

【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16年12月9日(2004.12.9)

【公表番号】特表2000-513403(P2000-513403A)

【公表日】平成12年10月10日(2000.10.10)

【出願番号】特願平10-503625

【国際特許分類第7版】

C 0 8 F 4/02

B 0 1 J 31/22

B 0 1 J 32/00

B 0 1 J 35/02

C 0 8 F 4/612

【F I】

C 0 8 F 4/02

B 0 1 J 31/22 M

B 0 1 J 32/00

B 0 1 J 35/02 H

C 0 8 F 4/612

【手続補正書】

【提出日】平成16年4月6日(2004.4.6)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 手 続 補 正 書

平成16年 4月 6日



特許庁長官 殿

## 1. 事件の表示

平成10年 特許願 第503625号

## 2. 補正をする者

名 称 ダブリュー・アル・グレース・アンド・カンパニーコーン

## 3. 代 理 人

住 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 新大手町ビル206区  
ユアサハラ法律特許事務所

電 話 3270-6641~6646

氏 名 (8970) 弁理士 社 本 一 夫



## 4. 補正対象書類名

請求の範囲

## 5. 補正対象項目名

請求の範囲

## 6. 補正の内容

別紙の通り



別紙

I. 請求の範囲を以下の通り補正する。

『1.  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{AlPO}_4$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  及びその混合物からなる群から選択される噴霧乾燥した無機酸化物を含む碎け易い触媒キャリヤ凝集粒子であつて、

(A) 凝集物粒径分布の  $D_{90}$  より小さい凝集化粒子の容積の少なくとも 80%が、ミクロスフェロイドモルフォロジーを持ち；

(B) 該ミクロスフェロイドキャリヤ凝集粒子が

(i) 粗い、ざらざらした外観の表面；

(ii) 前記凝集物内に実質的に均一なサイズ及び分布を有する間入型空隙であつて、少なくとも幾つかの間入型空隙が凝集粒子の表面を貫通し、これにより凝集物表面から凝集粒子内部に少なくとも 10 個のチャネルを提供する該間入型空隙及び

(iii) 約 15～約 40% の平均 IVS

を持ち；

(C) 該キャリヤ凝集粒子が

(i) 約 1～約 250 ミクロンの範囲の平均粒径；

(ii) 約 1～約 1000  $\text{m}^2/\text{g}$  の表面積；及び

(iii) 約 10 以上の AQI

を持ち；及び

(D) 該凝集キャリヤ粒子が誘導される凝集キャリヤ粒子の成分粒子が、噴霧乾燥前に、約 3～約 10 ミクロンの平均粒径を有する、

該触媒キャリヤ凝集粒子。

2. そのAQIが、約 10～約 70 である、請求項 1 に記載のキャリヤ凝集粒子。

3. そのAQIが、少なくとも 30 である請求項 1 に記載のキャリヤ凝集粒子。

4. AQI が約 30～約 65 である、請求項 3 に記載のキャリヤ凝集粒子。

5. そのAQIが少なくとも 40 である、請求項 1 に記載のキャリヤ凝集粒子。

6. そのAQIが、約40～約65である、請求項5に記載のキャリヤ凝集粒子。
7. そのAQIが、少なくとも50である、請求項1に記載のキャリヤ凝集粒子。
8. そのAQIが、約50～約65である、請求項7に記載のキャリヤ凝集粒子。
9. (A) 凝集物粒径分布の  $D_{90}$  より小さい凝集化粒子の容積の少なくとも 90%が、ミクロスフェロイドモルフォロジーを持ち；  
(B) 該キャリヤ凝集粒子が
  - (i) 約 10～約 150 ミクロンの平均粒径、及び
  - (ii) 約 150～約 800  $\text{m}^2/\text{gm}$  の表面積を持ち；  
(C) 該キャリヤ凝集粒子が誘導される凝集キャリヤ粒子の成分粒子が、噴霧乾燥前に、約 4～約 9 ミクロンの平均粒径、約 0.5～約 3.0 ミクロンの粒径分布スパン、及び成分粒子重量をベースとして、約 2～約 40 重量%のコロイド粒径含量を有する、

請求項1～8のいずれか1項に記載のキャリヤ凝集粒子。

10. オレフィンを重合し得る触媒系の少なくとも1つの触媒成分で含浸させた、請求項9に記載のキャリヤ粒子。

11. 前記触媒成分が、チーグラー-ナッタ、メタロセン及びNiまたはPdベースの触媒からなる群から選択される触媒系の一部である、請求項10に記載のキャリヤ粒子。

12. キャリヤ重量をベースとして、噴霧乾燥したシリカゲルを少なくとも 80 重量%含む碎け易い触媒キャリヤ凝集粒子であって、

- (A) 凝集物粒径分布の  $D_{90}$  より小さい凝集化粒子の容積の少なくとも 80%が、ミクロスフェロイドモルフォロジーを持ち；  
(B) 該ミクロスフェロイドキャリヤ凝集粒子が
  - (i) 粗い、ざらざらした外観の表面；
  - (ii) 前記凝集物内に実質的に均一なサイズ及び分布を有する間入型空隙であって、少なくとも幾つかの間入型空隙が凝集物の表面を貫通し、これにより凝集物表面から凝集粒子内部に少なくとも 10 個のチャネルを提供する該間入型空隙及び

(iii) 約 15～約 40% の平均 IVS  
を持ち；

(C) 該キャリヤ凝集粒子が

- (i) 約 1～約 250 ミクロンの範囲の平均粒径；
- (ii) 約 1～約 1000 m<sup>2</sup>/g の表面積；及び
- (iii) 約 10 以上の AQI

を持ち；及び

(D) 該凝集キャリヤ粒子が誘導される凝集キャリヤ粒子の成分粒子が、噴霧乾燥前に、約 3～約 10 ミクロンの平均粒径を有し；

(E) 噴霧乾燥前に、該キャリヤ凝集粒子が誘導されるシリカゲルが、シリカゲル重量をベースとして、コロイドシリカ粒子約 2～約 40 重量% を含有する、該触媒キャリヤ凝集粒子。

13. そのAQIが約30～約65であり；ミクロスフェロイド凝集粒子が平均IVS 約20～約35%を保有し；及び噴霧乾燥前に該キャリヤ凝集粒子が誘導されるシリカゲルが、約6～約25重量%のコロイド粒子を含有する、請求項12に記載のキャリヤ凝集粒子。

14. そのAQIが約40～約65である、請求項13に記載のキャリヤ凝集粒子。

15. 噴霧乾燥前に、該キャリヤ凝集粒子が誘導される成分粒子が、約0.5～約3.0の粒径分布スパンを持つ、請求項13に記載のキャリヤ凝集粒子。

16. そのAQIが約50～約65である、請求項13に記載のキャリヤ凝集粒子。

17. (A) SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、AlPO<sub>4</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 及びその混合物からなる群から選択される無機酸化物を、約 2～約 10 ミクロンの平均粒径及び粉末重量をベースとして約 50 重量%未満の水分含量を有する粉末を形成するのに十分な方法及び条件下で乾燥粉碎し；

(B) 場合により、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、AlPO<sub>4</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 及びその混合物からなる群から選択される無機酸化物の水性スラリーを、約 3～約 10 ミクロンの平均粒径及び固体材料の約 2～約 40 重量%がコロイド粒径を有するような粒径分布を付与するのに十分な方法及び条件下で湿潤粉碎し；

(C) 段階(A)で製造した乾燥粉碎化粉末固体及び場合により段階(B)で製造した湿

潤粉碎化固体を含む水性スラリーを用意し；

(D) (C) のスラリー中で、湿潤粉碎化：乾燥粉碎化成分の乾燥固体重量比、全固体重量%及びスラリーpH を、スラリーを噴霧乾燥する際に、以下に記載する特性を持つ触媒キャリヤ凝集粒子を生成するのに十分な方法で制御し；次いで (E) 制御された重量%の固体、pH 及び固体成分比を有する (C) のスラリーを、以下の特性：

(i) 凝集物粒径分布の  $D_{90}$  より小さい凝集化粒子の容積の少なくとも 80%が、ミクロスフェロイドモルフォロジーを持つ；

(ii) 該ミクロスフェロイドキャリヤ凝集粒子が

(a) 粗い、ざらざらした外観の表面；

(b) 前記凝集物内に実質的に均一なサイズ及び分布を有する間入型空隙であつて、少なくとも幾つかの間入型空隙が凝集物の表面を貫通し、これにより凝集物表面から凝集粒子内部に少なくとも 10 個のチャネルを提供する該間入型空隙；

(iii) 約 15～約 40% の平均 IWS；

(iv) キャリヤ凝集粒子が

(a) 約 1～約 250 ミクロンの範囲の平均粒径；

(b) 約 1～約 1000  $\text{m}^2/\text{g}$  の表面積；及び

(c) 約 10 以上の AQI

を有する触媒キャリヤ凝集粒子を生成するのに十分な方法及び条件下で噴霧乾燥させる

ことを含む、碎け易い触媒キャリヤ凝集粒子の製造法。

#### 18. 噴霧乾燥すべきスラリー中、

(A) 噴霧乾燥すべきスラリーの湿潤粉碎：乾燥粉碎成分固体重量比が、 $\leq 1 : 1$  であり；

(B) 噴霧乾燥すべきスラリーの pH が約 6～約 9 であるように制御され；及び

(C) 噴霧乾燥すべきスラリーの全乾燥固体含量が、スラリー重量をベースとして約 10～約 20 重量% であるように制御される

請求項 17 に記載の方法。

19. 噴霧乾燥すべきスラリー中、

- (A) 噴霧乾燥すべきスラリーの湿潤粉碎：乾燥粉碎成分固体重量比が約1：1以上であり；
- (B) 噴霧乾燥すべきスラリーのpHが約3～約6に制御され；及び
- (C) 噴霧乾燥すべきスラリーの全乾燥固体含量が、スラリー重量をベースとして約10～約20重量%であるように制御される

請求項17に記載の方法。

20. 粉碎段階が、噴霧乾燥すべきスラリーの固体含量に約0.5～約3の粒径分布スパンを付与するように制御される、請求項17に記載の方法。

21. 無機酸化物が少なくとも80重量%のシリカゲルを含む、請求項17に記載の方法。

22. 噴霧乾燥が、噴霧乾燥品に約20～約65のAQIを付与するように制御される、請求項17～21のいずれか1項に記載の方法。

23. 噴霧乾燥が、噴霧乾燥品に約30～約65のAQIを付与するように制御される、請求項17～21のいずれか1項に記載の方法。

24. 噴霧乾燥が、噴霧乾燥品に約40～約65のAQIを付与するように制御される、請求項17～21のいずれか1項に記載の方法。

25. 噴霧乾燥品が、温度約150～約850°Cで、約1～約600分間力焼される、請求項17に記載の方法。

26. 力焼が、ロータリーカー焼器、固定床オーブン及び複合的溶鉱炉からなる群から選択される力焼器で実施される、請求項25に記載の方法。

27. 力焼化キャリヤが、オレフィンを重合し得る触媒系の少なくとも1種の触媒成分で含浸されている、請求項25に記載の方法。

28. 触媒成分が、チーグラー-ナッタ、メタロセン及びNiまたはPdベースの触媒からなる群から選択される触媒系の一部である、請求項27に記載の方法。

29. 含浸を有機溶媒を使用して実施する、請求項27または28に記載の方法。

30. 有機溶媒をコニカルドライヤー中で蒸発させる、請求項29に記載の方法。』