

# PATENTOVÝ SPIS

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

- (21) Číslo přihlášky: **2002-1866**  
(22) Přihlášeno: **15.11.2000**  
(30) Právo přednosti: **29.11.1999 DE 1999/19957384**  
(40) Zveřejněno: **14.08.2002**  
**(Věstník č. 8/2002)**  
(47) Uděleno: **07.02.2007**  
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **21.03.2007**  
**(Věstník č. 12/2007)**  
(86) PCT číslo: **PCT/EP2000/011278**  
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2001/040327**

(11) Číslo dokumentu:

**297 747**

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:  
**C08F 10/06** (2006.01)

- (56) Relevantní dokumenty:  
DE 19621022 A1; EP 0926164 A2; DE 4125135 A1.

- (73) Majitel patentu:  
BASELL POLYOLEFINE GMBH, Wesseling, DE

- (72) Původce:  
Dolle Volker, Bensheim, DE  
Fraaije Volker, Frankfurt, DE  
Terwyen Herbert, Frankfurt, DE  
Boehm Thoms, Darmstadt, DE

- (74) Zástupce:  
JUDr. Miloš Všetečka, Hálkova 2, Praha 2, 12000

- (54) Název vynálezu:  
**Vysokomolekulární polypropylen s širokou  
distribucí molekulové hmotnosti a malou  
délkou isotaktické sekvence**

- (57) Anotace:  
Propylenový polymer s 0 až 2,5 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, mající molekulovou hmotnost M<sub>w</sub> 350 000 až 1 000 000 g/mol a poměr M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> 4 až 10, obsahuje hmotnostní podíl polymerní frakce s viskozitním číslem 500 až 1400 ml/g 20 až 80 % celkového polymeru a hmotnostní podíl polymerní frakce s viskozitním číslem 200 až 400 ml/g 80 až 20 % celkového polymeru, a má délku isotaktické sekvence 50 až 100. Dále se popisuje jeho použití k výrobě vláken, fólií a tvarových těles.

**CZ 297747 B6**

## Vysokomolekulární polypropylen s širokou distribucí molekulové hmotnosti a malou délkou isotaktické sekvence

### 5 Oblast techniky

Předložený vynález se týká propylenového polymeru s 0 až 2,5 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, molekulovou hmotností M<sub>w</sub> 350 000 až 1 000 000 g/mol, poměrem M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> 4 až 10, hmotnostním podílem polymerní frakce s viskozitním číslem 500 až 1400 ml/g 20 až 80 %  
10 celkového polymeru, hmotnostním podílem polymerní frakce s viskozitním číslem 200 až 400 ml/g 80 až 20 % celkového polymeru, a s délkou isotaktické sekvence 50 až 100.

Vynález se dále týká použití takovýchto propylenových polymerů (dále „propylenových polymerů podle vynálezu“) k výrobě vláken, fólií a tvarových těles, zejména k výrobě trubek s vysokou  
15 trvalou pevností při vnitřním tlaku (trvalá pevnost při vnitřním tlaku se dále označuje „trvalá pevnost“), dále vláken, fólií a tvarových těles, zejména trubek s vysokou trvalou pevností, z propylenových polymerů podle vynálezu a dále použití těchto tvarových těles, zejména trubek s vysokou trvalou pevností, v konstrukci chemických aparátů, jako trubek pro pitnou vodu a jako  
20 kanalizačních trubek.

### Dosavadní stav techniky

Vysokomolekulární propylenové polymery se mohou vyrábět s obvyklými Zieglerovými katalyzátory na bázi sloučeniny titanu/aluminiumalkylu, jako je například popsáno v DE 40 19 053.  
25 Vysokomolekulárními propylenovými polymery se rozumí zpravidla takové propylenové polymery, které mají molekulovou hmotnost M<sub>w</sub>, měřenou metodou gelové permační chromatografie (GPC) více než asi 500 000 g/mol a v korelaci s tím index toku taveniny při 230 °C a hmotnosti vzorku 5 kg (Melt Flow Rate, MFR 230/5, měřeno podle ISO 1133) méně než 3 dg/min. Naproti  
30 tomu, obvyklé propylenové polymery mají M<sub>w</sub> asi 100 000 až asi 300 000 g/mol a v korelaci s tím MFR 230/5 více než 4 dg/min.

Vysokomolekulární propylenové polymery vyrobitelné s Zieglerovým katalyzátorem, dále „vysokomolekulární Zieglerovy propylenové polymerizáty“) mají zpravidla velkou střední délku  
35 isotaktické sekvence „n-izo“ (měřeno metodou <sup>13</sup>C NMR podle Zambelli a j., Macromolecules 8, 897-689 (1975)), její hodnota je zpravidla vyšší než 100. Další vlastnosti takovýchto vysokomolekulárních Zieglerových propylenových polymerizátů jsou poměrně vysoký podíl látek rozpustných v xylenu „hodnota XI“ (hodnota XI stanovená jak je popsáno v příkladech) a poměrně vysoká teplota tavení, zpravidla vyšší než 160 °C (stanovená metodou DSC, jak je  
40 popsáno v příkladech). Takovéto vysokomolekulární Zieglerovy propylenové polymerizáty pak při zpracování, například vytlačování na tvarované výrobky, jako trubky atd., vykazují špatnou zpracovatelnost (zejména špatnou schopnost tečení), a vyrobené výrobky mají často špatné organoleptické vlastnosti (zápach, chuť). Nepříjemné organoleptické vlastnosti jsou, podle současného stavu znalostí, vyvolány nízkomolekulární olejovitými propylenovými oligomery.

Jsou činěny pokusy obejít nedostatečnou zpracovatelnost vysokomolekulárních Zieglerových (homo)propylenových polymerů odbočením na vysokomolekulární Zieglerovy kopolymery propylenu s jiným olefinem, které mají nízkou teplotu tavení a proto při určitých teplotách při  
50 extruzi snadněji tečou než analogické homopolymery. V těchto kopolymerech se však nacházejí ve větší míře snadno rozpustné propylenové oligomery a následkem toho jsou opět vysoké podíly rozpustné v xylenu a nevýhodné organoleptické vlastnosti vysokomolekulárních Zieglerových propylenových kopolymerů.

Kromě toho, trubky vyrobené z vysokomolekulárních Zieglerových propylenových polymerů,  
55 například analogických DE-A 40 19 053, mají velkou lámavost (malou trvalou pevnost) a hrubý

(vnitřní) povrch. Hrubý povrch podle současných poznatků poskytuje velkou plochu pro agresivní působení kapalin, a kapaliny vyluhují stabilizátor polymeru obsažený v trubce, což opět snižuje trvalou pevnost trubky.

5

#### Podstata vynálezu

Úkolem předloženého vynálezu bylo nalézt propylenové polymerizáty, které jsou obvyklými nástroji snadno zpracovatelné na tvarová tělesa, zejména trubky (mezi jiným prostřednictvím zlepšené schopnosti tečení), a které, vedle malé lámavosti a hladkého povrchu mají navíc vysokou houževnatost a dobrou tuhost ve spojení s dobrou trvalou pevností tvarových těles, zejména trubek.

V souladu s tím jsou předmětem vynálezu propylenové polymery, použití takovýchto propylenových polymerů k výrobě vláken, fólií a tvarových těles, dále vlákna, fólie a tvarová tělesa z propylenových polymerů podle vynálezu a dále použití trubek v konstrukci chemických aparátů, jako trubek pro pitnou vodu a jako kanalizačních trubek.

Propylenové polymery podle vynálezu se zpravidla získávají prostřednictvím alespoň dvoustupňové polymerace (takzvaným kaskádovým způsobem) propylenu s 0 až 2,5 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, s výhodou 0 až 1,5 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, a zejména 0 až 1 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, v přítomnosti metallocenového katalyzátorového systému (jak bude dále popsáno).

Jako C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinové komonomery přicházejí v úvahu ethylen, 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-hepten, 1-okten, 1-nonen nebo 1-decen. S propylenem může být kopolymerováno více komonomerů, nebo také jen jeden komonomer. Výše uvedená hmotn. procenta jsou vztažena na součet množství komonomerů. Výhodné C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinové komonomery jsou ethylen, 1-buten a 1-hexen. Výhodné kopolymery propylenu s jiným olefinem jsou kopolymer propylen-ethylen, kopolymer propylen-1-buten, terpolymer propylen-ethylen-1-buten. Celkové množství komonomerů je i v těchto případech v rozmezí 0,1 až 2,5 % hmotn., s výhodou v rozmezí 0,1 až 1,5 % hmotn., zejména v rozmezí 0,1 až 1 % hmotn.

Polymerační reakce, zpravidla alespoň dvoustupňové, se v zásadě mohou provádět, kontinuálně nebo diskontinuálně, všemi vhodnými způsoby polymerace olefinů. Mohou se provádět v plynné fázi, například v reaktoru s vířivou vrstvou nebo v promíchávané plynné fázi, v kapalných monomerech, v roztoku nebo v suspenzi, ve vhodných kotlových nebo smyčkových reaktorech. Polymerační teplota je zpravidla v rozmezí 30 až 100 °C, tlak v rozmezí 5 až 500 bar (0,5 až 50 MPa) s výhodou 10 až 100 bar (1 až 10 MPa), a střední doba zdržení v rozmezí 0,5 h až 6 h, s výhodou 0,5 až 4 h.

Velmi vhodný způsob polymerace je dvoustupňová polymerace ve hmotě.

K tomu se v prvním reakčním stupni vyrobí vysokomolekulární propylenový homopolymer nebo kopolymer výše uvedeného složení, s výhodou propylenový homopolymer, s viskozitou 500 až 1400 ml/g (stanoveno metodou popsanou v příkladech), jehož podíl na celkovém množství polymerů je 20 až 80 % hmotn., s výhodou 45 až 75 % hmotn., zvláště výhodně 48 až 65 % hmotn., zatímco ve druhém, zpravidla následujícím reakčním stupni se vyrobí nízkomolekulární propylenový homopolymer nebo kopolymer výše uvedeného složení, s výhodou propylenový homopolymer, s viskozitou 200 až 400 ml/g a podílem 20 až 80 % hmotn., s výhodou 25 až 55 % hmotn. a zvláště výhodně 35 až 52 % hmotn.

50

První a druhý reakční stupeň se provádí diskontinuálním nebo také kontinuálním způsobem. Preferován je kontinuální způsob provozu. V prvním polymeračním stupni se polymeruje obecně kapalný propylen při teplotě 55 až 100 °C a době zdržení 0,5 až 3,5 h. Obvykle se nastavuje

poměr fází v rozmezí 2,5 až 4 l kapalného propylenu na kg PP, s výhodou 3,3 l kapalného propylenu na kg PP. Pro regulaci molekulové hmotnosti se zpravidla dávávkou vodík.

5 Po prvním reakčním stupni se vícefázový systém obecně převede do druhého reakčního stupně a tam se polymeruje při teplotě 55 až 100 °C. Druhý reakční stupeň probíhá zpravidla ve druhém reaktoru. Zde se obvykle nastavuje poměr fází 1 až 2,5 l kapalného propylenu na kg PP, s výhodou 1,9 l kapalného propylenu na kg PP.

10 Podle vynálezu se preferuje při zde popsaném způsobu nastavit v obou reaktorech rozdílné poměry fází. Rovněž se dávávkou, jak je výše popsáno, ethylen a vodík.

Teploty a koncentrace vodíku v obou reaktorech mohou být stejné nebo různé. Vhodné reaktory jsou míchané kotlové reaktory nebo smyčkové reaktory.

15 Je možné monomery mezi oběma reaktory zbavovat tlaku a ještě katalyticky aktivní systém katalyzátor/polymer dávkovat do druhého reaktoru. Přitom je možno ve druhém reaktoru nastavovat nižší koncentraci vodíku než v prvním reaktoru.

20 Propylenové polymery podle vynálezu mají střední molekulovou hmotnost  $M_w$  (stanovenou způsobem gelové permační chromatografie při 135 °C v 1,3,4-trichlorbenzenu jako rozpouštědla, s PP-standardem) 350 000 až 1 000 000 g/mol, s výhodou 350 000 až 800 000 g/mol a zejména 400 000 až 650 000 g/mol.

25 Distribuce molekulové hmotnosti  $M_w/M_n$  (stanovená způsobem gelové permační chromatografie při 135 °C v 1,3,4-trichlorbenzenu jako rozpouštědla, s PP-standardem) propylenových polymerů podle vynálezu je v rozmezí 4 až 10, s výhodou 4 až 8.

30 Délka isotaktické sekvence n-izo propylenových polymerů podle vynálezu (stanovená jak je v úvodu popsáno) je v rozmezí 50 až 100, s výhodou 55 až 95 a zejména 60 až 90.

Podle vynálezu jsou preferovány produkty s MFR (230/5), měřeným podle ISO 1133, 0,01 až 5 dg/min, zvláště výhodně 0,02 až 2 dg/min.

35 Propylenové polymery podle vynálezu výše popsaného složení se vyznačují mezi jiným tím, že je lze obvyklými postupy frakcionace polymerů rozdělit alespoň na dvě frakce, které mají rozdílné viskozity a odpovídající molekulové hmotnosti  $M_w$ .

40 Vysokomolekulární frakce propylenového homopolymeru nebo kopolymeru podle vynálezu, s výhodou propylenového homopolymeru, má zpravidla viskozitu (viskozitní číslo) 500 až 1400 ml/g (stanovenou způsobem popsaným v příkladech), a podíl na celkovém polymeru 20 až 80 % hmotn., s výhodou 45 až 75 % hmotn., zvláště výhodně 48 až 65 % hmotn.

45 Nízkomolekulární frakce propylenového homopolymeru nebo kopolymeru podle vynálezu, s výhodou propylenového homopolymeru, má zpravidla viskozitu (viskozitní číslo) 200 až 400 ml/g a podíl na celkovém polymeru 20 až 80 % hmotn., s výhodou 25 až 55 % hmotn., zvláště výhodně 35 až 52 % hmotn.

50 Podle současných poznatků přispívá toto úzké spektrum množstevního rozdělení rozdílných frací propylenového polymeru podle vynálezu ve velké míře ke zlepšeným vlastnostem (především trvalé pevnosti) vláken, fólií a především tvarových těles (např. trubek) vyrobitelných z propylenového polymeru podle vynálezu.

Propylenové polymery podle vynálezu získané polymerační reakcí se míchají se stabilizátory, mazadly, plnidly, pigmenty atd. a granulují se.

55

Polymerace propylenu, popřípadě s popsánými komonomery, se provádí, s výhodou popsáným způsobem, v přítomnosti metallocenových katalyzátorových systémů.

5 Metalocenové katalyzátorové systémy obsahují zpravidla metallocenovou složku A), kokatalyzátor (také nazývaný aktivátor) B) a popřípadě ještě nosič C) a/nebo organokovovou sloučeninu D) jako takzvaný „scavenger“ (zachycovač).

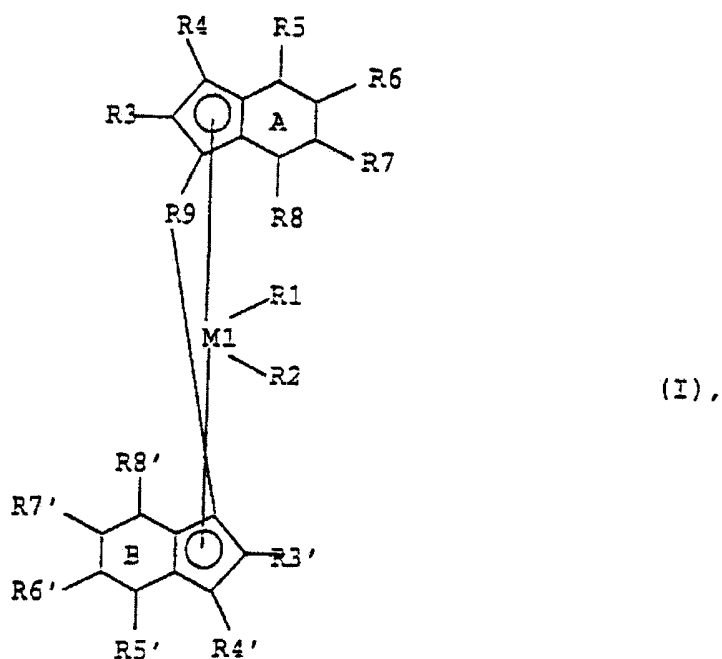
10 Jako metallocenová složka A) metallocenového katalyzátorového systému se může použít v zásadě každý metallocen, který za uvedených polymeračních podmínek vytváří isotaktický polypropylen s dostatečně vysokou molekulovou hmotností, tedy  $M_w$  zpravidla vyšší než 350 000 g/mol a dostatečnou vysokou teplotou bodu tavení, tedy zpravidla vyšší než 150 °C.

15 Metalocen může být jak přemostěný, tak nepřemostěný, a může mít stejné nebo různé ligandy. S výhodou jsou metalloceny ze skupiny IVb periodického systému prvků, jako titan, zirkonium nebo hafnium.

Jako složka A) samozřejmě mohou sloužit také směsi různých metallocenů.

20 Vhodné metallocenové složky A) jsou takové, které jsou popsány například v DE-A 196 06 167, na kterou se zde tímto výslovně odkazuje, přičemž zvláště se odkazuje na str. 3, ř. 28 až str. 6, ř. 48 DE-A 196 06 167.

Výhodné metallocenové složky A) odpovídají následujícímu vzorci (I),



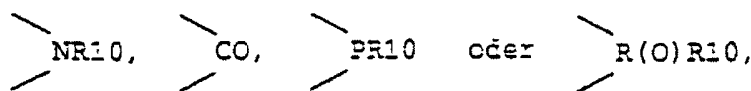
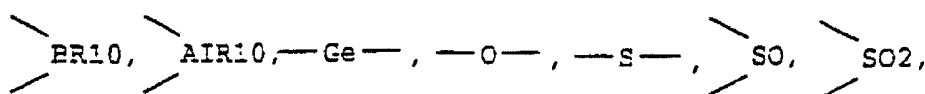
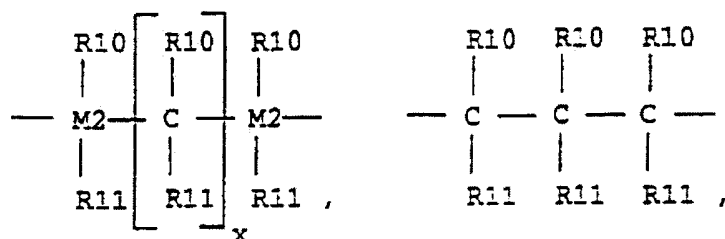
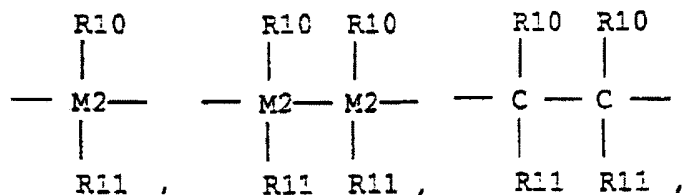
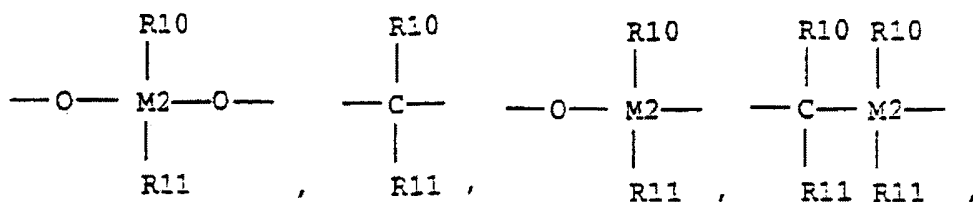
25 kde  $M^1$  je kov skupiny IVb periodické soustavy prvků,

$R^1$  a  $R^2$  jsou stejné nebo různé a znamenají atom vodíku,  $C_1-C_{10}$ -alkylovou skupinu,  $C_1-C_{10}$ -alkoxyskupinu,  $C_6-C_{20}$ -arylovou skupinu,  $C_6-C_{10}$ -aryloxyskupinu,  $C_2-C_{10}$ -alkenylovou skupinu, OH-skupinu,  $NR^{12}_2$ -skupinu, kde  $R^{12}$  je  $C_1$ - nebo  $C_2$ -alkylová skupina nebo  $C_6-C_{14}$ -arylová skupina, nebo halogen,

30  $R^3$  až  $R^8$  a  $R^{3'}$  a  $R^{8'}$  jsou stejné nebo různé a znamenají atom vodíku,  $C_1-C_{40}$ -uhlovodíkovou skupinu, která může být lineární, cyklická nebo rozvětvená, např.  $C_1-C_{10}$ -alkylovou skupinu,  $C_2-C_{10}$ -alkenylovou skupinu,  $C_6-C_{20}$ -arylovou skupinu,  $C_7-C_{40}$ -arylalkylovou skupinu,  $C_7-C_{40}$ -al-

kylarylovou skupinu nebo C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>-arylalkenylovou skupinu, nebo sousedící zbytky R<sup>4</sup> až R<sup>8</sup>, R<sup>4'</sup> až R<sup>8'</sup> tvoří s atomy s nimi spojenými cyklický systém,

R<sup>9</sup> znamená přemostění, s výhodou



5

přičemž

R<sup>10</sup> a R<sup>11</sup> jsou stejné nebo různé a představují atom vodíku, halogen nebo skupinu obsahující 1 až 40 atomů uhlíku, jako například C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-alkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-fluoroalkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkoxyskupinu, C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>-aryl, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> fluoraryl, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-aryloxyskupinu, C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub> alkenyl, C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub> arylalkyl, C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>-alkylaryl nebo C<sub>8</sub>-C<sub>10</sub>-arylalkenyl nebo R<sup>10</sup> a R<sup>11</sup> tvoří s atomy s nimi spojenými jeden nebo více kruhů a x je celé číslo 0 až 18,

10

M<sup>2</sup> je křemík, germanium nebo cín, a kruhy A a B jsou stejné nebo různé, nasycené, nenasycené nebo částečně nasycené.

R<sup>9</sup> může navzájem spojovat také dvě jednotky vzorce I.

15

Ve vzorci I je zvláště výhodné, jestliže

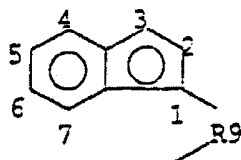
M<sup>1</sup> je zirkonium nebo hafnium,

R<sup>1</sup> a R<sup>2</sup> jsou stejné a představují methyl nebo chlor, zejména chlor, a R<sup>9</sup> je M<sup>2</sup>R<sup>10</sup>R<sup>11</sup>, kde M<sup>2</sup> je křemík nebo germanium a

20 R<sup>10</sup> jakož i R<sup>11</sup> je C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-uhlovodíková skupina, jako například C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkyl nebo C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub>-aryl.

Indenylové nebo tetrahydroindenylové ligandy v metallocenu vzorce I jsou s výhodou v polohách 2-, 2,4-, 4,7-, 2,6-, 2,4,6-, 2,5,6-, 2,4,5,6- a 2,4,5,6,7-, zejména v poloze 2,4-, substituovány. Výhodné substituenty jsou C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkylová skupina, např. methyl, ethyl nebo izopropyl, nebo C<sub>6</sub>-C<sub>20</sub>-arylová skupina jako fenyl, naftyl nebo mesityl. Poloha 2 je s výhodou substituována C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkylovou skupinou, jako např. methylem nebo ethylem. Jestliže je substituována poloha 2,4-, platí, že R<sup>5</sup> a R<sup>6</sup> s výhodou jsou stejné nebo různé a představují C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-arylovou skupinu, C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub>-arylalkylovou skupinu, C<sub>7</sub>-C<sub>40</sub>-alkylarylovou skupinu nebo C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>-arylalkenylovou skupinu.

10 Pro místo substituce platí následující nomenklatura:



15 Zvláštní význam dále mají metalloceny vzorce I, u kterých substituenty v poloze 4- a 5- indenylového zbytku (R<sup>5</sup> a R<sup>6</sup> jakož i R<sup>5'</sup> a R<sup>6'</sup>) tvoří spolu s atomy, s nimiž jsou spojeny, cyklický systém, s výhodou šestičlenný. Tento kondenzovaný cyklický systém může být rovněž substituován zbytky R<sup>3</sup> až R<sup>8</sup> uvedeného významu. Jako příklad takovýchto sloučenin je možno uvést dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-benzoindenyl)zirkoniumdichlorid.

Příklady metallocenové složky A pro způsob podle vynálezu jsou:

- 20 dimethylsilandiylbis(indenyl)zirkoniumchlorid  
 dimethylsilandiylbis(4-naftyl-indenyl)zirkoniumchlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-benzo-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(1-naftyl)-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 25 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(2-naftyl)-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(p-terc.butylfenyl)indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-terc.butyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-izopropyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 30 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-ethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-a-acenaft-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2,4-dimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-ethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 35 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2,4,6-trimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 40 dimethylsilandiylbis(2,5,6-trimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2,4,7-trimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-5-izobutyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-5-terc.butyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenantrylindenyl)zirkoniumdichlorid

- dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-fenanthrylindenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-izopropanol-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 5 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-(methylbenzo)indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-(tetramethylbenzo)indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-a-acenaftyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 10 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-5-izobutyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-fenantrylindenyl)zirkoniumdichlorid  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-ethyl-4-fenantrylindenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 15 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-4-izopropyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4,5-benzi-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,2-ethandiylbis(2,4,7-trimethyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 20 1,2-ethandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 bis(butylcyklopentadienyl)Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 bis(methylindenyl)Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 25 1,2-ethandiylbis(2-methyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl-indenyl)Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-fenyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 30 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiylbis(indenyl)-Zr<sup>+</sup>CH<sub>2</sub>CHCHCH<sub>2</sub>B<sup>-</sup>(C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>)<sub>3</sub>  
 dimethylsilandiyl(terc.butylamino)(tetramethylcyklopentadienyl)zirkoniumdichlorid  
 [tris(pentafluorofenyl)(cyklopentadienyliden)borato](cyklopentadienyl)-1,2,3,4-tetrafenylbuta-  
 35 1,3-dienylzirkonium  
 dimethylsilandiyl-[tris(pentafluorofenyl)(2-methyl-4-fenylindenyliden)borato](2-methyl-4-  
 fenylindenyl)-1,2,3,4-tetrafenylbuta-1,3-dienylzirkonium  
 dimethylsilandiyl-[tris(trifluoromethyl)(2-methyl-benzindenyliden)borato](2-methyleninde-  
 nyl)-1,2,3,4-tetrafenylbuta-1,3-dienylzirkonium  
 40 dimethylsilandiyl-[tris(pentafluoromethyl)(2-methylindenyliden)borato](2-methyl-indenyl)-  
 1,2,3,4-tetrafenylbuta-1,3-dienylzirkonium  
 dimethylsilandiylbis(indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(4-naftyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-benzo-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 45 dimethylsilandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdimethyl

- dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(1-naftyl)-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(2-naftyl)-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-terc.butyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 5 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-izopropyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-ethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-a-acenaft-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2,4-dimethyl-indenyl)zirkonium-dimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 10 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-ethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-benzoindenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4,5-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 15 dimethylsilandiylbis(2,4,6-trimethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2,5,6-trimethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2,4,7-trimethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-5-izobutyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-5-terc.butyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 20 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenathrylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 dimethylsilandiylbis(2-ethyl-4-fenathrylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-izopropylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 25 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-(methylbenzo)indenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4,5-(tetramethylbenzo)indenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-a-acenaftindenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 30 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-5-izobutylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-methyl-4-fenathrylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 methyl(fenyl)silandiylbis(2-ethyl-4-fenathrylindenyl)zirkoniumdimethyl  
 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkonium-dimethyl  
 1,2-butandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkonium-dimethyl  
 35 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4,6-diizopropyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-4-izopropyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 1,4-butandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 1,2-ethandiylbis(2-methyl-4,5-benzo-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 1,2-ethandiylbis(2,4,7-trimethyl-indenyl)zirkoniumdimethyl  
 40 1,4-butandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdimethyl
- Zvláště výhodné jsou:  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-(1-naftyl)-indenyl)zirkoniumdichlorid  
 45 dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenyl-indenyl)zirkoniumdichlorid



Zvláště výhodné jsou organické sloučeniny boru.

5 Příklady Lewisových kyselin jsou trifluorboran, trifenylboran, tris(4-fluorofenyl)boran, tris(3,5-difluorofenyl)boran, tris(4-fluoromethylfenyl)boran, tris(pentafluorofenyl)boran, tris(tolyl)boran, tris(3,5-dimethylfenyl)boran, tris(3,5-dimethylfluorofenyl)boran a/nebo tris(3,4,5-trifluorofenyl)boran. Zvláště výhodný je tris(pentafluorofenyl)boran.

10 Vhodné iontové sloučeniny, které neobsahují koordinační aniont, jsou například tetrakis(pentafluoro-fenyl)boritan, tetrafenylboritan,  $\text{SbF}_6^-$ ,  $\text{CF}_3\text{SO}_3^-$  nebo  $\text{ClO}_4^-$ . Jako kationtový protiont se většinou použijí Lewisovy zásady jako např. methylamin, anilin, dimethylamin, diethylamin, N-methylanilin, difenylamin, N,N-dimethylanilin, trimethylamin, triethylamin, tri-n-butylamin, methyldifenylamin, pyridin, p-bromo-N,N-dimethylanilin, p-nitro-N,N-dimethylanilin, triethylfosfin, trifenylfosfin, difenylfosfin, tetrahydrothiofen a trifenylkarbenium.

15 Příklady takovýchto iontových sloučenin podle vynálezu s nekoordinačními anionty jsou

triethylamoniumtetra(fenyl)boritan,  
 tributylamoniumtetra(fenyl)boritan,  
 triethylamoniumtetra(tolyl)boritan,  
 20 tributylamoniumtetra(tolyl)boritan,  
 tributylamoniumtetra(pentafluorofenyl)boritan,  
 tributylamoniumtetra(pentafluorofenyl)hlinitan,  
 tripropylamoniumtetra(dimethylfenyl)boritan,  
 tributylamoniumtetra(trifluoromethylfenyl)boritan,  
 25 tributylamoniumtetra(4-fluorofenyl)boritan,  
 N,N-dimethylaniliniumtetra(fenyl)boritan,  
 N,N-diethylaniliniumtetra(fenyl)boritan,  
 N,N-dimethylaniliniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan,  
 N,N-dimethylaniliniumtetrakis(pentafluorofenyl)hlinitan,  
 30 di(propyl)amoniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan,  
 di(cyklohexyl)amoniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan,  
 trifenylfosfoniumtetrakis(fenyl)boritan,  
 triethylfosfoniumtetrakis(fenyl)boritan,  
 difenylfosfoniumtetrakis(fenyl)boritan,  
 35 tri(methylfenyl)fosfoniumtetrakis(fenyl)boritan,  
 tri(dimethylfenyl)fosfoniumtetrakis(fenyl)boritan,  
 trifenylkarbeniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan,  
 trifenylkarbeniumtetrakis(pentafluorofenyl)hlinitan,  
 trifenylkarbeniumtetrakis(fenyl)hlinitan,  
 40 feroceniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan a/nebo  
 feroceniumtetrakis(pentafluorofenyl)hlinitan.

Výhodné jsou trifenylkarbeniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan a/nebo N,N-dimethylaniliniumtetrakis(pentafluorofenyl)boritan.

45 Mohou být použity také směsi alespoň jedné Lewisovy kyseliny a alespoň jedné iontové sloučeniny.

Jako kokatalyzátory mají význam rovněž boranové nebo karboranové sloučeniny jako např.

- 7,8-dikarbaundekaboran(13),  
 indekahydrid-7,8-dimethyl-7,8-dikarbaundekaboran,  
 dodekahydrid-1-fenyl-1,3-dikarbaundekaboran,  
 tri(butyl)amoniumdekahydrid-8-ethyl-7,9-dikarbaundekaboritan,  
 5 4-karbanonaboran(14)bis(tri(butyl)amonium)nonanboritan,  
 bis(tri(butyl)amonium)undekaboritan,  
 bis(tri(butyl)amonium)dodekaboritan,  
 bis(tri(butyl)amonium)dekachlorodekaboritan,  
 tri(butyl)amonium-1-karbadekaboritan,  
 10 tri(butyl)amonium-1-karbadodekaboritan,  
 tri(butyl)amonium-1-trimethylsilyl-1-karbadekaboritan,  
 tri(butyl)amonium-bis(nonahydrid-1,3-dikarbonnonaboritan)kobaltitý,  
 tri(butyl)amonium-bis(undekahydrid-7,8-dikarbaundekaboritan)železitý.
- 15 Nosičová složka C) katalyzátorového systému podle vynálezu může být libovolná organická nebo anorganická, inertní pevná látka, zejména porézní nosič jako např. talek, anorganické oxidy a jemnozrný polymerní prášek (např. polyolefiny).
- Vhodné anorganické se nacházejí ve skupinách 2, 3, 4, 5, 13, 14, 15 a 16 periodického systému  
 20 prvků. Příklady oxidů vhodných jako nosiče zahrnují oxid křemičitý, oxid hlinitý a směsné oxidy obou prvků a odpovídající směsi oxidů. Jiné anorganické oxidy, které mohou být použity samotné nebo v kombinaci s posledně uvedenými vhodnými oxidickými nosiči, jsou např. MgO, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> nebo B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, abychom jmenovali jen některé.
- 25 Organické nosičové materiály jsou například jemnozrné polyolefinové prášky (např. polyethylen, polypropylen nebo polystyren).
- Použité nosičové materiály, zejména anorganické oxidy, vykazují obecně specifický povrch 10 až  
 30 1000 m<sup>2</sup>/g, objem pórů 0,1 až 5 ml/g a střední velikost částic 1 až 500 nm. Výhodné jsou nosiče se specifickým povrchem 50 až 500 m<sup>2</sup>/g, objemem pórů 0,5 až 3,5 ml/g a střední velikostí částic 5 až 350 nm. Zvláště výhodné jsou nosiče se specifickým povrchem 200 až 400 m<sup>2</sup>/g, objemem pórů 0,8 až 3,0 ml/g a střední velikostí částic 10 až 200 nm.
- Výroba nosičových katalyzátorů obecně není kritická. Vhodné varianty jsou následující.  
 35
- Podle varianty 1 se obecně alespoň jedna metalocenová složka A), zpravidla v organickém rozpuštědle, uvede do styku s kokatalyzátorovou složkou B) pro získání rozpuštěného nebo částečně  
 40 suspendovaného roztoku. Tento produkt se pak zpravidla přidá k nosičovému materiálu, popřípadě předupravenému jak je popsáno výše, s výhodou k poréznímu oxidu křemičitému (silikagelu), odstraní se rozpouštědlo a získá se nosičový katalyzátor jako volně tekoucí pevná látka. Nosičový katalyzátor pak může být ještě předpolymerizován s například C<sub>2</sub> až C<sub>10</sub> alfaolefiny.
- Podle varianty 2 se získá metalocenový nosičový katalyzátor obecně následujícími kroky postupu:
- 45 a) reakcí anorganického nosičového o materiálu, s výhodou porézního oxidu křemičitého jak je popsáno výše, s inertizačním materiálem, jak je popsáno výše, s výhodou tri-C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkylalumi-  
 niem, např. trimethylalumi-  
 niem, triethylalumi-  
 niem, triizobutylalumi-  
 niem,  
 b) reakcí takto získaného materiálu s metalocenovým komplexem A), s výhodou vzorce I, ve formě jemného dihalogenidu kovu, a sloučeninou B) tvořící metaloceniový iont, a následnou

c) reakcí s organokovovou sloučeninou alkalického kovu, kovu alkalických zemin nebo kovu hlavní skupiny III, s výhodou tri-C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkylalumiem, např. trimethylalumiem, triethylalumiem nebo triizobutylalumiem.

5 Tento postup je podrobně popsán v DE-A 19 606 197, na kterou se tímto výslovně odkazuje.

Jako přísadu je možno v průběhu nebo po výrobě katalyzátorového systému na nosiči přidávat malé množství olefinu, s výhodou 1-olefinu, jako např. 1-hexenu nebo styrenu, jako složky zvyšující aktivitu, nebo antistatické přísady. Molární poměr přísad k metalocenové složce sloučeniny I přitom je 1:1000 až 1000:1, nejvýhodněji 1:20 a 20:1.

Katalyzátorový systém na nosiči, podle vynálezu, může být buď použit přímo k polymeraci olefinů, nebo může být před použitím v polymeračním procesu předpolymerizován s jedním nebo více olefinickými monomery. Provádění předpolymerace katalyzátorových systémů na nosiči je popsáno ve WO 94/28034.

Polymery podle vynálezu se mohou s výhodou zpracovat na vlákna, fólie nebo tvarová tělesa.

20 Tvarová tělesa, zejména trubky, mohou být s výhodou použita v konstrukci chemických aparátů, jako trubky pro pitnou vodu a jako kanalizační trubky.

Dále mohou být tvarová tělesa z propylenových polymerů podle vynálezu použita k výrobě polotovarů (například tyčí, desek, spojek, profilů např. vstřikovacím lisováním) nebo vyfukovaných nádob nebo dílů větracího systému v oboru motorových vozidel.

25

#### Příklady provedení vynálezu

30 Následující příklady slouží k objasnění vynálezu. Pro charakterizování vyrobeného produktu byly použity následující metody analýzy polymerů:

index toku taveniny MFR (230/5)	podle ISO 1133
viskozitní číslo (ml/g)	při 135 °C v dekalínu
trvalá pevnost	podle ISO 1167
35 houževnatost trubky	podle DIN 8078

$n_{izo}$  = střední délka isotaktické sekvence; stanoveno pomocí <sup>13</sup>C NMR spektroskopie (Zambelli a j., *Macromolecules* **8**, 987-689 (1975))

40 Podíl rozpustný v xylenu (v % hmotn.):

Vzorek polymeru byl zcela rozpuštěn ve vroucím xylenu a směs byla ponechána zchladnout na 20 °C. Nerozpustný podíl byl odfiltrován, vysušen na konstantní hmotnost a zvážen. Byl vypočten procentuální poměr naváženého množství polymeru k vsazenému množství polymeru.

45

#### Příklad A

Katalyzátorový systém na nosiči (katalyzátor 1)

50 2,22 g (3,55 mmol) rac-dimethylsilandiylbis(2-methyl-4-fenylindenyl)zirkoniumdichloridu bylo při pokojové teplotě rozpuštěno ve 177,5 ml (640 mmol Al) 30% toluenového roztoku methylaluminoxanu. Pro aktivaci byla vsázka ponechána stát 18 hodin na stinném místě při 25 °C. Takto připravený roztok metalocen-MAO byl následně zředěn 434,5 ml toluenu na celkový objem plynu 612 ml. Do tohoto roztoku bylo pomalu přidáno 153 g SiO<sub>2</sub><sup>1)</sup>. Poměr objemu roztoku k celkovému objemu pórů nosičového materiálu byl 2,5. Po ukončení přidávání byla vsázka

55

míchána 5 minut při pokojové teplotě. Následně byla vsázka v průběhu 2 h při 40 °C vakuově odpařena do sucha a zbytek byl sušen po dobu 5 h při 25°C a  $10^{-3}$  mbar (0,1 Pa). Bylo získáno 201 g volně tekoucího prášku růžové barvy, podle analýzy prvků 0,14 % hmotn. Zr a 8,1 % hmotn. Al.

5

<sup>1)</sup> Oxid křemičitý typ MS 948, W. R. Grace, Davidson Chemical Division, Baltimore, Maryland, USA, objem pórů 1,6 ml/g, kalcinováno při 800 °C.

## 10 Příklad 1

Do 70-litrového kotle bylo po pečlivé inertizaci předloženo 10 l kapalného propylenu při 30 °C. Bylo přidáno 10 mmol triizobutylaluminia a mícháno 15 minut při 30 °C. Následně bylo přidáno 5250 mg katalyzátoru 1 a v dalším kroku bylo přidáno 2,21 NI H<sub>2</sub>.

15

Obsah kotle byl za míchání zahřát na 70 °C. Začala polymerace. Teplota byla jednu hodinu udržována konstantní při 70 °C. Obsah reaktoru byl zpracován prostřednictvím uvolnění tlaku.

20

Bylo získáno 7,5 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 1,4 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) 0,34 dg/min. Byl zjištěn podíl rozpustný v xylenu 0,05 % hmotn.

Srovnávací příklad 1:

25

Bylo postupováno jako v příkladu 1. Bylo však přidáno 3,4 NI H<sub>2</sub>. Bylo použito 5250 mg katalyzátoru 1. Bylo získáno 8,5 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 1,6 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 0,9 dg/min.

30

## Příklad 2

V dalším pokusu bylo postupováno jako v příkladu 1, avšak byla zvolena polymerační teplota 50 °C.

35

Následně bylo přidáno 7670 mg katalyzátoru 1. Nebyl přidáván žádný vodík.

Bylo získáno 2,4 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 0,3 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 0,16 dg/min. Viskozitní číslo bylo 696 ml/g.

40

## Příklad 3

V dalším pokusu bylo postupováno jako v příkladu 2.

45

Bylo přidáno 7670 mg katalyzátoru 1 a 23,1 NI H<sub>2</sub>. Dávkování bylo prováděno v pořadí jako v příkladu 1.

Bylo získáno 5,3 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 0,7 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 35,3 dg/min. Viskozitní číslo bylo 202 ml/g.

50

## Příklad 4

V dalším pokusu bylo postupováno jako v příkladu 2.

55

Bylo přidáno 8400 mg katalyzátoru 1. Zpočátku nebyl přidáván žádný vodík. Po 90 minutách bylo přidáno 23,1 N1 H<sub>2</sub>. V polymeraci bylo pokračováno dalších 18 minut při stejné teplotě.

5 Bylo získáno 12 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 1,7 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 0,86 dg/min. Viskozitní číslo bylo 468 ml/g.

Teplota bodu tavení byla 152,1 °C, tavné teplo bylo 96,3 J/g.

10 Byl zjištěn podíl rozpustný v xylenu 0,3 % hmotn.

Byl zjištěn podíl rozpustný v acetonu 0,05 % hmotn.

15 NMR spektroskopii bylo zjištěno rozdělení triád (mm; mr; rr). Z těchto dat byla vypočtena střední délka isotaktické sekvence  $n_{izo} = 76$ .

#### Příklad 5

20 V dalším pokusu bylo postupováno jako v příkladu 4.

Bylo přidáno 3910 mg katalyzátoru 1. Zpočátku nebyl přidáván žádný vodík.

25 Polymerační doba byla prodloužena na 120 minut. Po 120 minutách bylo přidáno 29,9 N1 H<sub>2</sub>. V polymeraci bylo pokračováno dalších 30 minut při stejné teplotě.

Bylo získáno 12,9 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 3,3 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 1,9 dg/min. Viskozitní číslo bylo 417 ml/g.

30 Byl zjištěn podíl rozpustný v xylenu 0,2 % hmotn.

Byl zjištěn podíl rozpustný v acetonu 0,05 % hmotn.

Teplota tavení byla 149,9 °C, tavné teplo bylo 96,6 J/g.

#### 35 Příklad 6

V dalším pokusu bylo postupováno jako v příkladu 5.

40 Bylo přidáno 2890 mg katalyzátoru 1. Zpočátku bylo přidáno 3,4 N1 vodíku.

Polymerační doba byla nastavena na 60 minut. Po 60 minutách bylo přidáno 26 N1 H<sub>2</sub>. V polymeraci bylo pokračováno dalších 48 minut při stejné teplotě.

45 Bylo získáno 11,9 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 4,1 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) vzorku 3,9 dg/min.

#### Příklad 7

50

Do reaktoru bylo předloženo 50 l kapalného propylenu při 30 °C. Pro předaktivaci bylo přidáno 10 mmol triizobutylaluminia a mícháno 15 minut při 30 °C. Následně bylo přidáno 5878 mg katalyzátoru 1 a v dalším kroku bylo přidáno 0,2 N1 H<sub>2</sub>.

Obsah reaktoru byl za míchání zahřát na 70 °C a začala polymerace. Po 10 minutách byl obsah reaktoru opatrně uvolněn na tlak 25 bar (2,5 MPa). Následně byly přidány 3 Nl vodíku. Bylo dále polymerizováno 1 hodinu za míchání v plynné fázi. Tlak byl udržován konstantní 25 bar (2,5 MPa) prostřednictvím přidávání propylenu.

5

Po jedné hodině bylo přidáno 30 Nl vodíku, tlak vzrostl na 27 bar (2,7 MPa).

Bylo pokračováno v polymeraci 1 hodinu v plynné fázi za míchání.

10

Tlak byl udržován prostřednictvím přidávání propylenu konstantní 27 bar (2,7 MPa).

Bylo získáno 12,4 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 3,4 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) 3,9 dg/min.

15

#### Příklad 8

Do reaktoru bylo předloženo 50 l kapalného propylenu při 30 °C. Pro předaktivaci bylo přidáno 10 mmol triizobutylaluminia a mícháno 15 minut při 30 °C.

20

Následně bylo přidáno 5878 mg katalyzátoru 1 a v dalším kroku bylo přidáno 0,2 Nl H<sub>2</sub>.

Obsah reaktoru byl za míchání zahřát na 70 °C a začala polymerace. Bylo dále polymerizováno 1 hodinu za míchání. Teplota byla udržována konstantní prostřednictvím plášťového chlazení.

25

Po jedné hodině tlak obsahu reaktoru opatrně uvolněn na tlak 25 bar (2,5 MPa); bylo přidáno 30,5 Nl vodíku, tlak vzrostl na 27 bar.

30

Bylo dále polymerizováno 1 hodinu za míchání v plynné fázi. Tlak byl udržován prostřednictvím přidávání propylenu konstantní 27 bar (2,7 MPa).

Bylo získáno 10,4 kg PP. Z toho byl vypočten výtěžek katalyzátoru 2,8 kg PP/g kat. Byl zjištěn MFR (230/5) 2,8 dg/min.

35

#### Příklad 9

Bylo polymerováno kontinuálně ve dvou za sebou zařazených míchaných kotlích o objemu 16 l. Do každého reaktoru bylo vsazeno 10 l kapalného propylenu. Jako kokatalyzátor byl použit triizobutylaluminium v koncentraci 1 mmol/l. Koncentrace vodíku v kapalné fázi byla nastavena na 50 obj. ppm.

40

V prvním reaktoru byla polymerována směs propylenu při 50 °C v přítomnosti výše uvedeného katalyzátoru 1. Katalyzátor, kokatalyzátor, propylen a vodík byly kontinuálně přidávány. Podíl pevné látky byl 224 g PP na litr suspenze. Z toho byl vypočten poměr fází 3,3 l kapalného propylenu na kg PP. Vodík byl přidáván tak, že v kapalné fázi byla nastavena koncentrace 50 obj. ppm.

45

V prvním reaktoru získaný PP byl spolu s katalyzátorem převeden do druhého reaktoru. Ve druhém reaktoru byl přidáván vodík a propylen. Koncentrace H<sub>2</sub> v kapalné fázi byla 410 obj. ppm. Reakční teplota ve druhém reaktoru byla rovněž 50 °C. Podíl pevné látky byl 324 g PP na litr suspenze. Z toho byl vypočten poměr fází 1,9 l kapalného propylenu na kg PP.

50

Reakční produkt byl z reaktoru 2 kontinuálně převáděn do oddělovací nádrže, která byla provozována při teplotě 70 °C a tlaku 0,4 bar (0,04 MPa). Z oddělovací nádoby byl pravidelně odebírán polymerizát.

55

Byl získán výtěžek katalyzátoru 5 kg PP/g katalyzátoru. Byla naměřena distribuce molekulové hmotnosti  $M_w/M_n$  6,0, hodnota MFR 1,2 dg/min, a viskozitní číslo 550 ml/g. Byl naměřen podíl rozpustný v xylenu 0,5 % hmotn.

5

## Příklad 10

V polymeračním zařízení byl polymerován propylen na PP. Katalyzátor (1) a triizobutylaluminium byly vzájemně promíchány a v předpolymeračním reaktoru kontinuálně předpolymerovány v kapalném propylenu. Směs katalyzátoru, triizobutylaluminia, propyleny a polypropyleny byly dávkovány do prvního reaktoru. Navíc byl do prvního reaktoru přes zásobní nádrž přidáván propylen. V kapalném propyleny byl rozpuštěn vodík a prostřednictvím tohoto proudu pak dávkován do reaktoru. V kapalném propyleny byla nastavena koncentrace 60 ppm vodíku. Do prvního reaktoru bylo zaváděno 17 t/h propyleny. V reaktoru byl propylen v přítomnosti katalyzátoru 1 zreagován na PP. Z prvního reaktoru byla kontinuálně odebrána reakční směs a dávkována do druhého reaktoru. Do druhého reaktoru se přidává 7 t/h propyleny. V tomto proudu polymeru byla nastavena koncentrace 420 ppm vodíku. Po projití druhého reaktoru byla reakční směs zpracována v míchaném kotli prostřednictvím uvolnění tlaku na 18 bar a byly vzájemně odděleny PP a plynné složky. Plynný propylen byl kondenzován, destilován a následně vrácen do zásobní nádoby. Na litr kapalného propyleny, který byl dávkován do prvního reaktoru, bylo dávkováno 0,9 mmol Al-alkylu a 80 mg katalyzátoru.

V prvním reaktoru byl nastaven poměr fází 3,3 l kapalného propyleny na kg PP; Ve druhém reaktoru byl nastaven poměr fází 1,9 l kapalného propyleny na kg PP. Množství tepla odvedené z reaktorů bylo v poměru 1,4:1 (1. reaktor/2. reaktor). Získaný polypropylen vykazoval polydispersitu  $M_w/M_n$  7,0, hodnotu MFR (230/5) 0,9 dg/min.

## 30 Příklad 11

Prášek získaný v příkladu 4 byl granulován pod inertním plynem ve dvoušnekovém extruderu s průměrem šneku 53 m při asi 240 °C. Přitom byly jako stabilizátory přidány 0,15 % <sup>®</sup>Irganox 1010 a 0,15 % <sup>®</sup>Hostanox PAR24. Kromě toho byla přidána barvicí směs. Získaný granulát byl podroben stanovení  $M_w/M_n$ . Hodnota  $M_w/M_n$  byla 6,0.

35

## Srovnávací příklad 2

Prášek získaný ve srovnávacím příkladu 1 byl granulován pod inertním plynem ve dvoušnekovém extruderu s průměrem šneku 53 m při asi 240 °C. Přitom byly jako stabilizátory přidány 0,15 % <sup>®</sup>Irganox 1010 a 0,15 % <sup>®</sup>Hostanox PAR24. Kromě toho byla přidána barvicí směs. Získaný granulát byl podroben stanovení  $M_w/M_n$ . Hodnota  $M_w/M_n$  byla 3,8.

Takto získaný granulát byl na zařízení pro vytlačování trubek s 60mm drážkovou vytlačovací vložkou a vakuovou postřikovací nádrží zpracován na trubky o rozměrech 32x4,5 mm (vnitřní průměr 32 mm, tloušťka stěny 4,5 mm). Prosazení bylo 150 kg/h. Teplota hmoty byla nastavena na 210 °C. Povrch trubky byl velmi hrubý.

50

## Příklad 12

Prášek získaný v příkladu 4 byl granulován pod inertním plynem ve dvoušnekovém extruderu s průměrem šneku 53 m při asi 240 °C. Přitom byly jako stabilizátory přidány 0,2 % <sup>®</sup>Irganox

1010 a 0,2 % <sup>®</sup>Hostanox PAR24. Získaný granulát byl podroben stanovení  $M_w/M_n$ . Hodnota  $M_w/M_n$  byla 6,0. Index toku taveniny MFR 230/2,16 (podle ISO 1133) byl 0,25 dg/min.

5 Příklad 13

Pomocí vstřikovacího lisu byly z granulátu podle příkladu 12 vyrobeny tažné tyče (zkušební tělesa typu 1A podle ISO 527, část 1) pro stanovení fyzikálních vlastností.

- 10 Kromě toho byla z granulátu z příkladu 12 na zařízení pro vytlačování trubek s 60mm drážkovou vytlačovací vložkou a vakuovou postřikovací nádrží vyrobena trubka o rozměrech 32x3 mm (vnitřní průměr 32 mm, tloušťka stěny 3 mm). Prosazení bylo 150 kg/h. Teplota hmoty byla nastavena na 210 °C. Byly zjištěny následující vlastnosti materiálu:

- |    |                             |                                |
|----|-----------------------------|--------------------------------|
|    | tahová zkouška              | podle ISO 527 část 1 a 2       |
| 15 | houževnatost podle Charpyho | podle ISO 179/1eU              |
|    | vrubová houževnatost        | podle ISO 179/1aA              |
|    | DSC                         | podle interní Targorovy metody |
|    | houževnatost na trubce      | podle DIN 8078                 |

- 20 Výsledky tahové zkoušky, zkoušek houževnatosti a stanovení DSC byly porovnány s hodnotami, které byly zjištěny na granulátu s užší distribucí molekulové hmotnosti. Podmínky výroby zkušebních těles odpovídaly v obou případech požadavkům ISO DIN 1873, část 2.

- 25 Bylo zjištěno, že hodnoty fyzikálních vlastností v příkladu 13 ve srovnání se srovnávacím příkladem 2  $M_w/M_n = 3,8$  byly, pokud jde o tuhost, na vyšší úrovni při stejné houževnatosti. Teplota bodu tavení krystalitů byla o 10 až 15 °C nižší než u obvyklých druhů PP, což poskytlo zřetelné výhody při zpracování (menší spotřebu energie strojů).

Trubka:

- 30 Bylo zjištěno, že zpracování probíhalo velmi rovnoměrně a povrch trubky byl jak uvnitř, tak vně velmi hladký. Kvalita povrchu trubky byla charakterizována srovnáním s trubkami, které byly zhotoveny z granulátu s užší distribucí molekulové hmotnosti (viz srovnávací příklad 2  $M_w/M_n = 3,8$ ) na stejném zařízení pro vytlačování trubek za stejných podmínek.
- 35 Houževnatost trubky byla dobrá a odpovídala požadavkům DIN 8078 část 3.5. Trubky byly podrobeny různým zkouškám trvalé pevnosti při vnitřním tlaku podle požadavků DIN 8078:

Zkušební teplota	Zkušební tlak	Minimální trvalá pevnost (požadovaná)	Dosažená trvalá pevnost
95	2,5 N/mm <sup>2</sup>	1000 h	11155 h (zkouška ukončena)

- 40 Minimální trvalá pevnost předepsaná DIN 8078 (trubky z PP) pro PP-H byla zřetelně překročena. Trubky měly velmi dobré vlastnosti trvalé pevnosti a hladký povrch. Požadavky na houževnatost podle DIN 8078 pro PP-H byly splněny.

Příklad 14

45

Prášek získaný v příkladu 5 byl granulován pod inertním plynem ve dvoušnekovém extruderu s průměrem šneku 53 m při asi 240 °C. Přitom byly jako stabilizátory přidány 0,2 % <sup>®</sup>Irganox

1010 a 0,2 % <sup>®</sup>Hostanox  $M_w/M_n$  byla 5,9. Index toku taveniny MFR 230/2,16 (podle ISO 1133) byl 0,49 dg/min.

5 Příklad 15

Pomocí vstřikovacího lisu byly z granulátu podle příkladu 14 vyrobeny tažné tyče (zkušební tělesa typu 1A) pro stanovení fyzikálních vlastností.

10 Kromě toho byla z granulátu z příkladu 14 na zařízení pro vytlačování trubek s 60mm drážkovou vytlačovací vložkou a vakuovou postřikovací nádrží vyrobena trubka o rozměrech 32x3 mm (vnitřní průměr 32 mm, tloušťka stěny 3 mm). Prosazení bylo 150 kg/h. Teplota hmoty byla nastavena na 210 °C. Byly zjištěny následující vlastnosti materiálu:

15 zkouška trvalé pevnosti podle ISO 1167, požadavky  
podle DIN 8078  
houževnatost na trubce podle DIN 8078

Podmínky výroby zkušebních těles odpovídaly v obou případech požadavkům ISO DIN 1873, část 2.

20

Trubka:

Bylo zjištěno, že zpracování probíhalo velmi rovnoměrně a povrch trubky byl jak uvnitř, tak vně velmi hladký. Kvalita povrchu trubky byla charakterizována srovnáním s trubkami, které byly zhotoveny z granulátu s užší distribucí molekulové hmotnosti (viz srovnávací příklad 2  $M_w/M_n = 3,8$ ) na stejném zařízení pro vytlačování trubek za stejných podmínek.

25

Houževnatost trubky byla dobrá a odpovídala požadavkům DIN 8078 část 3.5. Trubky byly podrobeny různým zkouškám trvalé pevnosti při vnitřním tlaku podle požadavků DIN 8078:

Zkušební teplota	Zkušební tlak	Minimální trvalá pevnost (požadovaná)	Dosažená trvalá pevnost
95	3,5 N/mm <sup>2</sup>	1000 h	11443 h (zkouška ukončena)

30

Minimální trvalá pevnost předepsaná DIN 8078 (trubky z PP) pro PP-H byla více než zřetelně překročena. Trubky měly velmi dobré vlastnosti trvalé pevnosti a velmi hladký povrch. Požadavky na houževnatost na trubce podle DIN 8078 pro PP-H byly splněny.

35

Příklad 16

40 Granulát získaný v příkladu 4 byl podroben vodné extrakci. K tomu bylo 8 g granulátu vloženo do vyčištěné erlenmayerovy baňky a přelito 250 ml vody bez chuti a zápachu (např. z vodovodu). Vzorek byl extrahován na vodní lázni zahřáté na 70 °C po dobu 4 h za míchání pomocí magnetického míchadla. Extrakční roztok byl dekantován v čisté, vodou z vodovodu vypláchnuté nádobce se svislou stěnou. Po ochlazení na 25 °C byla z testovací vody vytvořena řada zředění. Na té byly pomocí zkušební tabulky stanoveny hodnoty ztráty zápachu (GS) a ztráty chuti (GGS) podle prEN 1420-1 (1994-08).

45

Byly zjištěny hodnota ztráty zápachu (GS)=1 a ztráty chuti (GGS)=1, tzn. testovací voda je ve srovnání se srovnávací vodou bez zápachu a chuti.

Vytlačovaná trubka získaná v příkladu 12/13 (metalocen-PP) byla podrobena vodné extrakci tak, že trubka byla uzavřena a naplněna vodou bez chuti a zápachu (např. z vodovodu). Voda byla ponechána stát v trubce 72 h při 23 °C a potom byla převedena do čisté, vodou z vodovodu vypláchnuté nádoby se svislou stěnou. Pokus byl třikrát opakován, takže byly získány tři migrační vody. Na těch byly pomocí zkušební tabulky stanoveny hodnoty ztráty zápachu (GS) a ztráty chuti (GGS) podle prEN 1420-1 (1994-08).

Byla zjištěna, po první extrakci, hodnota ztráty zápachu (GS)=1-2 a ztráty chuti (GGS)=1-2.

Po 2. a 3. extrakci byla zjištěna hodnota ztráty zápachu (GS)=1 a ztráty chuti (GGS)=1, tzn. testovací voda je ve srovnání se srovnávací vodou bez zápachu a chuti.

### Srovnávací příklad 3

Granulát získaný ve srovnávacím příkladu 2 byl podroben stejnému testu jako v příkladu 16 (odst. 1). Byly zjištěny hodnota ztráty zápachu (GS)=8 a ztráty chuti (GGS)=4-8. Voda tedy ve srovnání se srovnávací vodou vykazovala zřetelně znatelný zápach a chuť.

Trubka ze srovnávacího příkladu 2 byla podrobena vodné extrakci jako v příkladu 16. Byla zjištěna, po první extrakci, hodnota ztráty zápachu (GS)=8 a ztráty chuti (GGS)=4-8.

Po 2. a 3. extrakci byla zjištěna hodnota ztráty zápachu (GS)=4-8 a ztráty chuti (GGS)=4, tzn. testovací voda je ve srovnání se srovnávací vodou vykazovala zřetelně znatelný zápach a chuť.

### Příklad 17

Vytlačovaná trubka získaná v příkladu 12/13 byla podrobena testování pachových vlastností při působení teploty. Zkouška byla provedena podle směrnice „VDA-Richtlinie 270“ německého svazu automobilového průmyslu (Verband der deutschen Automobilindustrie). Přitom byly kousky trubky o objemu materiálu asi 50 cm<sup>3</sup> vloženy do čisté 1-litrové skleněné nádoby bez zápachu, která byla uzavřena pachově neutrálním těsněním a víkem. Vzorek byl pak uložen 2 h při 80 °C v ohřívací skříni. Zkušební nádoba byla po vyjmutí z ohřívací skříně ochlazena na teplotu zkušebního prostoru 60 °C, předtím než bylo prováděno stanovení zápachu.

Byla použita následující hodnotící stupnice:

známka 1	neznatelný
známka 2	znatelný, neobtěžující
známka 3	zřetelně znatelný, avšak neobtěžující
známka 4	obtěžující
známka 5	silně obtěžující
známka 6	nesnesitelný

(mohou být použity také poloviční mezistupně).

Testované kousky trubek obdržely známku 1. Nebyl tedy znatelný žádný zápach.

### Srovnávací příklad 4

Kousky trubek ze srovnávacího příkladu 3 byly podrobeny zkoušce zápachu jako v příkladu 16. Byly zjištěny známky 4-5.

## Příklad 18

## Výroba vytlačovaných desek

5 Vytlačované desky byly vyrobeny o sobě známým způsobem vytlačováním z termoplastické tva-  
rovací hmoty. K tomu byl polymerizát popsán v příkladu 12 roztaven v extrudéru při asi 170 až  
250 °C, homogenizován a pomocí nástroje s širokou štěrbinou vytvarován na pás odpovídající  
šířce a tloušťce desky. Ochlazení a vytvarování bylo prováděno na tříválcovém chladicím zaříze-  
10 ním a navazujícím válečkovém dopravníku způsobem obvyklým pro olefiny. Kontinuálně vyrobe-  
ný pás byl nařezán po stranách a na délku.

Byly vyrobeny tabulky a desky o tloušťce 50 mm.

Takto získané desky vykazovaly následující vlastnosti:

15 hladký lesklý povrch  
E-modul v tahu podle ISO 527/2=1490 MPa  
vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,8 kJ/m<sup>2</sup>

## Výroba plných tyčí

20 Plné tyče byly použity jako polotovary pro další zpracování třískovým obráběním. Plné tyče byly  
vyrobeny kontinuálním způsobem vytlačováním z granulátu získaného v příkladu 12. Granulát  
byl roztaven v extruderu při teplotě 170 až 250 °C. Následně byla tavenina nejprve v kalibrační  
trubici silně ochlazená po obvodu a následně v temperované vodní lázni tak dlouho chlazená, až  
bylo dosaženo dostatečné tuhosti tvaru plné tyče.

25 Byly vyrobeny plné tyče o průměru 400 mm.

Takto získané plné tyče vykazovaly následující vlastnosti:

malé vnitřní pnutí  
30 E-modul v tahu podle ISO 527/2=1520 MPa (měřeno na frézovaných zkušebních tělesech)  
vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,6 kJ/m<sup>2</sup>

## Výroba lisovaných desek

35 Lisované desky o tloušťce 50 mm byly vyrobeny z granulátu získaného v příkladu 2.

Na základě nízké teploty bodu tavení bylo možno vyrobit lisované desky s kratší dobou ohřevu.  
Např. v případě 50 mm silné lisované desky se zkrátila doba ohřevu z 240 min na 200 min.

Takto získané lisované desky vykazovaly následující vlastnosti:

40 malé vnitřní pnutí  
E-modul v tahu podle ISO 527/2=1480 MPa (měřeno na frézovaných zkušebních tělesech)  
vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,7 kJ/m<sup>2</sup>

## 45 Příklad 19

Bylo postupováno jako v příkladu 18, avšak byl použit granulát z příkladu 14.

Získané vytlačované desky vykazovaly následující vlastnosti:

50 hladký lesklý povrch  
E-modul v tahu podle ISO 527/2=1560 MPa  
vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,5 kJ/m<sup>2</sup>

Získané plné tyče vykazovaly následující vlastnosti:

malé vnitřní pnutí

E-modul v tahu podle ISO 527/2=1530 MPa

vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,6 kJ/m<sup>2</sup>

5

Získané lisované desky vykazovaly následující vlastnosti:

malé vnitřní pnutí

hladký lesklý povrch

E-modul v tahu podle ISO 527/2=1540 MPa

10 vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,3 kJ/m<sup>2</sup>.

## PATENTOVÉ NÁROKY

15

1. Propylenový polymer s 0 až 2,5 % hmotn. C<sub>2</sub>- až C<sub>10</sub>-olefinových komonomerů, molekulovou hmotností M<sub>w</sub> 350 000 až 1 000 000 g/mol, poměrem M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> 4 až 10, hmotnostním podílem polymerní frakce s viskozitním číslem 500 až 1400 ml/g 20 až 80 % celkového polymeru a 20 vrubová houževnatost podle Charpyho při 23 °C, ISO 179/1eA=9,3 kJ/m<sup>2</sup>.  
20 hmotnostním podílem polymerní frakce s viskozitním číslem 200 až 400 ml/g 80 až 20 % celkového polymeru, a se střední délkou isotaktické sekvence 50 až 100, vyrobitelný polymerací monomerů v přítomnosti katalyzátorového systému, který jako složku s přechodovým kovem obsahuje metallocen.
- 25 2. Propylenový homopolymer podle nároku 1.
3. Použití propylenového polymeru podle nároku 1 nebo 2 k výrobě vláken, fólií a tvarových těles.
- 30 4. Použití podle nároku 3, přičemž tvarová tělesa jsou dutá tělesa.
5. Použití podle nároku 3, přičemž tvarová tělesa jsou trubky, desky nebo polotovary.
6. Vlákná, fólie a tvarová tělesa z propylenového polymeru podle nároku 1 nebo 2.
- 35 7. Tvarová tělesa podle nároku 6, přičemž tvarová tělesa jsou trubky, desky nebo polotovary.
8. Použití trubek podle nároku 7 pro konstrukci chemických aparátů, jako trubek pro pitnou vodu a jako kanalizačních trubek.
- 40

40

---

Konec dokumentu

---

45