

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成22年12月2日(2010.12.2)

【公表番号】特表2010-518225(P2010-518225A)

【公表日】平成22年5月27日(2010.5.27)

【年通号数】公開・登録公報2010-021

【出願番号】特願2009-549072(P2009-549072)

【国際特許分類】

C 0 8 F 2/00 (2006.01)

C 0 8 F 2/34 (2006.01)

C 0 8 F 4/6592 (2006.01)

C 0 8 F 10/02 (2006.01)

【F I】

C 0 8 F 2/00 A

C 0 8 F 2/34

C 0 8 F 4/6592

C 0 8 F 10/02

【手続補正書】

【提出日】平成22年10月15日(2010.10.15)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 6 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 6 6】

所与の一セットの操作条件下に、流動床は、粒子状のポリマー生成物の生成速度で、生成物として床の一部を取り去ることにより、実質的に一定の高さに維持される。熱発生速度は、生成物生成の速度に直接関連しているので、反応器を通過する流体の温度上昇（入口側流体温度と出口側流体温度の差）の測定は、入口側流体中に揮発性液体が存在しないか無視しうる場合には、一定の流体速度での粒子状ポリマー生成速度を指し示す。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 8 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 8 7】

エチレン / 1 - ヘキセンコポリマーは、以下の手順に従って製造した。触媒組成物は、メタルモキサンと共に、シリカ担持ビス（n - プロピルシクロペンタジエニル）ハフニウムジクロリドを含んでおり、Al : Hf 比は、約 80 : 1 ~ 130 : 1 であった。触媒組成物の調製方法は、例えば、米国特許第 6, 242, 545 号に開示されている。触媒組成物は、流動床気相重合反応器に乾燥状態で注入された。より詳細には、重合は、約 2068 kPa の全圧で操作される、152.4 mm 径の気相流動床反応器中で行われた。反応器床重量は、約 2 kg であった。流動ガスは、1 秒あたり約 0.6 m の速度で床を通過した。床に存在する流動ガスは、反応器の上部に位置する樹脂離脱ゾーンに入った。流動ガスは、次いで、リサイクルループに入り、サイクルガス圧縮機及び水冷熱交換器を通過した。外殻側水温は、表 1 及び表 2 に特記した反応器温度を維持するように調節した。エチレン、水素、1 - ヘキセン及び窒素は、表 1 及び表 2 に特記した所望の気体濃度を維持するのに十分な量で、圧縮機のすぐ上流のサイクルガスループに供給した。気体濃度は、

オンライン気体分率分析器で測定した。生成物（ポリエチレン粒子）は、バッチモードで反応器からパージ用の容器へと抜き出した後、生成物容器に移した。樹脂中の残留触媒及び活性化剤を湿潤窒素パージにより生成物ドラム内で不活性化した。触媒はステンレス鋼製注入管を通して反応器床に所望のポリマー製造量を維持するのに十分な速度で供給した。「 $C_6 / C_2$  流量比（“FR”）」は、反応器への1-ヘキセンモノマー供給量のポンドのエチレン供給量のポンドに対する比であり、一方、 $C_6 / C_2$  比は、サイクルガス中の1-ヘキセンのモルでの気体濃度のサイクルガス中の1-ヘキセンのモルでの気体濃度に対する比である。 $C_6 / C_2$  比は、サイクルガス蒸気分率分析器から得られ、一方、 $C_6 / C_2$  流量比は、質量流のある種的手段によりもたらされる。サイクルガスは、反応器中の気体であり、反応器のまわりの再循環ループからのタップから測定される。以下の表（表1～3）で報告されている比は、反応器中の気体濃度からのものである。試料は9分毎に採取し、したがって、報告された $C_6 / C_2$  比は、運転中の平均である。表1及び表2には、対応する気体濃度及び反応器変数並びに製造されたポリマーの密度及びメルトインデックスがまとめられている。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

モノマー/エチレン比及び水素/エチレン比の組成分布に対する影響が、図1に示されている。示されているように、モノマー/エチレン比が増加すると、組成分布は広くなる。モノマー/エチレン比の増加は典型的には密度を低下させるので、水素を反応器に加えて、モノマー濃度の増加による密度低下効果を相殺した。組成分布が広くなることは、モノマー濃度の増加と共に $T_{75} - T_{25}$  値が増加することにより、さらに示されている。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0099

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0099】

モノマー/エチレン比及び水素/エチレン比の組成分布に対する影響が、図2に示されている。示されているように、水素/エチレン比が増加すると、組成分布は広くなり、高温ピークと低温ピークの相対的な量は変化する。この変化は、TREF曲線における低温ピークが、高温ピークに比べて増大することと、%高密度が減少することを特徴とする。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0103

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0103】

図3は、実施例12及び実施例13のCRYSTAF曲線を示し、エチレン分圧の組成分布に対する影響を示している：実施例12は、より高いエチレン分圧（240 psi）で製造した。それは、低温ピークに対して相対的に強い高温ピークを示している。実施例13は、他の変数は実質的に一定に維持しながら、180 psiのより低いエチレン分圧で製造した。実施例12に比べて、実施例13は、より弱い高温ピークとより強い低温ピークを示す。