

# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 291 103

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1997 - 1603

(22) Přihlášeno: 23.05.1997

(30) Právo přednosti:  
24.05.1996 DE 1996/19621022

(40) Zveřejněno: 17.12.1997

(Věstník č. 12/1997)

(47) Uděleno: 18.10.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 11.12.2002  
(Věstník č. 12/2002)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>:

C 08 F 10/06

C 08 F 210/16

C 08 F 2/18

C 08 L 23/16

(73) Majitel patentu:

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, Frankfurt am  
Main, DE;

2,5 l kapalného propylenu na kg PP a ve druhém stupni se  
nedávkuje žádný ethylen.

(72) Původce vynálezu:

Dolle Volker Dr., Bensheim, DE;  
Böhm Thomas Dipl. Ing., Darmstadt, DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2, 12000;

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby vysokomolekulární reaktorové  
směsi ethylen/propylen se širokým rozdělením  
molekulových hmotností**

(57) Anotace:

Způsob výroby vysokomolekulární reaktorové směsi  
z vysokomolekulárního kopolymeru ethylen-propylen a  
nizkomolekulárního polypropylenu, která má obsah ethylenu  
v rozmezí 0,1 až 2 % hmotnostní, index toku taveniny MFR  
(230/5)  $\leq 5$  dg/min a rozdělení molekulové hmotnosti  $M_w/M_n$   
v rozsahu 6 až 20, kopolymerací propylenu a ethylenu  
v prvním stupni a polymerací propylenu, z prvního do  
druhého reakčního stupně strženého ethylenu a popřípadě  
kopolymerací s dalším 1-olefinem se 4 až 20 uhlíkovými  
atomy v suspenzi při teplotě v rozsahu 30 až 150 °C, tlaku 1  
až 10 MPa a době zdržení 30 minut až 6 hodin za přítomnosti  
katalyzátoru organohlinité sloučeniny (B) a organokřemičité  
sloučeniny (C) ve druhém stupni, při kterém v prvním stupni  
je suspenzním prostředkem jak monomer, tak i suspenzní  
prostředek, že se v prvním reakčním stupni vyrobí  
vyskomolekulární kopolymer ethylen/propylen s viskozitou  
500 až 1400 ml/g a podílem na veškerém polymeru 20 až  
80 %, a že po druhém reakčním stupni vykazuje veškerý  
polymer viskozitu 200 až 400 ml/g a polydisperzitu  $M_w/M_n$  6  
až 20, přičemž v prvním reakčním stupni se nastaví fázový  
poměr v rozmezí 2,5 až 4 l kapalného propylenu na kg PP a ve  
druhém reakčním stupni se polymeruje při teplotě v rozmezí  
55 až 100 °C, přičemž fázový poměr se nastaví v rozmezí 1 až

CZ 291103 B6

## Způsob výroby vysokomolekulární reaktorové směsi ethylen/propylen se širokým rozdělením molekulových hmotností

### 5 Oblast techniky

Předložený vynález se týká vysokomolekulární reaktorové směsi z ethylenových a propylenových jednotek, která má obsah ethylenu v rozmezí 0,1 až 2 % hmotnostní.

- 10 Kromě toho se vynález týká způsobu výroby těchto polymerů a tvarových součástí jako trubky, fitinky, dutá tělesa, tyče a desky ze jmenovaných polymerů.

### Dosavadní stav techniky

15

Z DE-A 40 19 053 jsou známy homopolymery s širokým rozdělením molekulových hmotností. Tyto homopolymery se mohou s velkými náklady zpracovávat na trubky. Takto vyrobené trubky vykazují ale nevýhodně velkou lámavost a drsný povrch, takže tyto trubky nejsou v praxi použitelné.

20

- Z EP-A 573 862 je známý způsob výroby polypropylenu s rozdělením molekulových hmotností  $M_w/M_n < 20$  a dobrými zpracovatelskými vlastnostmi. Index toku činí 2 dg/min; vnitřní viskozita činí 280 ml/g. Takto popsaný polypropylen se vyrábí polymerací v plynné fázi. Příklady 1 až 4 spisu EP-A 573 862 popisují výrobu homo-PP prášku s širokým rozdělením. Polydisperzita  $M_w/M_n$  sice není uváděna v žádném z příkladů, ale na základě údajů vnitřní viskozity (800 ml/g a 67 ml/g) je možné usuzovat na velmi velký rozsah molekulových hmotností v prvním a druhém stupni.

30

Způsoby známé podle stavu techniky (EP-A 573 862) byly rozpracovány, aby bylo možné zkoušet vlastnosti materiálů. Bylo objeveno, že všechny suroviny vykazují vysokou lámavost při omezené kvalitě zpracování ve spojení s materiálovou nehomogenitou. Výroba PP trubek obvyklým extruzním způsobem není částečně možná, protože viskozita taveniny není pro extruzní proces dostatečná.

35

Úkolem předloženého vynálezu je nalézt zlepšené formovací hmoty, které umožní výrobu trubek na obvyklých výrobních nástrojích, které vedle nízké lámavosti a hladkého povrchu mají navíc vysokou houževnatost a vynikající tuhost ve spojení s vynikajícími vlastnostmi tečení.

40

### Podstata vynálezu

- Tento úkol se řeší vypracováním způsobu výroby vysokomolekulární reaktorové směsi z vysokomolekulárního kopolymeru ethylen-propylen a nízkomolekulárního polypropylenu, která má obsah ethylenu v rozmezí 0,1 až 2 % hmotnostní, index toku taveniny
- 45  $MFR(230/5) \leq 5$  dg/min a rozdělení molekulové hmotnosti  $M_w/M_n$  v rozsahu 6 až 20, kopolymerací propylenu a ethylenu v prvním stupni a polymerací propylenu, z prvního do druhého reakčního stupně strženého ethylenu a popřípadě kopolymerací s dalším 1-olefinem se 4 až 20 uhlíkovými atomy v suspenzi při teplotě v rozsahu 30 až 150 °C, tlaku 1 až 10 MPa a době zdržení 30 minut až 6 hodin za přítomnosti katalyzátoru organohlinité sloučeniny (B)
- 50 a organokřemičité sloučeniny (C) ve druhém stupni, při kterém v prvním stupni je suspenzním prostředkem jak monomer, tak i suspenzní prostředek, že se v prvním reakčním stupni vyrobí vysokomolekulární kopolymer ethylen-propylen s viskozitou 500 až 1 400 ml/g a podílem na veškerém polymeru 20 až 80 %, a že po druhém reakčním stupni vykazuje veškerý polymer viskozitu 200 až 400 ml/g a polydisperzitu  $M_w/M_n$  6 až 20, přičemž v prvním reakčním stupni se
- 55 nastaví fázový poměr v rozmezí 2,5 až 4 l kapalného propylenu na kg PP a ve druhém reakčním

stupni se polymeruje při teplotě v rozmezí 55 až 100 °C, přičemž fázový poměr se nastaví v rozmezí 1 až 2,5 l kapalného propylenu na kg PP a ve druhém stupni se nedávkuje žádný ethylen.

- 5 Překvapivě bylo objeveno, že kopolymer ethylen/propylen, vyrobený podle vynálezu, je možné zpracovávat na trubky na obvyklých výrobních nástrojích a tyto trubky vykazují hladké povrchy hotových částí, dobrou kvalitu při zpracování, vysokou rázovou houževnatost při dobré tvrdosti a mezi pevnosti při tečení.

- 10 V prvním reakčním stupni se vyrobí vysokomolekulární kopolymer ethylen/propylen s viskozitou 500 až 1400 ml/g a podílem veškerého polymeru 20 až 80 % hmotnostních, s výhodou 45 až 75 % hmotnostních, obzvláště výhodně 48 až 65 % hmotnostních, zatímco ve druhém reakčním stupni se vyrobí nízkomolekulární produkt s viskozitou 200 až 400 ml/g a podílem 80 až 20 % hmotnostních, s výhodou 55 až 25 % hmotnostních, obzvláště výhodně 52 až 35 % hmotnostních.

- 15 Polymerace se provádí v tak zvaném provozním procesu (Bulk-Process) ve dvou reakčních stupních, přičemž monomery, propylen, edukt a suspenzní prostředek jsou stejné.

- 20 Způsob podle vynálezu se provádí obzvláště jako dvoustupňová polymerace s předřazenou předpolymerací. Jak první a druhý reakční stupeň tak i předpolymerace se mohou provádět buď v diskontinuálním nebo kontinuálním pracovním režimu. Výhodný je kontinuální způsob. Složky B a složky C se spolu před předpolymerací smísí a potom se uvedou v kontakt s katalyzátorem. V přítomnosti těchto aktivních složek se propylen předpolymeruje v suspenzi nebo blokovým způsobem. Výhodná je předpolymerace v kapalných monomerech. Doba zdržení činí 4 až 25 minut, teplota předpolymerace leží v rozsahu 10 až 25 °C.

- 30 Předpolymer se potom převede do prvního reakčního stupně polymerace a polymeruje v kapalném propylenu při teplotě 55 až 100 °C s dobou zdržení 0,5 až 3,5 hodiny. Nastaví se fázový poměr v rozsahu 2,5 až 4 l kapalného propylenu na kg PP, s výhodou 3,3 l kapalného propylenu na kg PP. Do prvního reakčního stupně se ethylen dávkuje kontinuálně takovým způsobem, aby se v kapalně fázi nastavila koncentrace  $C_2$  0,1 až 2 % hmotnostní, s výhodou 0,1 až 1,5 % hmotnostních. K řízení molekulové hmotnosti se dávkuje vodík.

- 35 Po prvním reakčním stupni se vícefázový systém převede do druhého reakčního stupně a zde se polymeruje při teplotě 55 až 100 °C. Druhý reakční stupeň se provádí v jiném reaktoru. Zde se nastaví poměr fází 1 až 2,5 l kapalného propylenu na kg PP, s výhodou 1,9 l kapalného propylenu na kg PP. Výhodné podle vynálezu je nastavit u zde popsaného postupu odlišné fázové poměry v obou reaktorech. Ve druhém stupni se nepřidává žádný ethylen. K řízení molekulové hmotnosti se i ve druhém stupni přidává  $H_2$ .

- 40 Teploty a koncentrace vodíku v obou reaktorech mohou být stejné nebo rozdílné. Koncentrace ethylenu je v obou reaktorech rozdílná. Výhodnými reaktory jsou míchané kotlové reaktory nebo smyčkové reaktory.

- 45 Je možné monomer mezi oběma reaktory odtlakovat a do druhého reaktoru přidat ještě polymeračně aktivní systém katalyzátor/PP. Přitom se může ve druhém reaktoru také nastavit nižší koncentrace vodíku než v prvním reaktoru.

- 50 Jako složka B se používá trimethylaluminium, triizobutylaluminium nebo triethylaluminium. Výhodné je použití triethylaluminia nebo triizobutylaluminia. Obzvláště výhodné je použití triethylaluminia.

- 55 Jako složka C se použije cyklohexylmethyldimethoxysilan, biscyklopenthyldimethoxysilan nebo difenyldimethoxysilan. Obzvláště výhodné je použití cyklohexylmethyldimethoxysilanu nebo biscyklopenthyldimethoxysilanu.

Složky B se použijí v koncentraci 0,001 až 10 mmol/l, s výhodou 0,1 až 5 mmol/l. Složka C se použije v poměru R ke složce B. Poměr se vypočítá jako koeficient koncentrace B ke koncentraci C, vždy v mol/l. Poměr R činí 1 až 200, s výhodou 2 až 100, obzvláště výhodně 2,5 až 75.

5

Podle vynálezu jsou výhodné produkty s MFR (230/5) 0,01 až 5 dg/min, obzvláště výhodně 0,02 až 2 dg/min. Reaktorová směs podle vynálezu sestává z 0,5 až 2 % hmotnostních z ethylenových jednotek a z 99,5 až 98 % hmotnostních z propylenových jednotek.

10

Po druhém reakčním stupni se směs propylenu, vodíku a případně ethyleny zpracuje. Výhodné je rychlé odpaření kapalného monomeru v jednom stupni. Následně se čištěný kopolymer vysuší v proudě inertního plynu a zajistí se, aby kopolymer neobsahoval monomer. Takto získaný vysokomolekulární kopolymer se mísí se stabilizátory, kluznými prostředky, plnivy, pigmenty a tak dále a granuluje se. Granulace se provádí v extruderu nebo hnětači.

15

Odpařená směs monomerů se kondenzuje a destilačně rozdělí na propylen, případně ethylen a vodík. Destilace se provede tak, aby se zajistila koncentrace vodíku < 150 ppm, (miliontá část,  $10^{-4}$  %) obzvláště výhodně < 40 ppm. Takto vyčištěný monomer se potom opět dává do prvního reaktoru.

20

Následující příklady mají vynález blíže vysvětlit. K charakterizaci vyrobených produktů se používají následující analytické metody pro polymery:

25

|                         |                                                                                                       |
|-------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| tavný index MFR         | dle DIN 53735                                                                                         |
| viskozitní číslo (ml/g) | stanoveno při 135 °C v dekalinu                                                                       |
| tečení                  | dle DIN 53759                                                                                         |
| rázová houževnatost     | dle DIN 8078                                                                                          |
| poměr $M_w/M_n$         | gelovou permeační chromatografií v ortodichlorbenzenu při teplotě 135 °C na chromatografu Waters 150C |

30

#### Příklady provedení vynálezu

35

#### Příklad 1

Polymeruje se kontinuálně ve dvou za sebou zařazených míchaných kotlech o obsahu vždy 16 l. Oba reaktory jsou naplněny 10 l kapalného propylenu. Jako katalyzátor B se použije triethylaluminium o koncentraci 1 mmol/l; koncentrace stereoregulátoru C činí 0,1 mmol/l. Jako stereoregulátor (C) se použije cyklohexylmethyldimethoxysilan. Koncentrace vodíku v kapalně fázi se nastaví na 40 objemových ppm.

40

V prvním reaktoru se polymeruje směs propylenu a ethyleny při 70 °C v přítomnosti katalyzátoru Montell FT4S. Katalyzátor, kokatalyzátor, ethylen, propylen a vodík se dodávají kontinuálně. Na 45 kg propylenu se dává 3,8 g ethyleny. Připravuje se podíl pevné látky 224 g PP na litr suspenze. Z toho se vypočítá fázový poměr 3,3 l kapalného propylenu na kg PP. Vodík se dává tak, že se v kapalně fázi nastaví koncentrace 40 ppm.

45

Kopolymer získaný v prvním reaktoru se společně s katalyzátorem převede do druhého reaktoru. Do druhého reaktoru se nadává vodík a propylen. Koncentrace vodíku v kapalně fázi činí 50 420 objemových ppm. Reakční teplota ve druhém reaktoru činí rovněž 70 °C. Připravuje se podíl pevné látky 324 g PP na litr suspenze. Z toho se vypočítá fázový poměr 1,9 l kapalného propylenu na kg PP.

50

Po izolaci polymeru jako prášku ze druhého reaktoru vyplývá výtěžnost katalyzátoru 16 kg PP/g katalyzátoru. Bylo změřeno rozdělení molekulových hmotností  $M_w/M_n$  9,0, hodnota MFR 0,8 dg/min, viskozitní číslo 570 ml/l. Infračervenou spektroskopií byla změřena vestavění  $C_2$  0,5 % hmotnostních. Podíl rozpustný v xylenu za chladu byl změřen na 3,3 % hmotnostních.

#### Srovnávací příklad 1

Postupuje se jako v příkladu 1. Poměr fází se však v reaktoru 1 i v reaktoru 2 nastaví na stejnou hodnotu; v obou reaktorech se nastaví stejná koncentrace vodíku. Ani do prvního reaktoru, ani do druhého reaktoru se nedávkuje ethylen. Pro  $M_w/M_n$  byla stanovena hodnota 4,0.

#### Příklad 2

Prášek získaný podle příkladu 1 se v atmosféře inertního plynu granuluje ve dvoušnekovém extruderu s průměrem šneků 53 mm při teplotě asi 240 °C. Přitom se jako stabilizátor přidá 0,15 % <sup>R</sup>Irganox 1010 a 0,15 % <sup>R</sup>Hostanox PAR 24. Kromě toho se přidá barvicí směs. Získaný granulát se podrobí měření  $M_w/M_n$ .  $M_w/M_n$  činí 8.

#### Příklad 3

Granulát podle příkladu 2 se zpracuje na trubkovém extruzním zařízení s 60 mm extruderem s drážkou a vložkou a vakuovým rozprašovacím tankem na trubky o rozměru 32 x 4,5 mm (vnitřní průměr = 32 mm, síla stěny = 4,5 mm). Hmotnostní prosazení činí 150 kg/h. Teplota hmoty se nastaví na 210 °C.

Bylo zjištěno, že zpracování probíhá velmi rovnoměrně a povrch trubky jak vnitřní, tak vedlejší je velmi hladký. Povrch trubky se charakterizuje tak, že se srovnává s trubkami, které byly za stejných podmínek na stejném extruzním zařízení na trubky vyrobeny z granulátu s užším rozdělením molekulových hmotností (viz srovnávací příklad 1  $M_w/M_n = 4$ ). Trubky vyrobené z granulátu podle příkladu 2 splňují požadavky normy DIN 8078 (obecné požadavky na jakost, zkoušení) z hlediska rázové zkoušky ohybem na trubce a zkoušce tečení při vnitřním přetlaku.

| Zkušební<br>teplota | Zkušební napětí       | Minimální doba tečení dle DIN 8078 | Změřená doba<br>tečení |
|---------------------|-----------------------|------------------------------------|------------------------|
| 95 °C               | 3,5 N/mm <sup>2</sup> | > 1000 h                           | > 1200 h               |
| 120 °C              | 3,0 N/mm <sup>2</sup> | > 200 h                            | > 250 h                |

Zkoušky tečení se provádějí při vnitřním tlaku dle DIN 8078 (95 °C, sigma 3,5 N/mm<sup>2</sup>) a podle DIN 8078 (120 °C, sigma 3,0 N/mm<sup>2</sup>). Jak je zřejmé z výše uvedených hodnot, překračují trubky vyrobené z granulátu podle příkladu 2 výrazně požadované minimální doby tečení podle DIN 8078 a mají vynikající povrch. Trubky vyrobené ke srovnání s granulátem ze srovnávacího příkladu 1 při zkouškách tečení vnitřním přetlakem selhaly.

#### Příklad 4

V polymeračním pilotním zařízení se polymeruje propylen na PP. Katalyzátor (FT4S od firmy Montell), triethylaluminium a cyklohexylmethyldimethoxysilan se spolu smísí a v předpolymeračním reaktoru se kontinuálně předpolymeruje v kapalném propylenu. Směs katalyzátoru, triethylaluminia, cyklohexylmethyldimethoxysilanu, propylenu a polypropyleny se dávkuje do prvního reaktoru. Navíc se do prvního reaktoru uvede propylen přes zásobní nádobu. V kapalném propyleny se rozpustí vodík a ethylen a pomocí tohoto proudu se potom dávkuje do reaktoru.

V kapalném propyleny se nastaví koncentrace vodíku 40 ppm. V prvním reaktoru se zpracovává 17 t/h propyleny. Na tunu propyleny se dává 1,8 kg propyleny. V reaktoru reaguje propylen v přítomnosti katalyzátoru FT4S za vzniku PP. Reakční směs se kontinuálně odebírá z prvního reaktoru a uvádí se do druhého reaktoru. Do druhého reaktoru se dává 7 t/h propyleny.  
 5 V tomto proudu propyleny se nastaví koncentrace vodíku 420 ppm. Do druhého reaktoru se nedává žádný ethylen. Po průtoku druhého reaktoru se reakční směs odtlačuje v uzavřené nádobě na 1,8 MPa a separují se od sebe PP a plynné složky. Plynný propylen se kondenzuje, destiluje a následně se uvádí zpět do zásobního tanku. Na litr kapalného propyleny, který se dává do prvního reaktoru, se nadává 0,9 mmol Al, 0,18 mmol donoru a 5 mmol  
 10 katalyzátoru (měřeno jako mmol Ti).

V prvním reaktoru se nastaví fázový poměr 3,3 l kapalného propyleny na kg PP; ve druhém reaktoru se nastaví fázový poměr 1,9 l kapalného propyleny na kg PP. Odvedené množství tepla z reaktorů je v poměru 1,4 : 1 (1. reaktor/2. reaktor). Získaný produkt PP vykazuje polydisperzitu  $M_w/M_n$  7,0.  
 15

#### Srovnávací příklad 2

20 Postupuje se jako v příkladu 4, v prvním a ve druhém reaktoru se však nastaví fázový poměr 3,3 l kapalného propyleny na kg PP. Odvedené množství tepla z reaktorů je v poměru 3,4 : 1 (1. reaktor/2. reaktor).

Získaný produkt PP vykazuje polydisperzitu  $M_w/M_n$  4,8. Takto získaný prášek PP se granuluje analogicky jako v příkladu 2. Z granulátu se vyrobí analogicky jako v příkladu 3 trubky a podrobí se zkouškám tečení analogicky jako v příkladu 4. Trubky vykazují velmi hrubý povrch a nesplňují požadavky podle DIN 8078, odstavec 3., 5. Trubky se podrobí různým zkouškám tečení podle DIN 53759:  
 25

30 požadované hodnoty nebyly dosaženy.

#### Příklad 5

35 Postupuje se jako v příkladu 4, jako stereoregulátor se však použije dicyklopentylmethoxysilan. Koncentrace činí 0,036 mol dicyklopentylmethoxysilanu na l kapalného propyleny. Do prvního reaktoru se nadává 40 ppm vodíku. Ve druhém reaktoru se ve vstupujícím proudu nastaví koncentrace 3 500 mol-ppm vodíku. Kontaktní výtěžek činí 20 kg PP/g katalyzátoru. U konečného produktu bylo zjištěno rozdělení molekulových hmotností  $M_w/M_n$  10,5. Hodnota  
 40 MFR (230/5) činí 0,8 dg/min. Na tunu propyleny se v prvním reaktoru dává 1,8 kg ethyleny.

Granulace a výroba trubek se provádí analogicky jako v příkladu 2 a v příkladu 3. Při zkoušení trubek byly splněny požadavky podle DIN 8078 odstavec 3.5. Trubky se podrobí různým zkouškám tečení podle DIN 53759:  
 45

požadavky podle DIN 8078 (tečení při vnitřním přetlaku a rázová zkouška ohybem na trubce) byly splněny.

| Zkušební teplota | Zkušební napětí       | Minimální doba tečení dle DIN 8078 | Změřená doba tečení |
|------------------|-----------------------|------------------------------------|---------------------|
| 95 °C            | 3,5 N/mm <sup>2</sup> | > 1000 h                           | > 2000 h            |
| 120 °C           | 3,0 N/mm <sup>2</sup> | > 200 h                            | > 320 h             |

Minimální požadavky na tečení pro trubky z PP/R předepsané podle DIN 8078 jsou výrazně překročeny. Trubky mají velmi dobrou pevnost v tečení při vnitřním přetlaku a vynikající hladké povrchy.

5

#### Příklad 6

Postupuje se stejně jako v příkladu 4, avšak jako stereoregulátor se použije difenyldimethoxysilan. Pro prášek byla zjištěna hodnota  $M_w/M_n$  6,1. Trubky mají velmi dobrý parametr tečení při přetlaku a vynikající hladký povrch.

10

15

### PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby vysokomolekulární reaktorové směsi z vysokomolekulárního kopolymeru ethylen-propylen a nízkomolekulárního polypropyleny, která má obsah ethyleny v rozmezí 0,1 až 2 % hmotnostní, index toku taveniny MFR (230/5)  $\leq 5$  dg/min a rozdělení molekulové hmotnosti  $M_w/M_n$  v rozsahu 6 až 20, kopolymerací propyleny a ethyleny v prvním stupni a polymerací propyleny, z prvního a druhého reakčního stupně strženého ethyleny a popřípadě kopolymerací s dalším 1-olefinem se 4 až 20 uhlíkovými atomy v suspenzi při teplotě v rozsahu 30 až 150 °C, tlaku 1 až 10 MPa a době zdržení 30 minut až 6 hodin za přítomnosti katalyzátoru organohlinité sloučeniny (B) a organokřemičité sloučeniny (C) ve druhém stupni, **vyznačující se tím**, že v prvním stupni je suspenzním prostředkem jak monomer, tak i suspenzní prostředek, že se v prvním reakčním stupni vyrobí vysokomolekulární kopolymer ethylen/propylen s viskozitou 500 až 1400 ml/g a podílem na veškerém polymeru 20 až 80 %, a že po druhém reakčním stupni vykazuje veškerý polymer viskozitu 200 až 400 ml/g a polydisperzitu  $M_w/M_n$  6 až 20, přičemž v prvním reakčním stupni se nastaví fázový poměr v rozmezí 2,5 až 4 l kapalného propyleny na kg PP a ve druhém reakčním stupni se polymeruje při teplotě v rozmezí 55 až 100 °C, přičemž fázový poměr se nastaví v rozmezí 1 až 2,5 l kapalného propyleny na kg PP a ve druhém stupni se nedávkuje žádný ethylen.
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že reaktorová směs má MFR (230/5) v rozmezí 0,02 až 2 dg/min a je vystavěna z 0,1 až 1,5 % hmotnostních z ethylenových jednotek.
3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se v prvním reakčním stupni vyrobí polypropylen s podílem 45 až 75 % hmotnostních na veškerém polymeru.
4. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se ve druhém reakčním stupni vyrobí nízkomolekulární polypropylen s viskozitou 200 až 400 ml/g a podílem 55 až 25 % hmotnostních na veškerém polymeru.
5. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se ve druhém reakčním stupni vyrobí nízkomolekulární polypropylen s viskozitou 200 až 400 ml/g a podílem 52 až 35 % hmotnostních na veškerém polymeru.
6. Způsob podle některého z nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že se provádí předpolymerace, přičemž se složky B a složky C spolu před předpolymerací smísí a potom se uvedou v kontakt s katalyzátorem, přičemž se v přítomnosti těchto aktivních složek propylen předpolymeruje v suspenzi při době zdržení 4 až 15 minut a teplotě v rozsahu 10 až 25 °C.

7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že se v prvním reakčním stupni polymerace polymeruje v kapalném propylenu při teplotě 55 až 100 °C s dobou zdržení 0,5 až 3,5 hodiny.
- 5 8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že se v prvním reakčním stupni nastaví koncentrace ethyleny v kapalně fázi 0,1 až 2 % hmotnostní.
9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že se v prvním a druhém reakčním stupni nastaví rozdílné fázové poměry.
- 10 10. Způsob podle některého z nároků 1 až 9, **vyznačující se tím**, že se jako složka B použije trimethylaluminium, triizobutylaluminium nebo triethylaluminium.
- 15 11. Způsob podle některého z nároků 1 až 10, **vyznačující se tím**, že se jako složka C použije cyklohexylmethyldimethoxysilan, biscyklopentyldimethoxysilan nebo difenyldimethoxysilan.
12. Způsob podle některého z nároků 1 až 11, **vyznačující se tím**, že se složka B použije v koncentraci 0,001 až 10 mmol/l, s výhodou v koncentraci 0,1 až 5 mmol/l.
- 20 13. Způsob podle některého z nároků 1 až 12, **vyznačující se tím**, že se složka C použije v poměru R ke složce B, který se počítá jako koeficient koncentrace B ke koncentraci C v mol/l a který je v rozsahu 1 až 200, s výhodou 2 až 100, obzvláště výhodně 2,5 až 75.

25

---

Konec dokumentu

---