ ngoài etylen. Ví dụ cụ thể về thành phần này bao gồm metan, etan, nitơ, axetylen, cacbon đioxit, cacbon monoxit, oxy, lưu huỳnh, nước, v.v. Sẽ không có giới hạn cụ thể bất kỳ đối với metan, etan và nitơ, nhưng tốt hơn là hàm lượng của chúng bằng 0,1% mol hoặc thấp hơn so với nguyên liệu thô etylen. Hàm lượng của các tạp chất khác tốt hơn nếu bằng 1 molppm hoặc thấp hơn so với nguyên liệu thô etylen.

Phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử

Tỷ lệ của các hợp phần cấu thành của chất xúc tác để sử dụng theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường có thể là như sau.

Lượng hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thể bằng nguyên tử halogen thường bằng 0,5 mol hoặc cao hơn so với một mol hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, tốt hơn là 1 mol hoặc cao hơn, và thường là 50 mol hoặc thấp hơn, tốt hơn là 30 mol hoặc thấp hơn, còn tốt hơn nữa là 10 mol hoặc thấp hơn.

Lượng hợp chất chứa nhôm thường nằm trong khoảng từ 1 mol đến 200 mol so với một mol hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 mol đến 150 mol.

Hợp chất chứa nitơ, nếu có, trong chất xúc tác thường với lượng nằm trong khoảng từ 1 mol đến 50 mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 mol đến 30 mol, so với 1 mol hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp.

Theo sáng chế, lượng chất xúc tác được sử dụng không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, lượng tương đương của nguyên tử của kim loại chuyển tiếp của hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp cho mỗi 1 lít dung môi nằm trong khoảng từ $1,0 \times 10^{-9}$ mol đến 0,5 mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $5,0 \times 10^{-9}$ mol đến 0,2 mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $1,0 \times 10^{-8}$ mol đến 0,05 mol.

Bằng cách sử dụng chất xúc tác và, ví dụ, bằng cách sử dụng etylen làm nguyên liệu thô thu được trime của etylen, hexan, ở độ chọn lọc bằng 90% hoặc cao hơn. Ngoài ra, trong trường hợp, tỷ lệ giữa 1-hexen và hexen có thể bằng 99% hoặc cao hơn.

Nhiệt độ của phản ứng polyme hoá thấp đối với α -olefin không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, nhiệt độ này có thể nằm trong khoảng từ 0 đến 250°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C, còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 80 đến 170°C.

Áp suất của nguyên liệu thô α -olefin trong quá trình phản ứng không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, áp suất này có thể nằm trong khoảng từ 0 đến 25 MPa dưới dạng áp suất áp kế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10 MPa.

Theo sáng chế, thời gian lưu trú trong lò phản ứng không được xác định cụ thể. Nói chung, thời gian này nằm trong khoảng từ 1 phút đến 10 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 phút đến 3 giờ, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 phút đến 40 phút.

Kiểu phản ứng theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể và nó có thể là kiểu phản ứng bất kỳ trong số các kiểu phản ứng dạng gián đoạn, dạng bán gián đoạn hoặc dạng liên tục. Tốt hơn, nếu thiết bị thực tế là hệ liên tục xét về đánh giá toàn diện bao gồm bước tinh chế, nhưng để nhận thức được các hiệu quả có

lợi theo sáng chế, kiểu phản ứng này cũng có thể là kiểu phản ứng dạng gián đoạn.

Trong trường hợp của quá trình trime hóa etylen, tỷ lệ phân tử gam của giữa 1-hexen và etylen trong chất lỏng phản ứng (nồng độ phân tử gam của 1-hexen trong chất lỏng phản ứng)/ α nồng độ phân tử gam của etylen trong chất lỏng phản ứng)) không được xác định cụ thể. Trong trường hợp, tốt hơn là, tỷ lệ này nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1,5, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,10 đến 1,0. Đặc biệt, trong trường hợp của phản ứng liên tục, dự định rằng nồng độ chất xúc tác, áp suất phản ứng và các điều kiện khác được kiểm soát sao cho tỷ lệ phân tử gam của giữa 1-hexen và etylen trong chất lỏng phản ứng có thể nằm trong khoảng nêu trên. Trong trường hợp của phản ứng gián đoạn, dự định rằng quá trình trime hóa etylen được dừng ở thời điểm nhất định khi tỷ lệ phân tử gam của nằm trong khoảng nêu trên. Quá trình trime hóa etylen trong điều kiện này có xu hướng làm tăng tiếp độ chọn lọc của 1-hexen trong khi ngăn ngừa được việc tạo ra sản phẩm phụ bất kỳ có điểm sôi cao hơn so với điểm sôi của 1-hexen.

Polyme α -olefin thấp phân tử

Phản ứng nêu trên thu được polyme α -olefin thấp phân tử. Theo sáng chế, polyme α -olefin thấp phân tử nghĩa là oligome trong đó rất ít phân tử α -olefin dưới dạng monome liên kết với nhau. Cụ thể, polyme α -olefin thấp phân tử là polyme trong đó từ 2 đến 10 phân tử α -olefin dưới dạng monome liên kết với nhau. Tốt hơn, nếu oligome là 1-hexen được tạo ra nhờ quá trình trime hóa chọn lọc etylen.

Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử

Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử được mô tả cho trường hợp phản ứng polyme hoá thấp trong đó etylen được dùng làm α -olefin để tạo ra trime của etylen, 1-hexen, dưới dạng polyme α -olefin thấp phân tử, có tham khảo đến Fig. 1. Tuy nhiên, phương pháp này không chỉ giới hạn ở trường hợp này.

Fig. 1 thể hiện bước phản ứng oligome hóa etylen với sự có mặt của chất xúc tác α lò phản ứng phối trộn hoàn toàn và dạng khuấy 10), và bước tinh

chế để tinh chế hỗn hợp phản ứng được xả ra khỏi lò phản ứng 10 (dưới đây hợp chất này có thể được gọi là "chất lỏng phản ứng"). Cụ thể, Fig. này thể hiện thùng tách khí 20 để tách khí etylen chưa phản ứng, tháp tách etylen 30 để chưng cất etylen ra khỏi chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi thùng tách khí 20, tháp tách có điểm sôi cao 40 để tách chất có điểm sôi cao α dưới đây hợp chất này có thể được gọi là "HB" (điểm sôi cao)) ra khỏi chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi tháp tách etylen 30, và tháp tách hexen 50 để chưng cất chất lỏng phản ứng đã chưng cất ra khỏi phần bên trên của tháp tách có điểm sôi cao 40 để tách 1-hexen.

Etylen chưa phản ứng đã tách trong thùng tách khí 20 được tuần hoàn vào lò phản ứng 10 qua đường tuần hoàn 21 và máy nén 17. Nguyên liệu etylen mới được cấp được cấp liên tục cho lò phản ứng 10 từ đường cấp etylen 12a qua máy nén 17 và đường cấp thứ nhất 12.

Máy nén 17, ví dụ, trong trường hợp của hệ nén hai giai đoạn, được lên kế hoạch sao cho đường tuần hoàn 31 được nối trong giai đoạn thứ nhất và đường tuần hoàn 21 được nối trong giai đoạn thứ hai để nhờ đó làm giảm chi phí điện. Từ đường cấp thứ hai 13, dung môi để sử dụng cho phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp có thể được cấp vào lò phản ứng 10.

Lò phản ứng 10 không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, lò phản ứng có thể là lò phản ứng bất kỳ đã biết được lắp với máy khuấy 10a, tấm chắn, lớp áo, v.v. Trong máy khuấy 10a, lưỡi khuấy ở dạng cánh, bộ cánh khuấy Pfaudler, thiết bị đẩy, tuabin hoặc các bộ phận tương tự có thể được kết hợp với tấm chắn ở dạng đĩa, hình trụ, giàn ống xoắn hoặc các bộ phận tương tự.

Mặt khác, hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp và hợp chất chứa nito mà đã được điều chế trước đó trong thùng xúc tác được cấp đến lò phản ứng 10 nhờ đường cấp thứ hai 13 qua đường cấp chất xúc tác 13a; hợp chất chứa nhôm được cấp qua đường cấp thứ ba 14; và hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen được cấp qua đường cấp thứ tư 15. Trong bản mô tả này, hydrocacbon bão hoà có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen có thể được cấp vào lò phản ứng 10 nhờ đường cấp thứ hai 13 qua đường cấp. Chừng nào thời gian

tiếp xúc của hợp chất chứa nhôm và hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp trong vòng vài phút và hai hợp chất này được cấp đến lò phản ứng 10 trong thời gian, thì hợp chất chứa nhôm cũng có thể được cấp vào lò phản ứng 10 nhờ đường cấp thứ hai 13 nhờ đường cấp. Trong hệ của trường hợp này, thiết bị khuấy tĩnh hoặc thiết bị tương tự có thể được lắp đặt giữa đường cấp thứ hai 13 và lò phản ứng 10 để làm giảm lực khuấy cho lò phản ứng 10 do hỗn hợp đồng đều chứa các hợp phần xúc tác có thể được cấp vào lò phản ứng 10.

Đối với phương pháp sản xuất olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen có trong lò phản ứng, olefin có thể được cấp vào lò phản ứng cùng với các hợp chất là các hợp phần cấu thành chất xúc tác nhờ đường cấp chất xúc tác 13a, đường cấp thứ ba 14, đường cấp thứ tư 15, v.v. Olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen đã được chưng cất ra khỏi lò phản ứng được tách khỏi chất lỏng phản ứng trong tháp chưng cất đang có sau lò phản ứng, cùng với dung môi trong đó. Dung môi được xả ra khỏi tháp tách hexen 50, và được tuần hoàn đến bước phản ứng qua bước tuần hoàn. Đặc biệt, trong dung môi tuần hoàn từ đường cấp thứ hai 13 đến lò phản ứng qua đường tuần hoàn dung môi 52 để sử dụng lại nó, một phần của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen có thể được cấp vào lò phản ứng, tùy thuộc vào điều kiện chưng cất trong tháp chưng cất. Do đó, trong vận hành liên tục, để kiểm soát lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen đang có trong lò phản ứng, điều kiện chưng cất trong tháp tách có điểm sôi cao 40 và tháp tách hexen 50 có thể được kiểm soát để nhờ đó kiểm soát lượng olefin.

Hỗn hợp phản ứng được xả liên tục ra khỏi lò phản ứng 10 qua đường 11, sau khi quá trình trime hóa etylen được dừng bằng chất khử hoạt tính được cấp qua đường cấp chất khử hoạt tính 11a, được cấp vào thùng tách khí 20.

Điều kiện điều khiển cho thùng tách khí 20 không được xác định cụ thể. Nói chung, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 250°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C, và áp suất nằm trong khoảng từ 0 đến 15 MPa

dưới dạng áp suất áp kế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 9 MPa. Do đó, etylen chưa phản ứng được xả ra khỏi phần bên trên của thùng tách khí 20 và chất lỏng phản ứng mà từ đó etylen chưa phản ứng đã được loại khí được xả ra khỏi đáy thùng.

Chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi đáy thùng tách khí 20 được cấp vào tháp tách etylen 30 qua đường 22. Điều kiện điều khiển cho tháp tách etylen 30 không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, áp suất ở đỉnh tháp nằm trong khoảng từ 0 đến 3 MPa dưới dạng áp suất áp kế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 2 MPa. Tỷ lệ hồi lưu (R/D) không được xác định cụ thể, nhưng thường là nằm trong khoảng từ 0 đến 500, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100. Do đó, etylen được chưng cất từ phần bên trên của tháp tách etylen 30, và chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi đáy tháp. Etylen đã chưng cất được tuần hoàn vào lò phản ứng 10 qua đường tuần hoàn 31 và đường cấp thứ nhất 12.

Chất lỏng ở phần đáy được xả ra khỏi tháp tách etylen 30 được cấp vào tháp tách có điểm sôi cao 40 qua đường 32. Điều kiện điều khiển cho tháp tách có điểm sôi cao 40 không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, áp suất ở đỉnh tháp nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa dưới dạng áp suất áp kế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5 MPa. Tỷ lệ hồi lưu (R/D) không được xác định cụ thể, nhưng thường là nằm trong khoảng từ 0 đến 100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20. Do đó, thành phần có điểm sôi cao (HB: điểm sôi cao) được xả ra khỏi đáy tháp, và sản phẩm chưng cất được xả ra khỏi đỉnh tháp.

Theo sáng chế, lượng tuần hoàn của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thể bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen vào lò phản ứng có thể được kiểm soát bằng cách kiểm soát điều kiện chưng cất trong tháp tách có điểm sôi cao 40 và tháp tách hexen 50. Người có hiểu biết trong lĩnh vực này có thể xác định một cách thích hợp điều kiện chưng cất trong trường hợp này bằng cách theo dõi lượng cấp của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thể bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen vào lò phản ứng.

Ở thời điểm bắt đầu sản xuất, phản ứng được bắt đầu ở trạng thái trong đó lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thể bằng một

hoặc nhiều nguyên tử halogen ở bước tuần hoàn với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 (tỷ lệ mol) so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng, nhờ đó lượng olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen có thể được tạo ra nằm trong khoảng này trong quá trình sản xuất. Do đó, có thể tạo ra môi trường trong đó nguyên tử halogen có thể được cấp nhanh cho kim loại chuyển tiếp từ khi bắt đầu sản xuất, và dạng có hoạt tính xúc tác có thể được tạo ra và độ chọn lọc và độ tinh khiết của sản phẩm dự định có thể nhờ đó được cải thiện.

Sản phẩm chung cất ra khỏi tháp tách có điểm sôi cao 40 được cấp vào tháp tách hexen 50 qua đường 41. Điều kiện điều khiển cho tháp tách hexen 50 không bị giới hạn cụ thể. Nói chung, áp suất ở đỉnh tháp nằm trong khoảng từ 0 đến 10 MPa dưới dạng áp suất áp kế, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5 MPa. Tỷ lệ hồi lưu (R/D) thường nằm trong khoảng từ 0 đến 100, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20. Do đó, 1-hexen được xả ra khỏi đỉnh tháp, và dung môi (ví dụ, heptan) được xả ra khỏi đáy tháp, và dung môi được tuần hoàn và được cấp vào lò phản ứng 10 dưới dạng dung môi phản ứng trong bản mô tả này qua đường tuần hoàn dung môi 52 và đường cấp thứ hai 13. Trong giai đoạn này, hợp chất chứa nitơ của một hợp phần xúc tác trong dung môi heptan mà được tuần hoàn liên tục và được cấp vào lò phản ứng 10, khi được xả ra khỏi đáy tháp tách hexen 50, cũng có thể được tuần hoàn liên tục và được cấp vào lò phản ứng 10, như dung môi heptan trong đó. Nồng độ hợp chất chứa nitơ trong dung môi được tuần hoàn và được cấp ở trạng thái tĩnh không được xác định cụ thể, nhưng tốt hơn nếu là 5,0 wtppm hoặc cao hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn có tham khảo đến các ví dụ. Không vượt quá phạm vi và nội dung của sáng chế, sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ sau.

Ví dụ 1, 2, 3 và Ví dụ đối chứng 1

Ví dụ 1, 2 và 3 so với Ví dụ đối chứng 1 chứng minh mức độ ảnh hưởng của trans-1,2-đicloetylen dưới dạng nguồn halogen cho chất xúc tác như 1,1,2,2-tetracloetan.

Ví dụ 4 đến 8 và Ví dụ đối chứng 1

Ví dụ 4 đến 8 so với Ví dụ đối chứng 1 chứng minh mức độ ảnh hưởng của olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng nguyên tử halogen, dưới dạng nguồn halogen cho chất xúc tác như hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen.

(Điều chế chất xúc tác lỏng)

Trong môi trường khí nitơ, 0,37 g (3,9mmol) 2,5-đimetylpyrrol và 234mL n-heptan được đưa vào bình cầu thủy tinh 3 cổ dung tích 500 ml được lắp với thiết bị khuấy, đã được làm khô bằng cách làm nóng ở 140°C trong 2 giờ hoặc dài hơn, và 8,91mL (3,9mmol) trietyl nhôm được pha loãng bằng n-heptan đến 50 g/L được bổ sung vào đó. Sau đó, bình cầu được ngâm trong bể dầu và làm nóng, và n-heptan trong bản mô tả này được hồi lưu ở 98°C trong môi trường khí nitơ trong 3 giờ để nhờ đó điều chế được hợp chất chứa nitơ, nhôm pyrolit. Sau đó, hỗn hợp này được làm nguội đến 80°C. Sau đó, 6,26mL (0,65mmol) crom(III) 2-ethylhexanoat được pha loãng bằng n-heptan đến 50 g/L được bổ sung vào đó. Sau khi bổ sung, hỗn hợp này được làm nóng và được khuấy ở 80°C trong 30 phút trong môi trường khí nitơ để điều chế chất xúc tác lỏng. Sau đó, chất xúc tác lỏng được pha loãng bằng n-heptan sao cho nồng độ crom(III) 2-ethylhexanoat trong bản mô tả này có thể là 0,88 g/L.

Ví dụ đối chứng 1

(Sản xuất hexen)

Tiếp theo, kit của nồi hấp dung tích 500 ml đã được làm khô bằng cách làm nóng ở 140°C trong 2 giờ hoặc dài hơn được lắp ráp trong khi nóng, và sau đó được xục nitơ trong chân không. Ống nạp liệu chất xúc tác được lắp với đĩa chống đứt gãy chịu áp suất được gắn vào nồi hấp. 2mL chất xúc tác lỏng được điều chế trước đó theo cách nêu trên được cấp vào ống nạp liệu. Thân của nồi hấp được cấp 165mL dung môi phản ứng, n-heptan, 3mL (0,20mmol)

trietylnhôm được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 7,67 g/L, và 5mL n-undecan để sử dụng làm chất chuẩn nội trong phân tích thành phần nhờ sắc ký khí.

Nồi hấp được làm nóng lên đến 140°C, etylen được đưa vào trong đó nhờ ống nạp liệu chất xúc tác, và phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp được bắt đầu. Trong quá trình phản ứng, nhiệt độ trong nồi hấp được giữ ở 140°C và tổng áp suất trong bản mô tả này là ở 7 MPaG.

Sau 60 phút, việc đưa vào etylen kết hợp khuấy được dừng lại, thì nồi hấp được làm nguội một cách nhanh chóng và sau đó toàn bộ lượng khí được lấy mẫu nhờ đầu hút pha hơi. Sau đó, chất lỏng phản ứng được lấy mẫu, và mỗi chất được phân tích thành phần nhờ sắc ký khí. Ngoài ra, chất lỏng phản ứng được lọc và được làm khô, và trọng lượng polyme chứa trong chất lỏng phản ứng được đo. Hoạt tính của chất xúc tác được tính toán bằng cách chia trọng lượng của sản phẩm phản ứng (đơn vị: g) thu được nhờ phản ứng trong 60 phút cho trọng lượng nguyên tử của kim loại chuyển tiếp (đơn vị: g) trong hợp phần xúc tác của kim loại chuyển tiếp được sử dụng trong phản ứng.

Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng α trong Bảng 1, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 1

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 163mL n-heptan và 1,8mL (0,018mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 1,0 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng α trong Bảng 1, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 2

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 161mL n-heptan và 3,6mL (0,037mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 1,0 g/L được cấp vào

thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 1, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Ví dụ 3

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 158mL n-heptan và 7,2mL (0,074mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 1,0 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 1, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa DCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 1	1/6/60/0	5	286000	77,0	95,6
Ví dụ 2	1/6/60/0	10	345000	81,7	96,8
Ví dụ 3	1/6/60/0	20	339000	86,8	97,7
Ví dụ đối chứng 1	1/6/60/0	0	119000	57,3	90,5

(a) Crom(III) 2-etylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrrol

(c) Trietyl nhôm

(d) 1,1,2,2-Tetracloetan

DCE Trans-1,2-đicloetylen

C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 1 xác nhận rằng hệ phản ứng với 1,2-đicloetylen (DCE) theo sáng chế (Ví dụ 1, 2, 3) thu được kết quả cực kỳ mỹ mãn xét về hoạt tính của chất xúc tác, hàm lượng sản phẩm dự định (Thành phần C6) trong sản phẩm và hàm lượng sản phẩm dự định (1-hexen) trong C6, so với hệ phản ứng trong đó không có nguồn clo (Ví dụ đối chứng 1). Điều này chỉ ra rằng DCE, là sản phẩm phân hủy của 1,1,2,2-tetracloetan và trước đây đã

được xem là gây ảnh hưởng cho phản ứng, hoạt động như chất trợ xúc tác của chất xúc tác có khả năng cấp nguyên tử clo của nguyên tử halogen cho chất xúc tác crom của kim loại chuyển tiếp.

Ví dụ 4

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 164mL n-heptan và 1,2mL (0,0036mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 2, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Ví dụ 5

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 159mL n-heptan và 6mL (0,018mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 2, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Ví dụ 6

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 163mL n-heptan và 1,5mL (0,090mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 2, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Ví dụ 7

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 162mL n-heptan và 3mL (0,18mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 2, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Ví dụ 8

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 159mL n-heptan và 6mL (0,36mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 2, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác ở tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa PCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 4	1/6/60/0	1	218000	71,5	93,8
Ví dụ 5	1/6/60/0	5	305000	77,9	95,7
Ví dụ 6	1/6/60/0	25	397000	89,8	98,0
Ví dụ 7	1/6/60/0	50	367000	92,7	98,7
Ví dụ 8	1/6/60/0	100	247000	95,2	99,0
Ví dụ đối chứng 1	1/6/60/0	0	119000	57,3	90,5

(a) Crom(III) 2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimethylpyrrol

(c) Triethylnhôm

(d) Hexacloetan

PCE Percloetylen

C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 2 xác nhận rằng hệ phản ứng với percloetylen (PCE) theo sáng chế (Ví dụ 4 đến 8) thu được kết quả cực kỳ mỹ mãn xét về hoạt tính của chất xúc tác, hàm lượng sản phẩm dự định (Thành phần C6) trong sản phẩm và hàm lượng sản phẩm dự định (1-hexen) trong C6, so với hệ phản ứng trong đó không có nguồn clo (Ví dụ đối chứng 1). Các hệ này cho thấy rằng PCE, là sản phẩm phân hủy của hexacloetan và trước đây đã được xem là gây ảnh hưởng cho phản ứng, hoạt động như chất trợ xúc tác của chất xúc tác có khả năng cấp nguyên tử clo của nguyên tử halogen cho chất xúc tác crom của kim loại chuyển tiếp.

Ví dụ đối chứng 2

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 164mL n-heptan và 0,6mL (0,0018mmol) 1,1,2,2-tetracloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng α trong Bảng 3, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 3.

Ví dụ 9

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 2, chỉ khác là 163mL n-heptan và 0,7mL (0,0036mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng α trong Bảng 3, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa DCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 9	1/6/60/0,5	1	323000	76,1	95,6
Ví dụ đối chứng 2	1/6/60/0,5	0	281000	74,2	94,7

(a) Crom(III) 2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrol

(c) Trietylnhôm

(d) 1,1,2,2-Tetracloetan

DCE Trans-1,2-đicloetylen

C6 Hidrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 3 xác nhận rằng Ví dụ 9 cho thấy sự cải thiện về hoạt tính của chất xúc tác, mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản

phẩm và mức tăng hàm lượng 1-hexen chứa trong C6, so với Ví dụ đối chứng 2 trong đó mức cấp ban đầu 1,2-dicloetylen(DCE) trong lò phản ứng bằng 0.

Ví dụ đối chứng 3

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1, chỉ khác là 164mL n-heptan và 0,86mL (0,0018mmol) hexacloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 4, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Ví dụ 10

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 3, chỉ khác là 163mL n-heptan và 1,2mL (0,0036mmol) hexacloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 0,5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 4, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Ví dụ 11

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 3, chỉ khác là 158mL n-heptan và 6mL (0,36mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 4, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa PCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 10	1/6/60/0,5	1	287000	77,2	95,3
Ví dụ 11	1/6/60/0,5	100	316000	94,6	99,0
Ví dụ đối chứng 3	1/6/60/0,5	0	281000	72,7	94,5

- (a) Crom(III) 2-ethylhexanoat
- (b) 2,5-đimetylpyrol
- (c) Trietyl nhôm
- (d) Hexacloetan
- PCE Percloetylen
- C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 4 xác nhận rằng Ví dụ 10 và 11 thể hiện sự cải thiện về hoạt tính của chất xúc tác, mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm và mức tăng hàm lượng 1-hexen chứa trong C6, so với Ví dụ đối chứng 3 trong đó mức cấp ban đầu percloetylen (PCE) trong lò phản ứng bằng 0.

Ví dụ 12

(Điều chế chất xúc tác)

Việc điều chế được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1.

(Sản xuất Hexen)

Tiếp theo, kit của nồi hấp dung tích 500 ml đã được làm khô bằng cách làm nóng ở 140°C trong 2 giờ hoặc dài hơn được lắp ráp trong khi nóng, và sau đó được xục nitơ trong chân không. Ống nạp liệu chất xúc tác được lắp với đĩa chống đứt gãy chịu áp suất được gắn vào nồi hấp. 2mL chất xúc tác lỏng được điều chế trước đó theo cách nêu trên được cấp vào ống nạp liệu. Thân của nồi hấp được cấp 162mL dung môi phản ứng, n-heptan, 3mL (0,20mmol) trietyl nhôm được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 7,67 g/L, 1,7mL (0,022mmol) 1,1,2,2-tetracloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 2,12 g/L, 1,4mL (0,072mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L, và 5mL n-undecan để sử dụng làm chất chuẩn nội trong phân tích thành phần nhờ sắc ký khí.

Nồi hấp được làm nóng lên đến 120°C, etylen được đưa vào trong đó nhờ ống nạp liệu chất xúc tác, và phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp được bắt đầu. Trong quá trình phản ứng, nhiệt độ trong nồi hấp được giữ ở 120°C và tổng áp suất trong bản mô tả này là ở 6 MPaG.

Sau 30 phút, việc đưa vào etylen kết hợp khuấy được dừng lại, thì nồi hấp được làm nguội một cách nhanh chóng và sau đó toàn bộ lượng khí được lấy mẫu nhờ đầu hút pha hơi. Sau đó, chất lỏng phản ứng được lấy mẫu, và mỗi chất được phân tích thành phần nhờ sắc ký khí. Ngoài ra, chất lỏng phản ứng được lọc và được làm khô, và trọng lượng polyme chứa trong chất lỏng phản ứng được đo. Hoạt tính của chất xúc tác được tính toán bằng cách chia trọng lượng sản phẩm phản ứng (đơn vị: g) thu được nhờ phản ứng trong 30 phút cho trọng lượng nguyên tử kim loại chuyển tiếp (đơn vị: g) trong hợp phần xúc tác của kim loại chuyển tiếp được sử dụng trong phản ứng. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của 1,2-đicloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 5, tỷ lệ mol giữa DCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ 13

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 160mL n-heptan và 3,5mL (0,18mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ 14

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 158mL n-heptan và 5,7mL (0,29mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ 15

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 156mL n-heptan và 7,1mL (0,37mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ 16

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 158mL n-heptan và 5,3mL (0,55mmol) trans-1,2-đicloetylen

được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ đối chứng 4

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 163mL n-heptan được cấp vào thân của nồi hấp nhưng dung dịch heptan của trans-1,2-đicloetylen không được cấp vào đó. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Ví dụ đối chứng 5

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 12, chỉ khác là 156mL n-heptan và 7,1mL (0,73mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa DCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 12	1/6/60/6	20	401000	94,2	98,9
Ví dụ 13	1/6/60/6	50	336000	95,1	99,0
Ví dụ 14	1/6/60/6	80	298000	95,3	99,1
Ví dụ 15	1/6/60/6	100	268000	95,4	99,0
Ví dụ 16	1/6/60/6	150	205000	95,9	99,2
Ví dụ đối chứng 4	1/6/60/6	0	373000	93,7	98,7
Ví dụ đối chứng 5	1/6/60/6	200	157000	96,8	99,3

(a) Crom(III) 2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrrol

(c) Trietylnhôm

(d) 1,1,2,2-Tetracloetan

DCE Trans-1,2-đicloetylen

C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 5 xác nhận rằng Ví dụ 12 đến 16 thể hiện mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm và mức tăng hàm lượng 1-hexen chứa trong C6 trong khi hoạt tính của chất xúc tác vẫn giữ được trong

khoảng chấp nhận được, so với Ví dụ đối chứng 4 trong đó mức cấp ban đầu 1,2-đicloetylen (DCE) trong lò phản ứng bằng 0. Tuy nhiên, khi mức cấp ban đầu DCE vào lò phản ứng được tăng lên đến 200 mol so với chất xúc tác crom (Ví dụ đối chứng 5), đã biết rằng hoạt tính của chất xúc tác giảm đáng kể.

Ví dụ 17

Việc sản xuất là giống như trong Ví dụ 12, chỉ khác là 157mL n-heptan, 4,5mL (0,057mmol) 1,1,2,2-tetracloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 2,12 g/L, và 3,6mL (0,18mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 6.

Ví dụ 18

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 17, chỉ khác là 153mL n-heptan, 4,5mL (0,057mmol) 1,1,2,2-tetracloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 2,12 g/L, và 7,1mL (0,37mmol) trans-1,2-đicloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 6.

Ví dụ đối chứng 6

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 17, chỉ khác là 161mL n-heptan được cấp vào thân của nồi hấp nhưng dung dịch heptan của trans-1,2-đicloetylen không được cấp vào đó. Kết quả được thể hiện trong Bảng 6.

Bảng 6

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa DCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 17	1/6/60/16	50	296000	96,4	99,3
Ví dụ 18	1/6/60/16	100	260000	96,4	99,2
Ví dụ đối chứng 6	1/6/60/16	0	442000	95,2	99,2

(a) Crom(III) 2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrol

(c) Trietyl nhôm

- (d) 1,1,2,2-Tetracloetylen
 DCE Trans-1,2-đicloetan
 C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 6 xác nhận rằng Ví dụ 17 và 18 thể hiện mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm trong khi hoạt tính của chất xúc tác vẫn giữ được trong khoảng chấp nhận được, so với Ví dụ đối chứng 6 trong đó mức cấp ban đầu 1,2-đicloetylen (DCE) trong lò phản ứng bằng 0.

Ví dụ 19

(Điều chế chất xúc tác)

Việc điều chế được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 1.

(Sản xuất Hexen)

Tiếp theo, kit của nồi hấp dung tích 500 ml đã được làm khô bằng cách làm nóng ở 140°C trong 2 giờ hoặc dài hơn được lắp ráp trong khi nóng, và sau đó được xục nitơ trong chân không. Ống nạp liệu chất xúc tác được lắp với đĩa chống đứt gãy chịu áp suất được gắn vào nồi hấp. 2mL chất xúc tác lỏng được điều chế trước đó theo cách nêu trên được cấp vào ống nạp liệu. Thân của nồi hấp được cấp 162mL dung môi phản ứng, n-heptan, 3mL (0,20mmol) trietylnhôm được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 7,67 g/L, 2,1mL (0,022mmol) hexacloetan được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 2,46 g/L, 1,2mL (0,072mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L, và 5mL n-undecan để sử dụng làm chất chuẩn nội trong phân tích thành phần nhờ sắc ký khí.

Nồi hấp được làm nóng lên đến 140°C, etylen được đưa vào trong đó nhờ ống nạp liệu chất xúc tác, và phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp được bắt đầu. Trong quá trình phản ứng, nhiệt độ trong nồi hấp được giữ ở 140°C và tổng áp suất trong bản mô tả này là ở 7 MPaG.

Sau 60 phút, việc đưa vào etylen kết hợp khuấy được dừng lại, thì nồi hấp được làm nguội một cách nhanh chóng và sau đó toàn bộ lượng khí được lấy mẫu nhờ đầu hút pha hơi. Sau đó, chất lỏng phản ứng được lấy mẫu, và mỗi chất được phân tích thành phần nhờ sắc ký khí. Ngoài ra, chất lỏng phản ứng

được lọc và được làm khô, và trọng lượng polyme chứa trong chất lỏng phản ứng được đo. Hoạt tính của chất xúc tác được tính toán bằng cách chia trọng lượng sản phẩm phản ứng (đơn vị: g) thu được nhờ phản ứng trong 60 phút cho trọng lượng nguyên tử kim loại chuyển tiếp (đơn vị: g) trong hợp phần xúc tác của kim loại chuyển tiếp được sử dụng trong phản ứng. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 7, tỷ lệ mol giữa PCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ 20

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 19, chỉ khác là 160mL n-heptan và 3,0mL (0,18mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ 21

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 19, chỉ khác là 157mL n-heptan và 6,0mL (0,36mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ 22

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 19, chỉ khác là 154mL n-heptan và 9,0mL (0,54mmol) percloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ đối chứng 7

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 19, chỉ khác là 163mL n-heptan được cấp vào thân của nồi hấp nhưng dung dịch heptan của percloetylen không được cấp vào đó. Kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ đối chứng 8

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 19, chỉ khác là 151mL n-heptan và 12,0mL (0,72mmol) percloetylen được

pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 10 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Kết quả được thể hiện trong Bảng 7.

Bảng 7

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa PCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 19	1/6/60/6	20	324000	93,5	98,9
Ví dụ 20	1/6/60/6	50	295000	94,7	99,2
Ví dụ 21	1/6/60/6	100	241000	95,0	99,9
Ví dụ 22	1/6/60/6	150	196000	96,8	99,4
Ví dụ đối chứng 7	1/6/60/6	0	297000	92,2	98,8
Ví dụ đối chứng 8	1/6/60/6	200	127000	95,9	99,4

(a) Crom(III) 2-ethylhexanoat

(b) 2,5-dimethylpyrol

(c) Trietyl nhôm

(d) Hexacloetan

PCE Percloetylen

C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Ví dụ 23

Theo trình tự công nghệ sản xuất được thể hiện trong Fig. 1 và bằng cách sử dụng etylen làm nguyên liệu thô α -olefin trong bản mô tả này, 1-hexen được sản xuất nhờ phản ứng liên tục polyme hoá etylen bậc thấp. Trình tự công nghệ sản xuất của Fig. 1 bao gồm lò phản ứng phối trộn hoàn toàn và dạng khuấy 10 cho phản ứng polyme hoá etylen bậc thấp trong dung môi n-heptan và với sự có mặt của chất xúc tác, thùng tách khí 20 để tách khí etylen chưa phản ứng ra khỏi chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi lò phản ứng 10, tháp tách etylen 30 để chưng cất etylen ra khỏi chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi thùng tách khí 20, tháp tách có điểm sôi cao 40 để tách chất có điểm sôi cao ra khỏi chất lỏng phản ứng được xả ra khỏi tháp tách etylen 30, và tháp tách hexen 50 để chưng cất chất lỏng phản ứng chưng cất ra khỏi phần bên trên của tháp tách có điểm sôi cao 40 để tách 1-hexen. Dung môi n-heptan đã tách trong tháp tách

hexen 50 được tuần hoàn vào lò phản ứng 10 qua đường tuần hoàn dung môi 52 và đường cấp thứ hai 13. Ngoài ra, etylen chưa phản ứng đã tách trong thùng tách khí 20 được tuần hoàn vào lò phản ứng 10 qua đường tuần hoàn 21 và máy nén 17.

Trước tiên, dung dịch của mỗi hợp phần xúc tác được cấp từ thùng kín khí nito (không được thể hiện) ở 0,1 MPaG. Nhờ ống cấp chất xúc tác 13a, crom(III)-2-etylhexanoat (a) và 2,5-đimetylpyrol (b) với lượng là 3,0 đương lượng so với crom(III)-2-etylhexanoat (a) được cấp liên tục vào lò phản ứng 10 qua đường cấp thứ hai 13. Trietyl nhôm (c) được cấp liên tục vào lò phản ứng 10 qua đường cấp thứ ba 14. Ngoài ra, hexacloetan (d) được cấp liên tục vào lò phản ứng 10 qua đường cấp thứ tư 15. Đối với điều kiện phản ứng, nhiệt độ bên trong của lò phản ứng là 140°C và áp suất bên trong của lò phản ứng là 7,0 MPaG.

Chất lỏng phản ứng được xả liên tục ra khỏi lò phản ứng 10 được bổ sung chất khử hoạt tính chất xúc tác, 2-etylhexanol qua đường cấp chất khử hoạt tính 11a, và sau đó, chất lỏng này được xử lý trong thùng tách khí 20, tháp tách etylen 30, tháp tách có điểm sôi cao 40 và tháp tách hexen 50 theo trình tự đó.

Dung môi n-heptan thu hồi đã tách trong tháp tách hexen 50 được cấp liên tục vào lò phản ứng 10 qua đường cấp thứ hai 13. Trong giai đoạn này, tỷ lệ hồi lưu trong tháp tách có điểm sôi cao 40 là 0,6. Tất cả 2,5-đimetylpyrol (b) không được tách trong tháp tách có điểm sôi cao nhưng một phần của chúng được nạp lại vào lò phản ứng dưới dạng tái chu trình cùng với dung môi n-heptan thu hồi. Trong giai đoạn này, nồng độ 2,5-đimetylpyrol (b) trong dung môi n-heptan thu hồi bằng khoảng 10 wtppm.

Tỷ lệ (tỷ lệ mol) giữa các hợp phần xúc tác của αa) và αd) nêu trên trong lò phản ứng 10 ở trạng thái ổn định là $(a)/(b)/(c)/(d) = 1/20/80/5$, và tỷ lệ phân tử gam của percloetylen trong dung môi n-heptan tuần hoàn so với crom(III)-2-etylhexanoat bằng 14. Percloetylen có mặt trong lò phản ứng dưới dạng sản phẩm phụ thu được từ quá trình phân hủy hợp chất chứa halogen.

Độ chọn lọc C6 được tính toán bằng cách phân tích thành phần nhờ sắc ký khí (GC-17AAF của Shimadzu) dung môi n-heptan tuần hoàn và phần cặn ở đáy từ tháp tách etylen 30, và độ chọn lọc của mỗi thành phần được tạo ra trong lò phản ứng được tính toán như vậy. Hoạt tính của chất xúc tác để chỉ trọng lượng sản phẩm (đơn vị: g) được tạo ra trong một giờ cho mỗi trọng lượng nguyên tử crom (đơn vị: g) của hợp phần xúc tác đã cấp trong 1 giờ. Tỷ lệ phân tử gam giữa percloetylen và crom(III)-2-etylhexanoat (a) được tính toán như sau. nồng độ percloetylen trong dung môi n-heptan tuần hoàn được đo nhờ sắc ký khí (GC của Shimadzu), thì lượng percloetylen được tính toán từ lượng dung môi n-heptan tuần hoàn, và lượng này được chia cho lượng crom(III)-2-etylhexanoat (a) được cấp vào lò phản ứng. Kết quả được thể hiện trong Bảng 8.

Ví dụ 24

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 23, chỉ khác là tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với crom(III)-2-etylhexanoat (a) bằng 20. Kết quả được thể hiện trong Bảng 8.

Ví dụ 25

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 23, chỉ khác là tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với crom(III)-2-etylhexanoat (a) bằng 53. Kết quả được thể hiện trong Bảng 8.

Ví dụ 26

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ 23, chỉ khác là tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác trong lò phản ứng 10, (a)/(b)/(c)/(d) = 1/20/80/4, và tỷ lệ phân tử gam của percloetylen so với crom(III)-2-etylhexanoat (a) bằng 67. Kết quả được thể hiện trong Bảng 8.

Bảng 8

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa PCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 23	1/20/80/5	14	970000	94,6	99,0

Ví dụ 24	1/20/80/5	20	1010000	95,2	99,2
Ví dụ 25	1/20/80/5	53	860000	96,1	99,4
Ví dụ 26	1/20/80/4	67	880000	95,3	99,3

(a) Crom(III)-2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrol

(c) Trietyl nhôm

(d) Hexacloetan

PCE Percloetylen

C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 7 và Bảng 8 xác nhận rằng Ví dụ 19 đến 26 thể hiện mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm và mức tăng hàm lượng 1-hexen chứa trong C6 trong khi hoạt tính của chất xúc tác vẫn giữ được trong khoảng chấp nhận được, so với Ví dụ đối chứng 7 trong đó mức cấp percloetylen (PCE) vào lò phản ứng bằng 0. Tuy nhiên, khi mức cấp PCE vào lò phản ứng tăng lên đến 200 mol so với chất xúc tác crom (Ví dụ đối chứng 8), hoạt tính của chất xúc tác giảm đáng kể và đã biết rằng có thể không nhận ra được sự cải thiện tiếp bất kỳ về hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm và cả trong hàm lượng 1-hexen chứa trong C6.

Ví dụ 27

Việc sản xuất được thực hiện theo cách giống như được nêu trong Ví dụ đối chứng 7, chỉ khác là 161mL n-heptan, và 1,5mL (0,055mmol) tricloetylen được pha loãng bằng n-heptan đến nồng độ 5 g/L được cấp vào thân của nồi hấp. Tỷ lệ phân tử gam của hợp phần xúc tác, tỷ lệ phân tử gam của tricloetylen so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng (trong Bảng 9, tỷ lệ mol giữa TCE và (a)), và kết quả được thể hiện trong Bảng 9.

Bảng 9

	Tỷ lệ của hợp phần xúc tác (tỷ lệ mol)	Tỷ lệ mol giữa TCE và (a)	Hoạt tính của chất xúc tác	Thành phần C6 trong sản phẩm	1-hexen chứa trong C6
	(a)/(b)/(c)/(d)		[g/g-Cr]	[% trọng lượng]	[% trọng lượng]
Ví dụ 27	1/6/60/6	15	269000	93,2	99,0
Ví dụ đối chứng 7	1/6/60/6	0	297000	92,2	98,8

(a) Crom(III)-2-ethylhexanoat

(b) 2,5-đimetylpyrol

- (c) Trietylnhôm
- (d) Hexacloetan
- TCE Tricloetylen
- C6 Hydrocacbon béo có 6 nguyên tử cacbon

Các kết quả trong Bảng 9 xác nhận rằng Ví dụ 27 thể hiện mức tăng hàm lượng thành phần C6 trong sản phẩm và mức tăng hàm lượng 1-hexen chứa trong C6 trong khi hoạt tính của chất xúc tác vẫn giữ được trong khoảng chấp nhận được, so với Ví dụ đối chứng 7 trong đó mức cấp ban đầu tricloetylen (TCE) trong lò phản ứng bằng 0.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả chi tiết và có tham khảo đến các phương án cụ thể của chúng, người có hiểu biết trong lĩnh vực này hiển nhiên hiểu rằng các thay đổi và cải biến khác nhau có thể được thực hiện trong bản mô tả này mà không nằm ngoài phạm vi và nội dung của nó. Đơn này dựa trên cơ sở đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản nộp ngày 25 tháng 02 2014 (số đơn 2014-034394) và ngày 24 tháng 03 năm 2014 (số đơn 2014-060711), nội dung của chúng được kết hợp vào bản mô tả này bằng cách viện dẫn.

Giải thích về số chỉ dẫn

- 10 Thiết bị phản ứng
- 10a Thanh khuấy
- 11, 22, 32, 41, 42, 51 Đường
- 11a Đường cấp chất khử hoạt tính
- 12 Đường cấp thứ nhất
- 12a Đường cấp etylen
- 13 Đường cấp thứ hai
- 13a Đường cấp chất xúc tác
- 14 Đường cấp thứ ba
- 15 Đường cấp thứ tư
- 21, 31 Đường tuần hoàn
- 17 Máy nén
- 20 Thùng tách khí

- 30 Tháp tách etylen
- 40 Tháp tách có điểm sôi cao
- 50 Tháp tách hexen
- 52 Đường tuần hoàn dung môi

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử có từ 2 đến 10 phân tử α -olefin liên kết với nhau nhờ phản ứng polyme hoá α -olefin thấp phân tử, phương pháp này bao gồm:

cho α -olefin phản ứng với sự có mặt của chất xúc tác chứa hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp, hợp chất chứa nhôm và hydrocacbon đã được halogen hóa có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen, và dung môi, trong bình phản ứng để tạo ra sản phẩm phản ứng bao gồm polyme α -olefin thấp phân tử, α -olefin chưa phản ứng, olefin đã được halogen hóa có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen, và dung môi, trong đó olefin đã được halogen hóa là sản phẩm phân hủy của hydrocacbon đã được halogen hóa;

tinh chế sản phẩm phản ứng để tách polyme α -olefin thấp phân tử ra khỏi α -olefin chưa phản ứng, olefin đã được halogen hóa, và dung môi; và

tuần hoàn α -olefin chưa phản ứng, olefin đã được halogen hóa và dung môi vào bình phản ứng, trong đó lượng olefin đã được halogen hóa được tuần hoàn có tỷ lệ phân tử gam nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

2. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó chất xúc tác còn bao gồm hợp chất chứa nitơ.

3. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó kim loại chuyển tiếp trong hợp chất chứa kim loại chuyển tiếp là crom.

4. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó α -olefin là etylen và polyme α -olefin thấp phân tử là 1-hexen.

5. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó khi phản ứng polyme hóa thấp bắt đầu, olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen, có mặt trong dòng tuần hoàn mà olefin đã được halogen hóa tuần hoàn qua có tỷ lệ phân tử gam

nằm trong khoảng từ 0,1 đến thấp hơn 200 so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

6. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó lượng olefin đã được halogen hóa có tỷ lệ phân tử gam nằm trong khoảng từ 0,1 đến 170 so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng.

7. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó hydrocacbon đã được halogen hóa là hydrocacbon có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 5 hoặc nhiều hơn 5 nguyên tử halogen, và olefin đã được halogen hóa là olefin có 2 hoặc nhiều hơn 2 nguyên tử cacbon và được thế bằng 3 hoặc nhiều hơn 3 nguyên tử halogen.

8. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó hydrocacbon đã được halogen hóa là 1,1,2,2-tetracloetan, và olefin đã được halogen hóa là 1,2-dicloetylen.

9. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó hydrocacbon đã được halogen hóa là hexacloetan, và olefin đã được halogen hóa là percloetylen.

10. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó hydrocacbon đã được halogen hóa là hexacloetan, và olefin đã được halogen hóa là tricloetylen.

11. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó hydrocacbon đã được halogen hóa là percloetylen, và olefin đã được halogen hóa là tricloetylen.

12. Phương pháp sản xuất polyme α -olefin thấp phân tử theo điểm 1, trong đó lượng hydrocacbon đã được halogen hóa có tỷ lệ phân tử gam nằm trong khoảng từ 0,5 đến 500 so với lượng kim loại chuyển tiếp trong bình phản ứng, và lượng olefin đã được halogen hóa được tuần hoàn có tỷ lệ phân tử gam nằm trong khoảng từ 2 đến lớn hơn 2 tính theo lượng hydrocacbon đã được halogen hóa trong bình phản ứng.

FIG. 1

