



УКРАЇНА

(19) UA (11) 27272 (13) C2

(51) 6 C08L23/10, C08F210/16

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ПЛАСТОПРУЖНА ПОЛІМЕРНА КОМПОЗИЦІЯ, СПОСІБ ЇЇ ОДЕРЖАННЯ ТА КОМПОЗИЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ

(20) 93003640, 28.10.1993

(21) 4743847/SU

(22) 27.04.1990

(24) 15.09.2000

(31) 20328 A/89

(32) 28.04.1989

(33) IT

(46) 15.09.2000, Бюл. № 4, 2000 р.

(72) Чеккін Джуліано (ІТ), Гульєльмі Флоріано (ІТ)

(73) МОНТЕЛЛ НОРТ АМЕРИКА ІНК (US)

(56) 1. Патент US, № 4399054,

кл. C 08 F 4/02, опубл. 1983.

2. Патент US, № 4491652,

кл. C 08 F 210/16, опубл. 1984.

(57) 1. Пластопружкая полимерная композиция, включающая полипропилен или сополимер пропилена с небольшим количеством этилена и сополимер этилена с пропиленом, отличающаяся тем, что она содержит полипропилен со степенью изотактичности 94,6–95,8% или сополимер пропилена с 2,6 мас.% этилена со степенью изотактичности 94,7%, а в качестве сополимера этилена с пропиленом включает кристаллический сополимер этилена с пропиленом, не растворимый в ксилоле при нормальных условиях и аморфный сополимер этилена с пропиленом, содержащий 45,0–67,5 мас.% этилена, растворимый в ксилоле при нормальных условиях, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

полипропилен или сополимер пропилена с 2,6 мас. % этилена	21,8–43,7
кристаллический сополимер этилена с пропиленом	16,2–38,0
аморфный сополимер этилена с пропиленом	35,6–41,6

2. Способ получения пластопружкой полимерной композиции двустадийной сополимеризацией пропилена с этиленом в присутствии катализатора, состоящего из триалкилалюминия, арилалкоксисилана и твердого компонента, представляющего собой нанесенные на безводный активированный спиртом хлорид магния галогенид титана и сложный эфир дикарбоновой кислоты и

имеющего удельную поверхность 66,5 м²/г, пористость 0,261 см³/г и объемную плотность 0,440 г/см³, отличающийся тем, что на первой стадии проводят полимеризацию пропилена или сополимеризацию его с этиленом в массе пропилена при содержании в газовой фазе 1,55 мол. % этилена и 0,6–14,1 мол. % водорода при давлении 30,4–36,4 атм и 30–90°C с получением полипропилена или сополимера пропилена с 2,6 мас. % этилена, удаляют непрореагировавшие мономеры и проводят в присутствии продукта первой стадии сополимеризацию этилена с пропиленом при содержании в сомономерной смеси 30–55 мас.% пропилена и 45–70 мас. % этилена в присутствии в газовой фазе 0,4–2,05 мол. % водорода на 100 мол. % газовой смеси при давлении 11,3–12,0 атм. и 60–70°C с получением растворимой и нерастворимой в ксилоле фракций сополимера этилена с пропиленом в массовом соотношении 35,6–41,6 16,2–38,0 соответственно

3. Композиционный материал, выполненный из полимерной композиции, включающей полипропилен или сополимер пропилена с небольшим количеством этилена и сополимер этилена с пропиленом, отличающийся тем, что полимерная композиция содержит 21,8–43,7 мас.% полипропилена со степенью изотактичности 94,6–95,8 % или сополимера пропилена с 2,6 мас. % этилена со степенью изотактичности 94,7 %, 16,2–38,0 мас. % кристаллического сополимера этилена с пропиленом, 35,6–41,6 мас.% аморфного сополимера этилена с пропиленом и указанный материал имеет модуль упругости 270–350 МПа, остаточное удлинение при 75%-ном растяжении 37–48%, прочность при растяжении 8,1–15,6 МПа и ударную вязкость по Изоду при -40°C, измеренную по ASTM-D, по крайней мере, 950 Дж/м².

4. Материал по п 3, отличающийся тем, что он выполнен в виде сферических частиц со средним диаметром 1400–2000 мкм, текучестью при 70°C 11–14 с, объемной плотностью утрамбованных частиц 0,46–0,48 кг/л.

(19) UA (11) 27272 (13) C2

Изобретение относится к термопластичным композициям полипропилена, имеющим эластомерные свойства, полученным в форме сферoidalных частиц, обладающим специфическими характеристиками текучести и кажущейся плотности, и к способу их получения

В течение последних нескольких лет все большее и большее значение приобретают полипропиленовые композиции, имеющие упругие свойства, сохраняющие способность трансформироваться в технологические изделия при использовании установки и процесса, обычно применяемых для изготовления термопластичных материалов

Указанные композиции, иногда упоминаемые как полиолефиновые термопластичные эластомеры, нашли применение в области автомобилестроения, электрических кабелей и спортивных товаров. Вследствие их благоприятных характеристик они имеют тенденцию к замене более дорогостоящих термопластичных стирольных и бутадиеновых каучуков

Композиции получают смешиванием, в условиях динамической вулканизации, этилен-пропиленовых каучуков (ЭПК) или каучуков на основе сополимера этилена, пропилена и диенового мономера (ЭПДМ) с кристаллическими полиолефинами, в частности с полипропиленом

Такой способ получения включает значительное использование энергии, и механическая однородность компонентов не всегда обеспечивает придание желаемого баланса оптимальных свойств конечному продукту

Следовательно, существует необходимость в создании полиолефиновых композиций с желаемым балансом пластоупругих свойств в процессах полимеризации

Способ получения полимерных продуктов, имеющих пластоупругие свойства непосредственно в фазе полимеризации, описан в патенте США № 4298721

Термопластичные эластомеры, описанные в данном патенте, получают полимеризацией этилен-пропиленовых смесей с использованием специфических типов катализаторов, нанесенных на галогениды магния. Полученные таким образом сополимеры имеют пластоупругие свойства, однако не являются термостойкими, поскольку они имеют относительно низкую точку плавления (около 100 – 130°C)

Патент США № 4489195 раскрывает получение полиолефиновых термопластичных эластомеров в две стадии полимеризации с использованием стереоспецифических катализаторов, нанесенных на галтениды магния, в первой стадии образуют гомополимерный полипропилен, а на второй стадии, осуществляемой предпочтительно в газовой фазе, образуют эластомерный этилен – пропиленовый сополимер

Чтобы предотвратить агломерацию частиц, температуру на второй стадии поддерживают относительно низкой (на уровне 50°C). Полученный полимер имеет форму порошка

Необходимость в работе при относительно низкой температуре в стадии образования сополимера каучука затрудняет процесс с точки зрения теплообмена, а также низкой производитель-

ности катализатора. В соответствии с приведенными в патенте данными композиции не включают полимерные фракции этилена, нерастворимые в ксилоле при комнатной температуре

Наиболее близким аналогом является патент США № 4491652, в котором раскрывается получение полипропиленовых термопластичных эластомеров в две стадии, первая из которых представляет собой полимеризацию пропилена в гомополимерный полипропилен, а на второй стадии смеси этиленпропилена полимеризуют с образованием каучукоподобных сополимеров. Вторую стадию осуществляют в присутствии растворителя при 60–80°C. Оперируя при такой температуре, можно достичь частичного растворения каучукоподобного сополимера с образованием крупных кусков, которые затем должны быть измельчены. В соответствии с патентом измельчение осуществляют дроблением. Кстати, известно, что когда процентное содержание каучукоподобного этилен-пропиленового сополимера превышает приблизительно 20% от массы всего полимера, трудно, если вообще возможно, избежать агломерации частиц, даже если процесс осуществляют в присутствии стереоспецифических катализаторов (см. опубликованную заявку на Европатент № 0029651 и патент Бельгии № 876413)

Явление агломерации является особенно существенным, когда стадию сополимеризации этилен-пропилена осуществляют в газовой фазе. На практике засорение реактивов препятствует осуществлению процесса в газовой фазе

Теперь неожиданно обнаружено, что с использованием специфических катализаторов, нанесенных на хлорид магния, можно получить даже в процессах, осуществляемых в газовой фазе, полипропиленовые композиции с пластоупругими свойствами в форме сферoidalных частиц, имеющих характеристики текучести и объемной плотности, достаточно улучшенные, и так, чтобы можно было осуществить использование их в обычных процессах трансформации в продукты без предварительных стадий гранулирования

Композиции вследствие их пластоупругих характеристик пригодны для всех мыслимых применений для традиционных термопластичных полиолефиновых эластомеров

Кроме того, поскольку композиции получают в условиях, когда образованная каучукоподобная фаза распределяется равномерно в полипропиленовой матрице, они обеспечивают получение свойств более улучшенных по сравнению со свойствами соответствующих композиций, полученных путем механического смешивания компонентов

Наконец, поскольку композиции получают с использованием чрезвычайно активных катализаторов, количество остатка катализатора в указанной композиции так ничтожно, что отщепление остатков катализатора не требуется

Композиции в соответствии с настоящим изобретением включают

(А) 10–60 мас. ч., предпочтительно, 20–50 мас. ч. гомополимерного полипропилена с показателем стереорегулярности выше 90, предпочтительно от 95 до 98, или кристаллического про-

пиленового сополимера с этиленом и/или альфа-олефином $\text{CH}_2=\text{CHR}$, где R обозначает C_7-C_6 -алкильный радикал, содержащего более 85 мас % пропилена и имеющего показатель стереорегулярности выше 85.

(B) 10–40 мас ч полимерной фракции, содержащей этилен, нерастворимой в ксилоле при комнатной температуре,

(C) 30–60 мас ч, предпочтительно 30–50 мас ч аморфной фракции этилен-пропиленового сополимера, необязательно содержащей малые относительные количества диена, растворимой в ксилоле при комнатной температуре и содержащей 40–70 мас % этилена

Общее содержание полимеризованного этилена составляет от 20 до 60 мас %

Молекулярная масса различных фракций (определенная измерением характеристической вязкости в тетрагидронафталине при 135°C) варьируется в зависимости от природы компонентов и индекса расплава конечного продукта. Она составляет значения в пределах следующих предпочтительных границ

– от 0,5 до 3 дл/г для фракции (A), от 2 до 8 дл/г для фракций (B) плюс (C)

Как указано выше, композиции получают в форме сфероидальных частиц, имеющих средний диаметр от 500 до 7000 мкм, текучесть (при 70°C) менее, чем 30 с, объемная плотность (утрамбованного материала) выше, чем $0,4 \text{ г/см}^3$, в частности от 0,4 до $0,6 \text{ г/см}^3$

Композиции имеют по крайней мере один пик плавления, определенный с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии при температуре выше, чем 140°C , модуль упругости при изгибе ниже, чем 700 мПа, предпочтительно от 200 до 500 мПа, теплоустойчивость по Вика выше, чем 50°C , твердость по Шору А выше, чем 80, и твердость по Шору D выше, чем 30, остаточную деформацию при растяжении при 75% ниже, чем 60%, в частности от 20 до 50%, растягивающее напряжение выше, чем 6 мПа, в частности от 8 до 20 мПа

Исследование композиций под электронным микроскопом показывает, что диспергированная фаза состоит из аморфного этилен-пропиленового сополимера и имеет средний размер частиц 2 мкм

Промышленные изделия, которые можно выполнять из композиций, находят применение, в частности, в областях автомобилестроения, электрических кабелей и спортивных товаров

Композиции получают процессами полимеризации, включающими, по крайней мере, две стадии, на первой из которых пропилен полимеризуют с образованием компонента (A), а на следующих стадиях этилен-пропиленовые смеси полимеризуют с образованием компонентов (B) и (C)

Процесс осуществляют в жидкой или газообразной фазе, или в жидкостно-газовой фазе

Предпочтительный способ предусматривает осуществление стадии гомополимеризации пропилена с использованием разбавителя в виде жидкого пропилена и стадии сополимеризации пропилена и этилена в газовой фазе без проведения промежуточных стадий, за исключением частичного обезгаживания пропилена

Полимеризацию пропилена можно осуществлять в присутствии этилена или альфа-олефина, такого как бутен-1, пентен-1, 4-метилпентен-1, в таких количествах, что показатель стереорегулярности полученного продукта составляет более 85%

Сополимеризацию пропилена и этилена также можно осуществлять в присутствии другого альфа-олефина или диена, сопряженного или нет, такого как бутadiен, 1–4-гексадиен, 1,5-гексадиен, этилен-норборнен-1

Реакционная температура в стадии полимеризации пропилена и в стадии сополимеризации пропилена и этилена может быть одинаковой или разной и составляет, как правило, от 40 до 90°C , предпочтительно от 50 до 80°C в случае гомополимеризации и от 50 до 70°C в случае сополимеризации

Давление первой стадии таково, что оно конкурирует с давлением пара жидкого пропилена при рабочей температуре, возможно, модифицированной давлением пара небольшого количества инертного разбавителя, используемого для подачи каталитической смеси, и избыточным давлением водорода как регулятора молекулярной массы

Давление относительно стадии сополимеризации, если ее осуществляют в газовой фазе, может составлять от 5 до 30 атм. Время пребывания в отношении двух стадий может варьироваться в зависимости от требуемого взаимоотношения между гомополимерной фракцией и биполимерными фракциями B и C, и составляет, как правило, от 30 мин до 8 ч. В качестве регуляторов молекулярной массы могут быть использованы известные традиционные агенты передачи цепи, такие как водород и ZnEt_2

Катализатор, используемый при полимеризации, включает продукт взаимодействия твердого соединения, содержащего соединение титана и электронодонорное соединение (внутренний донор), нанесенное на хлор магния, с соединением Al-триалкила и электронодонорным соединением (внешним донором)

С целью получения композиций настоящего изобретения в форме текучих частиц, имеющих высокую объемную плотность, важно, чтобы твердый компонент катализатора имел следующие характеристики

площадь поверхности менее чем $100 \text{ м}^2/\text{г}$, в частности, от 50 до $80 \text{ м}^2/\text{г}$, пористость от 0,25 до $0,4 \text{ см}^3/\text{г}$, рентгеновский спектр присутствие гало при углах 2θ от $33,5$ и 35° и никакого отражения при 2θ , равном $14,95^\circ$

Компонент катализатора получают следующим способом, описанным ниже

Аддукт хлористого магния со спиртом, содержащий обычно 4 моль спирта на моль MgCl_2 , получают в форме сфероидальных частиц путем эмульгирования расплавленного аддукта в инертной углеводородной жидкости, несмешивающейся с аддуктом, с последующим охлаждением (очень быстрым) эмульсии с тем, чтобы вызвать отверждение аддукта в форме сфероидальных частиц

Затем частицы подвергают частичному деалкоголированию путем нагревания при темпе-

ратуре от 50 до 130°C, которое приводит содержание спирта к значению от 3 до 1–1,5 моль на моль $MgCl_2$

Затем аддукт суспендируют в холодном $TiCl_4$, при концентрации 40–50 г/л, и температуру затем доводят до 80–135°C, при которой аддукт сохраняют в течение 1–2 ч

К $TiCl_4$ также прибавляют электронодонорное соединение, выбранное предпочтительно из алкил-, циклоалкил-, или арилфталатов, например диизо-бутил-ди-н-бутил и ди-н-октил-фталата

Избыточное количество $TiCl_4$ отделяют горячим путем фильтрации или седиментации, и обработку с помощью $TiCl_4$ повторяют один или более раз после чего твердое тело промывают гептаном или гексаном и сушат

Полученный таким образом компонент катализатора имеет следующие характеристики: площадь поверхности менее 100 м²/г, конкретно от 50 до 80 м²/г,

пористость от 0,25 до 0,4 см³/г,

распределение объемов пор такое, что бо-

лее чем 50% пор имеют радиус более, чем 100 Å.

рентгеновский спектр, представляющий га-ло с максимальной интенсивностью между углами 2V, равными 33,5 и 35°, и не имеющий отражения при 2V, равном 14,95°

Катализатор получают путем смешивания компонента катализатора с соединением Al-триалкила, предпочтительно Al-триэтила и Al-триизобутила, и электронодонорным соединением, выбранным предпочтительно из соединений силана формулы $R'R''Si(OR)_2$, где R' и R'' одинаковые или различные, обозначают алкильные, циклоалкильные или арильные радикалы, содержащие 1–18 атомов углерода, и R обозначает C₁–C₄-алкильный радикал

Типичными силанами являются дифенилдиметоксисилан, дициклогексилдиметоксисилан, метил-трет-бутилдиметоксисилан и диизопропилдиметоксисилан

Могут быть использованы соединения силана, такие как фенилтриэтоксисилан

Отношение Al/Ti обычно составляет от 10 до 200, а молярное отношение силан/Al – от 1/5 до 1/50

Катализаторы можно предварительно подвергать взаимодействию с малыми количествами олефина (предварительная полимеризация), сохраняя катализатор в суспензии в углеводородном растворителе и полимеризуя при температуре от комнатной до 60°C, и получают количество полимера, составляющее значение в 0,5–3 раза выше, чем масса катализатора

Процесс может осуществляться также и в жидком мономере, и в данном случае количество продуцируемого полимера составляет значение до 1000 раз выше, чем масса катализатора

Данные, приведенные в примерах и в тексте касательно показанных ниже свойства, определены с использованием следующих методов

Свойства	Метод
Показатель текучести (MFR L)	ASTM-D 1238
мас % этилена	ИК-спектроскопия

Характеристическая вязкость

Определяют в тетралине при 135°C

мас % ксилол-растительного

(см примечание перед примерами)

Модуль упругости при изгибе

ASTM-D 790

Ударная вязкость по Изоду

ASTM-D 256

Теплостойкость по Вика (1 кг)

ASTM-D 1525

Твердость по Шору A/1

ASTM-D 2240

Остаточная деформация при растяжении при 75%

ASTM-D 412

Растягивающее напряжение

ASTM-D 638

Площадь поверхности

Метод Брунауэра-Эммета-Теллера (БЭТ)

Пористость

БЭТ

Объемная плотность

DIN-53194

Текучесть

Время, необходимое для прохождения 100 г полимера через воронку с выходным отверстием диаметром 1,25 см и стенками с наклоном 20° по вертикали ASTM-D 1921-63

Гранулометрия

Отбеливающая устойчивость

Определяют, подвергая воздействию ударных дисков, исследуемого полимера, полученных методом впрыскивания под давлением с использованием плунжера, состоящего из полусферического пуансона с диаметром 12,7 мм, весом 78 г. Измеряют минимальную высоту для получения отбеливания (h) и размер отбеливающей площади при максимальной высоте, допускаемой устройством (76 см)

Образцы, подлежащие различным физико-механическим испытаниям, формируют непосредственно из полимера в форме сферических частиц, предварительно стабилизированных и использованием 0,1 мас % IRGANOX^R 1010 и 0,1 мас % BHT (2,6-ди-трет-бутил-паракрезол), при следующих условиях и с использованием пресса для литья под давлением GBFV 160

Температура полимера

из расплава

190°C.

Температура формования

60°C.

Время впрыскивания 20 с.
 Время охлаждения 25 с
 Массовый процент всего биополимера (%
 $B_p = \% C + \% B$) вычисляют путем определения
 массы пропилен-этиленовой смеси, подаваемой
 во второй стадии, и сравнивая ее с массой конеч-
 ного продукта

Массовые процентные содержания трех
 фракций А, В и С, описанных в тексте опреде-
 ляют следующим образом

$$\% A = 100 - \% B_p$$

$$\% C = S_c - P - S_p$$

где S_c и S_p обозначают массовые процентные со-
 держания ксилолрастворимой части конечного
 продукта и полипропиленовой фракции А соот-
 ветственно Р обозначает массовое отношение
 между указанными фракциями и конечным про-
 дуктом $\% B = 100 - A\% - C\%$

Процентное содержание по массе этилена
 в сополимерной фракции С, растворимой в кси-
 лоле, вычисляют по следующей формуле

$$C = \frac{C_F - C_P \cdot Q}{V} \% \text{ этилена в фракции}$$

где C_F = мас % этилена в растворимой в ксилоле
 массе конечного продукта,

C_P = мас % этилена в растворимой в кси-
 лоле фракции А полипропилена,

Q = мас % растворимой в ксилоле фрак-
 ции А, умноженной на массовую долю фракции
 А, по сравнению с конечным продуктом и делен-
 ный на массовую долю растворимого в ксилоле
 конечного продукта,

V = мас % фракции С, умноженный на мас
 % всего биополимера, деленный на 1/100

Определение процентной концентрации
 фракции, растворимой в ксилоле 2,5 г полимера
 растворяют в 250 мл ксилола при 155°C при пе-
 ремешивании Через 20 мин раствор охлаждают
 до 25°C при перемешивании и затем отстаивают
 в течение 30 мин

Преципитат фильтруют через фильтро-
 вальную бумагу, раствор упаривают в потоке азо-
 та и остаток сушат в вакууме при 80°C до дости-
 жения постоянной массы Таким образом опреде-
 ляют массовое процентное содержание полиме-
 ра, растворимого в ксилоле при комнатной тем-
 пературе Процентное содержание по массе по-
 лимера, нерастворимого в ксилоле при комнат-
 ной температуре, принимают за показатель сте-
 реорегулярности полимера Полученное таким
 путем значение в основном совпадает с показа-
 телем стереорегулярности, определенным путем
 экстрагирования кипящим n-гептаном, который
 при определении составляет показатель стерео-
 регулярности полипропилена

Примеры. Общие методы

Испытание осуществляют в автоклаве из
 нержавеющей стали емкостью 22 л с геликои-
 дальной магнитной мешалкой, работающей со
 скоростью около 90 об/мин

Температуру и давление поддерживают
 постоянными в течение реакции, если не указано
 что-либо иное

Газовую фазу постоянно анализируют газо-
 вым хроматографом

Процесс представляет собой периоди-
 ческую операцию в две стадии первая заклю-
 чается в гомополимеризации пропилена в жид-
 ком мономере, вторая представляет собой со-
 полимеризацию этилена и пропилена в газооб-
 разной фазе

(А) Первая стадия

В автоклав вводят при 20°C 16 л жидкого
 пропилена и каталитического комплекса, состав-
 ленного твердым компонентом (около 0 15 г) и
 смесью 75 мл триэтила алюминия (ТЭАЛ) при
 концентрации 10% в гексане и адекватного коли-
 чества фенилтриэтоксисилана (ФЭС) ~ (моляр-
 ное отношение ТЭАЛ/ФЭС = 10) Каталитическую
 систему подают под давлением пропилена Тем-
 пературу доводят до 70°C в течение приблизи-
 тельно 10 мин и поддерживают постоянной на
 весь период полимеризации Водород постоянно
 анализируют в газовой фазе и подают с тем, что-
 бы поддержать постоянной желательную кон-
 центрацию Когда бы этилен не использовали в
 качестве сомономера, адекватное количество
 этого опефина подают непрерывно с тем чтобы
 поддержать постоянным процентное содержание
 в газовой фазе По завершении установленного
 времени практически весь оставшийся мономер
 элиминируют путем обезгаживания при 60°C и
 атмосферном давлении

(В) Вторая стадия

Гомополимер из первой стадии, после от-
 бора пробы для различных анализов доводят до
 установленной температуры Затем подают про-
 пилен и этилен в количественном отношении,
 требуемом для получения композиции и давле-
 ния газовой фазы

Во время полимеризации давление под-
 держивают постоянным путем подачи смеси эти-
 лен пропилен, имеющей тот же состав, что и же-
 лаемый биополимер, и содержат в цилиндре с
 термостатом при 90°C

Продолжительность подачи варьируется в
 соответствии с реакцией каталитической систе-
 мы и количественном биополимере, необходи-
 мом для получения планируемой гомо- и биопо-
 лимерной композиции В конце испытания поро-
 шок выгружают, стабилизируют и сушат в печи в
 потоке азота при 60°C Используемый компо-
 нент катализатора получают из аддукта $MgCl_2 \cdot x$
 $2C_2H_5OH$, получаемого в форме сфероидаль-
 ных частиц, в соответствии с методом примера
 2 патента США № 4399054, но оперируя при
 скорости 3000 об/мин вместо 10000 об/мин За-
 тем аддукт подвергают деалкоголированию пу-
 тем нагревания с постоянным повышением тем-
 пературы от 50 до 100°C в потоке азота до тех
 пор, пока содержание спирта не достигнет 1,5
 моль на моль $MgCl_2$

Частично деалкоголированный аддукт
 имеет площадь поверхности 9,1 м²/г, объемную
 плотность 0,564 г/см³ 25 г данного аддукта при-
 бавляют к 625 мл $TiCl_4$ при перемешивании и
 температуре 0°C Его нагревают до 100°C в те-
 чение 1 ч Когда температура достигает отметки
 40°C, прибавляют диизобутилфталат при моляр-
 ном отношении Mg/диизобутилфталат, равном 8
 Продукт нагревают до 100°C в течение 2 ч, осаж-
 дают и затем сифонируют жидкость, 550 мл $TiCl_4$

вводят и нагревают до 120°C в течение 1 ч. Продукт отстаивают, после чего сифонируют горячую жидкость. Твердое вещество промывают шесть раз с использованием 200 мл безводного гексана при 60°C, а затем три раза при комнатной температуре. Твердое тело после сушки в вакууме имеет следующие характеристики:

пористость	0,261 см ³ /г,
площадь поверхности	66,5 м ² /г,
объемная плотность	0,440 г/см ³

Все осуществляемые испытания и относительные условия работы приведены в табл. 1 и 2.

В примерах 2 и 4 в качестве внешнего донора используют дифенилдиметоксисилан вместо фенилтриэтоксисилана.

Другие отличительные признаки, преимущества и варианты настоящего изобретения, раскрытые в данном описании, будут понятны специалисту, после прочтения описания. В данном отношении, несмотря на то, что специфические варианты настоящего изобретения описаны в значительных деталях, варианты и модификации примеров выполнения изобретения могут быть достигнуты в пределах объема и сущности прилагаемой формулы изобретения.

Таблица 1

Примеры		1	2	3	4
Первая фаза					
– Давление	атм	36,4	30,4	35,6	31,2
– Время	мин	90	60	30	60
– Н ₂ в газовой фазе	мол %	14,1	0,6	11,9	1,7
– С ₂ в газовой фазе	мол %	–	–	–	1,55
– Показатель стереорегулярности	масс %	94,6	95,8	95,2	94,7
– Характеристическая вязкость	дл/г	0,68	1,98	0,96	1,36
– Этилен	масс %	–	–	–	2,6
– Этилен во фракции, растворимой в ксилоле	масс %	–	–	–	12,1
Вторая фаза					
– Температура	°C	60,0	70,0	60,0	70,0
– Давление	атм	12,0	11,3	11,3	11,3
– Время	мин	215	350	370	405
– Н ₂ в газовой фазе	мол %	0,4	1,0	2,05	1,1
– С ₂ в газовой фазе	мол %	29,1	35,2	51,1	33,9
– С ₂ /С ₃ в смеси	масс/масс	45/55	55/45	70/30	51/49

Таблица 2

Примеры		1	2	3	4
Конечный продукт					
– Выход кг/пол /г	Т	851	1230	933	1380
– Биополимер (Вр)	масс %	56,3	76,4	78,2	57,4
– Этилен	масс %	30,1	41,4	55,1	29,3
– Характеристическая вязкость	дл/г	1,89	2,38	2,44	1,95
– Индекс расплава	г/10 ¹	18,0	1,25	2,7	4,0
– Ксилолрастворимая фракция (Sc)	масс %	42,5	42,7	44,2	36,5
– Фракция В	масс %	16,2	34,8	38,0	21,8
– Фракция	масс %	40,1	41,6	40,2	35,6
– С ₂ в ксилолрастворимой фракции	масс %	42,5	52,1	58,8	44,8
– С ₂ во фракции С	масс %	45,0	53,3	67,5	47,1
– Температура плавления (дифференциальная сканирующая калориметрия)	°C	163	163,5	163	148
– Модуль упругости при изгибе	МПа	350	320	270	300
– Ударная вязкость по Изоду (дюйм ³) – 40 Дж/м		970 (н л)	980 (н л)	950	1000 (н л)

Примеры		1	2	3	4
– Отбеливающая (высота) устойчивость	см	>76	>76	>76	>76
– Отбеливающая устойчивость (площадь)	см ²	0	0	0	0
– Теплостойкость по Вика (1 кг)		84	86	73	97
– Твердость по Шору А		97	94	91	95
– Твердость по Шору Д		45	42	36	46
– Остаточная деформация при растяжении при 75 %	%	48	40	37	40
– Растягивающее напряжение	МПа	8,1	12,1	11,7	15,6
– Объемная плотность	кг/л	0,47	0,46	0,48	0,47
– Текучесть при 70°C	сек	11	11	12	14
– Средний диаметр гранул	мкм	1400	2000	1400	2000

Примечание: н. л. = "не ломается".

Тираж 50 экз

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03

