

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2009-545655

(P2009-545655A)

(43) 公表日 平成21年12月24日(2009.12.24)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>CO8L 23/04 (2006.01)</b>	CO8L 23/04	4 F O 7 O
<b>CO8L 71/02 (2006.01)</b>	CO8L 71/02	4 J O O 2
<b>CO8K 5/134 (2006.01)</b>	CO8K 5/134	
<b>CO8J 3/20 (2006.01)</b>	CO8J 3/20 C E S Z	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2009-522950 (P2009-522950)	(71) 出願人	502141050
(86) (22) 出願日	平成19年7月25日 (2007.7.25)		ダウ グローバル テクノロジーズ イン
(85) 翻訳文提出日	平成21年3月25日 (2009.3.25)		コーポレイティド
(86) 国際出願番号	PCT/US2007/074339		アメリカ合衆国 ミシガン州 48674
(87) 国際公開番号	W02008/016815		, ミッドランド, ダウ センター 204
(87) 国際公開日	平成20年2月7日 (2008.2.7)		O
(31) 優先権主張番号	60/834, 956	(74) 代理人	100092783
(32) 優先日	平成18年8月2日 (2006.8.2)		弁理士 小林 浩
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100095360
			弁理士 片山 英二
		(74) 代理人	100120134
			弁理士 大森 規雄
		(74) 代理人	100104282
			弁理士 鈴木 康仁

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法

## (57) 【要約】

本発明は、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法である。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、第一成分、第二成分および第三成分を含む。第一成分は、 $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである。第二成分は、ポリエチレングリコールであり、第三成分は、3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルである。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6290 に従って 100 で 0 時間の促進老化で約 - 2.5 未満の黄色度指数を有する。本発明の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセスは、以下の段階を含む：(1)  $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである第一成分を供給する段階；(2) ポリエチレングリコールである第二成分を供給する段階；(3) 3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルである第三成分を供給する段階；(4) 前記第二および第三成分を前記第一成分にブレンドし、それによってブレンドを作る段階；(5) 前記ブレンドをペレット化する段階；および(6) それによって、ASTM D - 6290 に従って 100 で 0 時間の促進老化で約 - 2.5 未満の黄色度指数を有する前記高密度ポリエチレン組成物のペレットを作る段階。本発明の物品は、上記の本発明の高密度ポリエチレン組成物を含む。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

0.940 から 0.980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

を含む、高密度ポリエチレン組成物であって、

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する高密度ポリエチレン組成物。

10

## 【請求項 2】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 1 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 3】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 2 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 4】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 3 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

20

## 【請求項 5】

1 0 0 で 0 時間の促進老化と 1 0 0 で 2 時間の促進老化の間での黄色度指数が、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) 未満であるか、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) であり、前記式中の X が、A S T M D - 6 2 9 0 に従ってオープン内で 1 0 0 での促進老化時間の数または分数である、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 6】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 4 未満の黄色度指数を有する、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 7】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で - 4 から - 6 の範囲の黄色度指数を有する、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

30

## 【請求項 8】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第二成分の 1 5 0 から 1 0 0 0 部を含む、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 9】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第二成分の 1 5 0 から 2 0 0 部を含む、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 1 0】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第三成分の約 1 0 0 0 部未満を含む、請求項 1 に記載の高密度ポリエチレン組成物。

40

## 【請求項 1 1】

0.940 から 0.980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

から本質的に成る、高密度ポリエチレン組成物であって、

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 4 未満の黄色度指数を有する高密度ポリエチレン組成物。

## 【請求項 1 2】

0.940 から 0.980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである

50

第一成分と；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

液体 3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

の溶融ブレンド反応生成物を含む、高密度ポリエチレン組成物であって、

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する高密度ポリエチレン組成物。

【請求項 1 3】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセスであって、

0 . 9 4 0 から 0 . 9 8 0 g / c m <sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分を供給する段階と；

ポリエチレングリコールである第二成分を供給する段階と；

3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルである第三成分を供給する段階と；

前記第二および第三成分を前記第一成分にブレンドし、それによってブレンドを作る段階；

前記ブレンドをペレット化する段階と；

それによって前記高密度ポリエチレン組成物のペレットを作る段階と

を含むプロセス。

【請求項 1 4】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 1 0 時間の促進老化で約 - 4 未満の黄色度指数を有する、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 1 5】

1 0 0 で 0 時間の促進老化と 1 0 0 で 2 時間の促進老化の間での黄色度指数が、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) 未満であるか、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) であり、前記式中の X が、A S T M D - 6 2 9 0 に従ってオープン内で 1 0 0 での促進老化時間の数または分数である、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 1 6】

A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で - 4 から - 6 の範囲の黄色度指数を有する、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 1 7】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第二成分の 1 5 0 から 1 0 0 0 部を含む、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 1 8】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第二成分の 1 5 0 から 2 0 0 部を含む、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 1 9】

前記第一成分の 1 0 0 万部につき前記第三成分の約 1 0 0 0 部未満を含む、請求項 1 3 に記載の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセス。

【請求項 2 0】

成形された高密度ポリエチレン組成物を含む物品であって、

前記組成物が、

0 . 9 4 0 から 0 . 9 8 0 g / c m <sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分と；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

10

20

30

40

50

を含み；

前記高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6290に従って100で0時間の促進老化で約 - 2.5未満の黄色度指数を有する、物品。

【請求項21】

成形された高密度ポリエチレン組成物を含む容器(container device)であって、前記組成物が、

0.940から0.980 g / cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分と；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

を含み；

前記高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6290に従って約 - 2.5未満の黄色度指数を有する、容器。

【請求項22】

容器の製造方法であって、

高密度ポリエチレン組成物を供給する段階（この場合、

前記組成物は、

0.940から0.980 g / cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンである第一成分と；

ポリエチレングリコールである第二成分と；

3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルである第三成分と；

を含み；

前記高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6290に従って約 - 2.5未満の黄色度指数を有する）と；

前記高密度組成物を圧縮成形、射出成形または射出ブロー成形する段階と；

それによって前記容器を作る段階と；

を含む方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品およびそうした物品の製造方法に関する。

関連出願の相互参照

【0002】

本出願は、「成形用高密度ポリエチレン組成物、およびその製造方法（HIGH-DENSITY POLYETHYLENE COMPOSITIONS FOR MOLDING, AND METHOD OF MAKING THE SAME）」と題する2006年8月2日出願の米国特許仮出願第60/834,956号の優先権を主張する非仮出願であり、前記仮出願の教示は、下文に完全に再現されているかのごとく本明細書に存する。

【背景技術】

【0003】

ポリオレフィン系樹脂は、多種多様な用途に使用される。一般に、そのような樹脂は、それらの樹脂の分解を防ぐために様々な添加剤、例えば、UV安定剤および酸化防止剤と配合される。これらの用途の多くにおいて、これらの樹脂は実質的に透明なままであることが望ましい。一部の状況では、一般に使用される添加剤の一部がそれらの樹脂の着色増加（または透明度低下）を引き起こすことが観察された。変色は複雑な現象であり、触媒

10

20

30

40

50

残渣、ビニル末端基および酸化防止剤を含む多くの要因に依存するようである。

【0004】

A S T M D - 6 2 9 0 による黄色度指数試験(Yellowness Index test)は、ポリオレフィン系樹脂の透明度を判定するために利用することができる。一般に、- 3の黄色度指数が望ましいと考えられる。さらに、保管および上昇温度への暴露によって黄色度指数が増加することは一般に公知である。従って、低減された黄色度指数によって証明されるような、そのようなポリオレフィン系樹脂の透明度を改善するための方法、およびそのような改善をある期間にわたって維持するための方法が望まれている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0005】

ポリオレフィン系樹脂の開発およびそれらの透明度の改善に関する研究努力にもかかわらず、低減された黄色度指数によって証明されるような改善された透明度を有するポリオレフィン系樹脂が、依然として必要とされている。さらに、低減された黄色度指数によって証明されるような改善された透明度を有するポリオレフィン系樹脂を製造するための方法が、依然として必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法である。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、第一成分、第二成分および第三成分を含む。第一成分は、 $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである。第二成分は、ポリエチレングリコールであり、第三成分は、3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルである。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、A S T M D - 6 2 9 0 に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2.5未満の黄色度指数を有する。本発明の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセスは、以下の段階を含む：(1)  $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである第一成分を供給する段階；(2) ポリエチレングリコールである第二成分を供給する段階；(3) 3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルである第三成分を供給する段階；(4) 前記第二および第三成分を前記第一成分にブレンドし、それによってブレンドを作る段階；(5) 前記ブレンドをペレット化する段階；および(6) それによって、A S T M D - 6 2 9 0 に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2.5未満の黄色度指数を有する前記高密度ポリエチレン組成物のペレットを作る段階。本発明の物品は、上記の本発明の高密度ポリエチレン組成物を含む。

20

30

【0007】

一実施形態において、本発明は、 $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルを含む、A S T M D - 6 2 9 0 に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2.5未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

40

【0008】

一実施形態において、本発明は、 $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3 - (3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルから本質的に成る、A S T M D - 6 2 9 0 に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2.5未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

【0009】

一実施形態において、本発明は、 $0.940$  から  $0.980 \text{ g/cm}^3$  の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3 - (3, 5 - ジ

50

- t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルから成る、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

【0010】

一実施形態において、本発明は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーと、ポリエチレングリコールと、3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルとの溶融ブレンド反応生成物を含む、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

【0011】

一実施形態において、本発明は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーと、ポリエチレングリコールと、3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルとの溶融ブレンド反応生成物から本質的に成る、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

【0012】

一実施形態において、本発明は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーと、ポリエチレングリコールと、3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルとの溶融ブレンド反応生成物から成る、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する、高密度ポリエチレン組成物を提供する。

【0013】

別の実施形態において、本発明は、( 1 ) 0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーを供給する段階；( 2 ) ポリエチレングリコールを供給する段階；( 3 ) 3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルを供給する段階；( 4 ) 前記ポリエチレングリコールおよび3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルを前記高密度ポリエチレンポリマーにブレンドし、それによってブレンドを作る段階；( 5 ) 前記ブレンドをペレット化する段階；および( 6 ) それによって、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する高密度ポリエチレン組成物のペレットを作る段階を含む、高密度ポリエチレン組成物を製造するための方法をさらに提供する。

【0014】

さらに別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物を含む物品を提供し、この場合、前記高密度ポリエチレン組成物は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルを含み、ならびに前記高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する。

【0015】

さらに別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物を含む物品を提供し、この場合、前記高密度ポリエチレン組成物は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル) プロピオン酸オクタデシルから本質的に成り、ならびに前記高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6290に従って100 で0時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する。

【0016】

さらに別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物を含む物品を提供し、この場合、前記高密度ポリエチレン組成物は、0 . 940 から0 . 980 g / cm<sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマー、ポリエチレングリコール、および3

10

20

30

40

50

- ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルから成り、ならびに前記高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する。

【 0 0 1 7 】

さらに別の実施形態において、本発明は、( 1 ) 0 . 9 4 0 から 0 . 9 8 0 g / c m <sup>3</sup> の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーとポリエチレングリコールと 3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルとを含む高密度ポリエチレン組成物を供給する段階 ( この場合、前記高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有する ) ; ( 2 ) 前記高密度ポリエチレン組成物を圧縮成形、射出ブロー成形、または射出成形する段階 ; ( 3 ) それによって物品を形成する段階を含む、物品の製造方法を提供する。

10

【 0 0 1 8 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で約 - 4 未満の黄色度指数を有することを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【 0 0 1 9 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 1 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有することを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

20

【 0 0 2 0 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 2 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有することを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【 0 0 2 1 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 3 0 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有することを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

30

【 0 0 2 2 】

別の実施形態において、本発明は、1 0 0 で 0 時間の促進老化と 1 0 0 で 2 時間の促進老化の間での黄色度指数が、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) 未満であるか、( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) であり、前記式中の X は、ASTM D - 6 2 9 0 に従ってオープン内で 1 0 0 での促進老化時間の数または分数であることを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【 0 0 2 3 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、ASTM D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化で - 4 から - 6 の範囲の黄色度指数を有することを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

40

【 0 0 2 4 】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、その高密度ポリエチレンの 1 0 0 万部につきポリエチレングリコールの 1 5 0 から 1 0 0 0 重量部を含むことを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【 0 0 2 5 】

50

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、その高密度ポリエチレンの100万部につきポリエチレングリコールの150から200重量部を含むことを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【0026】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、その高密度ポリエチレンの100万部につき3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルの約1000重量部未満を含むことを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

10

【0027】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、その高密度ポリエチレンの100万部につき3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルの約650重量部未満を含むことを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

【0028】

別の実施形態において、本発明は、高密度ポリエチレン組成物が、その高密度ポリエチレンの100万部につき3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルの約500重量部未満を含むことを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法を提供する。

20

【0029】

さらに別の実施形態において、本発明は、物品がボトルであることを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、物品および物品の製造方法を提供する。

【0030】

さらに別の実施形態において、本発明は、物品が圧縮成形品、射出成形品または射出ブロー成形品であることを除き、上述の実施形態のいずれかに基づいて、物品および物品の製造方法を提供する。

【0031】

本発明を例証するために、現在好ましい形態を図面で示すが、本発明は示されているまさにその配置および手段に限定されないと理解されたい。

30

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】本発明の高密度ポリエチレン組成物の製造プロセスを示すブロック図である。

【図2】黄色度指数と100での促進老化との関係を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0033】

本発明は、高密度ポリエチレン組成物、その製造方法、それから製造される物品、およびそのような物品の製造方法である。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、第一成分、第二成分および第三成分を含む。第一成分は、0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである。第二成分は、ポリエチレングリコールであり、第三成分は、3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルである。本発明の高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って100で0時間の促進老化で約2.5未満の黄色度指数を有する。本発明の高密度ポリエチレン組成物を製造するためのプロセスは、以下の段階を含む：(1)0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する高密度ポリエチレンポリマーである第一成分を供給する段階；(2)ポリエチレングリコールである第二成分を供給する段階；(3)3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸オクタデシルである第三成分を供給する段階；(4)前記第二および第三成分を前記

40

50



第一成分にブレンドし、それによってブレンドを作る段階；（５）前記ブレンドをペレット化する段階；および（６）それによって、ASTM D-6290に従って100で0時間の促進老化で約2.5未満の黄色度指数を有する前記高密度ポリエチレン組成物のペレットを作る段階。

#### 【0034】

用語「ポリマー」は、本明細書では、ホモポリマー、共重合体もしくはコポリマー、またはターポリマーを示すために用いる。用語「ポリマー」は、本明細書において用いる場合、共重合体またはコポリマー、例えば、1つまたはそれ以上の $C_3 - C_{20}$ アルファ-オレフィンの存在下でのエチレンの重合によって製造されるものなども含む。

#### 【0035】

用語「共重合体」は、本明細書において用いる場合、少なくとも2つの異なるタイプのモノマーの重合によって作製されるポリマーを指す。従って、この一般用語の共重合体は、2つの異なるタイプのモノマーから作製されるポリマーを指すために通常は用いられるコポリマー、および2つより多くの異なるタイプのモノマーから作製されるポリマーを含む。

#### 【0036】

前記第一の成分は、任意のポリマー、例えばポリオレフィン、であり得る。例示的なポリオレフィンとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイソブチレン、ポリブタジエン、ポリイソプレン、シクロペンテン、およびノルボルネンが挙げられるが、これらに限定されない。前記第一成分は、好ましくは、エチレンポリマーであり得る。例示的なエチレンポリマーとしては、高密度ポリエチレン(HDPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)、線状低密度ポリエチレン(LLDPE)、均一に分岐した線状のまたは実質的に線状の低密度ポリエチレン、および不均一に分岐した線状の低密度ポリエチレンが挙げられるが、これらに限定されない。第一成分は、例えば、高密度ポリエチレンであり得る。前記第一成分は、任意の密度を有することができ、例えば、前記第一成分は、0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する。0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、密度は、0.941 g/cm<sup>3</sup>、0.943 g/cm<sup>3</sup>、0.951 g/cm<sup>3</sup>、0.953 g/cm<sup>3</sup>、0.961 g/cm<sup>3</sup>または0.971 g/cm<sup>3</sup>の下限から、0.951 g/cm<sup>3</sup>、0.953 g/cm<sup>3</sup>、0.961 g/cm<sup>3</sup>、0.963 g/cm<sup>3</sup>または0.973 g/cm<sup>3</sup>の上限までであり得る。例えば、前記第一成分は、0.950から0.970 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有することができ、または代案では、前記第一成分は、0.950から0.965 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する。前記第一成分は、任意のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができ；例えば、前記第一成分は、0.5から1000 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができる。0.5から1000 g/10分のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、前記メルトインデックス(I<sub>2</sub>)は、0.5 g/10分、1 g/10分または5 g/10分の下限から、150 g/10分、200 g/10分、300 g/10分または400 g/10分の上限までであり得る。例えば、前記第一成分は、5から150 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができ；または代案では、前記第一成分は、10から150 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができる。前記第一成分は、1つまたはそれ以上のアルファ-オレフィンモノマーの任意の量を含むことができ、例えば、前記第一成分は、その第一成分の重量に基づき、1つまたはそれ以上のアルファ-オレフィンモノマーに由来するユニットを約10重量パーセント未満含むことができる。10重量パーセント未満のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本

10

20

30

40

50

明細書において開示する。

【 0 0 3 7 】

エチレンまたは別のベースモノマーと共に重合するために有用な、適するコモノマーとしては、エチレン不飽和モノマー、共役または非共役ジエンおよびポリエンが挙げられるが、これらに限定されない。そのようなコモノマーの例としては、 $C_3 - C_{20}$  - オレフィンコモノマー、例えば、プロピレン、イソブチレン、1 - ブテン、1 - ヘキセン、4 - メチル - 1 - ペンテン、1 - ヘプテン、1 - オクテン、1 - ノネン、1 - デセンが挙げられるが、これらに限定されない。好ましいコモノマーとしては、プロピレン、1 - ブテン、1 - ヘキセン、4 - メチル - 1 - ペンテンおよび1 - オクテンが挙げられ、1 - ヘキセンが特に好ましい。他の適するモノマーとしては、スチレン、ハロ置換またはアルキル置換スチレン、テトラフルオロエチレン、ビニルベンゾシクロブタン、ブタジエン、イソプレン、ペンタジエン、ヘキサジエン、オクタジエン、ならびにシクロアルケン、例えばシクロペンテン、シクロヘキセンおよびシクロオクテンが挙げられる。典型的に、エチレンは、1つまたはそれ以上の $C_3 - C_{20}$  - オレフィンと共重合させる。前記高密度ポリエチレンは、1つまたはそれ以上の $C_3 - C_{20}$  - オレフィンコモノマーの存在下でエチレンを重合させるコポリマーである。

10

【 0 0 3 8 】

前記第二成分は、好ましくは任意のポリエチレングリコールである。例えば、前記第二成分は、アルファ - ヒドロ - オメガ - ヒドロキシポリ ( オキシ - 1 , 2 - エタンジイル ) である。前記第二成分は、例えば、次の式を有することができる：

20

【 化 1 】



【 0 0 3 9 】

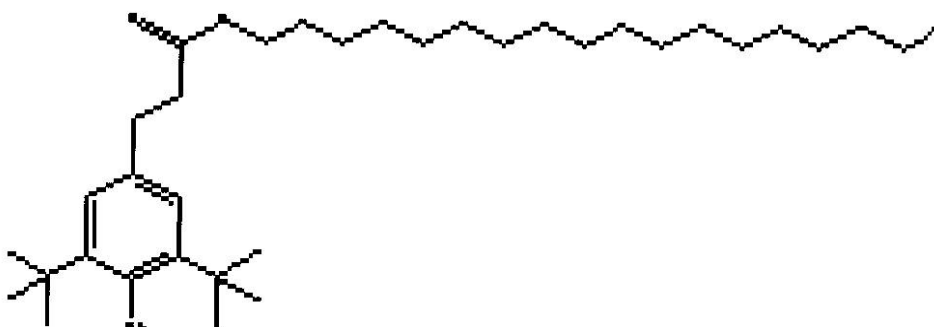
本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第二成分の150から1000重量部を含む。前記第一成分の100万重量部につき前記第二成分の150から1000重量部のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第二成分の150から200重量部を含む。そのようなポリエチレングリコールは、米国、ミシガン州のThe Dow (商標) Chemical Companyから商品名Carbowax (商標) 400、CAS NO. : 25322-62-3で市販されている。

30

【 0 0 4 0 】

前記第三成分は、いずれのフェノール系化合物であってもよく、例えば、前記第二成分は、酸化防止剤である。例えば、前記第一成分は、次の式を有する3 - ( 3 , 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシフェニル ) プロピオン酸オクタデシルであり得る：

【 化 2 】



40

【 0 0 4 1 】

本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第三成分の約1000重量部未満を含む。前記第一成分の100万部につき前記第三成分の1000

50

部未満のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第三成分の650重量部未満を含み；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第三成分の500重量部未満を含み；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、前記第一成分の100万重量部につき前記第三成分の100重量部未満を含む。そのような酸化防止剤は、米国、ニューヨーク州のCiba（商標）Specialty Chemical Corp. から商品名Irganox（商標）1076、CAS NO. : 2082-79-3で市販されている。

#### 【0042】

本高密度ポリエチレン組成物は、追加成分、例えば他のポリマー、または添加剤をさらに含むことがある。そのような添加剤としては、静電防止剤、増色剤、染料、潤滑剤、フィラー、顔料、一次酸化防止剤、二次酸化防止剤、加工助剤、UV安定剤、核剤、フィラー、スリップ剤、難燃剤、可塑剤、安定剤、煙防止剤、粘度調節剤、架橋剤、触媒、気泡増進剤、粘着防止剤、およびこれらの組み合わせが挙げられるが、それらに限定されない。本高密度ポリエチレン組成物は、1つまたはそれ以上の添加剤の任意の量を含有し得る。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、その高密度ポリエチレン組成物の重量に基づき、追加の添加剤を総合重量で約10パーセント未満から含むことができる。約10重量パーセント未満からのすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、その高密度ポリエチレン組成物の重量に基づき、追加の添加剤を総合重量で約5パーセント未満から含むことができる。本高密度ポリエチレン組成物は、任意の密度を有し、例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有する。0.940から0.980 g/cm<sup>3</sup>のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、密度は、0.941 g/cm<sup>3</sup>、0.943 g/cm<sup>3</sup>、0.951 g/cm<sup>3</sup>、0.953 g/cm<sup>3</sup>、0.961 g/cm<sup>3</sup>または0.971 g/cm<sup>3</sup>の下限から、0.951 g/cm<sup>3</sup>、0.953 g/cm<sup>3</sup>、0.961 g/cm<sup>3</sup>、0.963 g/cm<sup>3</sup>または0.973 g/cm<sup>3</sup>の上限までであり得る。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、0.950から0.970 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有することができ、または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、0.950から0.965 g/cm<sup>3</sup>の範囲の密度を有することができ。本高密度ポリエチレン組成物は、任意のメルトインデックス(I<sub>21</sub>)を有することができ；例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、0.5から1000 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができ。0.5から1000 g/10分のすべての個々の値およびサブレンジが本明細書に含まれ、それらを本明細書において開示する。例えば、前記メルトインデックス(I<sub>2</sub>)は、0.5 g/10分、1 g/10分または5 g/10分の下限から、150 g/10分、200 g/10分、300 g/10分または400 g/10分の上限までであり得る。例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、5から150 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができ；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、10から150 g/10分の範囲のメルトインデックス(I<sub>2</sub>)を有することができ。本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290による任意の黄色度指数を有することができ；例えば、本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って100で0時間の促進老化で約-2.5未満の黄色度指数を有することができ；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って100で10時間の促進老化で約-2.5未満の黄色度指数を有することができ；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って100で20時間の促進老化で約-2.5未満の黄色度指数を有することができ；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って100で30時間の促進老化で約-2.5未満の黄色度指数を有することができ；または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、ASTM D-6290に従って10

10

20

30

40

50

0 で 10 時間の促進老化で約 - 2 . 5 未満の黄色度指数を有することができ ; または代案では、本高密度ポリエチレン組成物は、A S T M D - 6 2 9 0 に従って 1 0 0 で 0 時間の促進老化と 1 0 0 で 2 時間の促進老化の間で ( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) 未満であるまたは ( 0 . 1 8 X - 4 . 9 4 ) である任意の黄色度指数を有することができ、この場合の X は、1 0 0 での促進老化時間の数または分数である。

#### 【 0 0 4 3 】

高密度ポリエチレンである前記第一成分を生成するために、種々の触媒系を利用するいずれの従来のエチレンホモ重合または共重合反応を利用してもよい。そのような従来のエチレンホモ重合または共重合反応としては、従来の反応器、例えば気相反応器、ループ反応器、攪拌タンク反応器およびバッチ反応器、を直列でまたは並列で使用する、気相重合、スラリー相重合、液相重合およびこれらの組み合わせが挙げられるが、それらに限定されない。本高密度ポリエチレン組成物は、好ましくは、気相重合または共重合、特に、チタン酸クロム触媒、例えば欧州特許第 0 6 4 0 6 2 5 号に記載されているものを使用して行う気相重合または共重合、によって製造されるが、本発明はそれらに限定されない。

10

#### 【 0 0 4 4 】

典型的な有用な触媒は、高表面積耐火性酸化物支持体に担持されたクロム ( V I ) 化合物 ( 典型的には、その酸化物 ) から成る。一般に、前記支持体は、非晶質微小球状シリカ、シリカアルミナ、シリカチタニアまたはアルミノホスフェートである。前記支持体は、典型的に、噴霧乾燥または沈降法によって製造される。噴霧乾燥によって作製された支持体は、沈降させた支持体より典型的に狭い粒径分布を有するが、いずれのタイプの支持体も、最終支持体粒径をさらに調節するために公知技術を用いて後でサイズを整えることができる。前記触媒は、乾燥した酸素含有雰囲気中、4 0 0 から 1 0 0 0 の温度で、クロム含有支持体を活性化することによって作製する。一般に、その活性化前に、変性材料、例えばチタンおよびフッ化物を添加する。

20

#### 【 0 0 4 5 】

一般に、触媒は、クロム源が添加された市販のシリカを使用して作製する。C r 化合物を付着させた後、またはこの付着の前のいずれかに、シリカ支持体をチタンエステル、例えばチタンテトライソプロピラートまたはチタンテトラエトキシド、で処理することができる。その支持体を、一般に、約 1 5 0 から 2 0 0 で予備乾燥して、物理的に吸着している水を除去する。前記チタン酸エステルは、イソペンタン溶剤中のシリカのスラリーに溶液として添加してもよいし、または支持体の流動層に直接添加してもよい。スラリー形態で添加する場合、そのスラリーを乾燥させる。一般に、C r  <sup>+ 6</sup>  に転化することができる前記 C r 化合物は、既にその支持体に添加されている。その後、1 0 0 0 までの温度での空気中での焼により、その支持体を活性触媒に転化させる。

30

#### 【 0 0 4 6 】

活性化中に前記チタンは幾つかのタイプの表面酸化物に転化される。前記クロム化合物 ( 一般に、酢酸クロム ( I I I ) ) は、何らかの C r  <sup>+ 6</sup>  酸化物に転化される。その活性化プロセス中にフッ素化剤を添加してその支持体中の一部の気孔を選択的につぶし、それによってその触媒の分子量応答を変更することもできる。その活性化された触媒を、使用前に、還元剤、例えば、流動層中の一酸化炭素または他の還元剤、例えば、アルミニウムアルキル、ホウ素アルキル、リチウムアルキルで処理してもよい。

40

#### 【 0 0 4 7 】

このタイプ触媒は、非常に多数の特許、例えば、国際特許出願第 W O 2 0 0 4 0 9 4 4 8 9 号、欧州特許第 0 6 4 0 6 2 5 号、米国特許第 4 1 0 0 1 0 5 号およびこれらの参考文献に引用されている参考文献に記載されている。これらの参考文献のそれぞれは、その全体が参照により本明細書に取り入れられている。触媒、例えば C r  <sup>+ 6</sup>  成分も含有する、米国特許第 6 0 2 2 9 3 3 号 ( これも、その全体が参照により本明細書に取り入れられている ) に記載されているものは、本発明においてさらに有用である。

#### 【 0 0 4 8 】

なお、塩化マグネシウムに担持された遷移金属ハロゲン化合物によって代表されるチーグ

50

ラー型触媒は、例えば金型汚れおよび腐食を引き起こすことにより樹脂着色を増加させ得るハロゲン、特に塩化物、の有意な量を含む。チーグラー型触媒では、様々な添加剤、例えば、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、酸化亜鉛によって、ハロゲン種を封鎖するまたは不活性にする必要がある。これらの触媒系は、触媒残渣に結合する、有意な量の有機種も含む。チーグラー型触媒系によって生成されるポリマーには、その触媒系の有機残渣および任意の反応性ハロゲン含有化合物（例えば、遊離  $\text{TiCl}_x$  である）と反応させるために、およびこれらの材料をそのポリマーからパージすることまたはこれらの材料が他のスカベンジャーと反応することができるよう、使用前に水を添加することが多い。チーグラー型触媒系への水の添加は、塩化チタンの加水分解により、酸性種、例えば塩酸を生成することがあり、前記塩化チタンは、その樹脂からパージしなければ、または樹脂内での反応により封鎖しなければ、その樹脂内でさらに反応することがある。

10

#### 【0049】

クロム系触媒の固有の特徴は、（ポリマー中に含まれている）それらの残渣が本質的にハロゲンを含むしない、特に、金属ハロゲン化物を含むしないことである。クロム系触媒の触媒残渣としては、それぞれの触媒および対応する触媒分解生成物が挙げられる。クロム系触媒系について、触媒残渣は、典型的に、2 から 10 ppm の量で存在する（重量での全 Cr および Ti）。本質的に金属ハロゲン化物を含むしない他の触媒系も本発明において有用である。それらの触媒残渣にも、湿分または酸素と反応し得る  $\text{HCl}$  が本質的に一切ない。

20

#### 【0050】

本発明は、重合または共重合触媒が、クロム化合物、特にクロム化合物とチタン化合物の両方、を含むするとき、樹脂着色を減少させるために特に有用である。

#### 【0051】

図1を参照して、製造の際、クロム系触媒、エチレン、水素、ならびに場合によっては不活性ガスおよび/または液体、例えば  $\text{N}_2$ 、イソペンタン、ヘキサンを反応器に連続的に供給して、エチレンポリマーの重合を助長する。次に、そのエチレンポリマーを不活性雰囲気条件下でパージビンに移送し、その後、中間貯蔵ビンに移送する。その後、前記第一成分であるエチレンポリマーを押出機に移送して、ペレット化する。ペレット化前に、第二および第三成分をその押出機に添加し、エチレンポリマーである前記第一成分に溶融ブレンドする。前記第三成分は、好ましくは、液体形態である。そのようなペレット化技術は、一般に公知である。本高密度ポリエチレン組成物は、さらに溶融選別することができる。押出機内での溶融プロセスの後、それぞれの活性スクリーンが2から400（2から  $4 \times 10^{-5} \text{ m}$ ）、好ましくは2から300（2から  $3 \times 10^{-5} \text{ m}$ ）、および最も好ましくは2から70（2から  $7 \times 10^{-6} \text{ m}$ ）のマイクロメートル保持サイズを有する1つまたはそれ以上の活性スクリーン（1列より多くの列で配置）に、5から100  $\text{lb/h/in}^2$ （1.0から約20  $\text{kg/sec/m}^2$ ）の質量流束で、溶融組成物を通す。このようなさらなる溶融選別は、米国特許第6,485,662号に開示され、これは、それが溶融選別を開示している範囲を参照することにより、本明細書に取り入れられている。

30

40

#### 【0052】

図1を参照して、代替製造では、クロム系触媒、エチレン、場合によっては1つまたはそれ以上のアルファ-オレフィンモノマー、水素、ならびに場合によっては不活性ガスおよび/または液体、例えば、 $\text{N}_2$ 、イソペンタン、ヘキサンを反応容器に連続的に供給して、1つまたはそれ以上のアルファ-オレフィンモノマーの存在下でのエチレンの重合を助長する。次に、そのエチレンポリマーを不活性雰囲気条件下でパージビンに移送し、その後、中間貯蔵ビンに移送する。その後、前記第一成分であるエチレンポリマーを押出機に移送して、ペレット化する。ペレット化前に、第二および第三成分をその押出機に添加し、エチレンポリマーである前記第一成分に溶融ブレンドする。前記第三成分は、好ましくは、液体形態である。そのようなペレット化技術は、一般に公知である。本高密度

50

ポリエチレン組成物は、さらに溶融選別することができる。押出機内での溶融プロセスの後、それぞれの活性スクリーンが2から400(2から $4 \times 10^{-5}$  m)、好ましくは2から300(2から $3 \times 10^{-5}$  m)、および最も好ましくは2から70(2から $7 \times 10^{-6}$  m)のマイクロメートル保持サイズを有する1つまたはそれ以上の活性スクリーン(1列より多くの列で配置)に、5から100 lb/時/in<sup>2</sup>(1.0から約20 kg/秒/m<sup>2</sup>)の質量流束で、溶融組成物を通す。このようなさらなる溶融選別は、米国特許第6,485,662号に開示され、これは、それが溶融選別を開示している範囲を参照することにより、本明細書に取り入れられている。

#### 【0053】

前記第二成分は、任意の方法によって、前記第一成分に添加し、ブレンドすることができる。好ましくは、前記第二成分を(ミキサーまたは押出機)ミキサーシステム、例えば押出機またはペレット成形機、に直接添加し、前記第一成分にブレンドする。前記第二成分を、例えば注入口を通して押出機に沿って、前記第一成分に直接添加し、その後、その第一成分にブレンドすることができる。代案では、前記第二成分を第一成分と共に押出機の供給口に添加し、その後、その第一成分にブレンドすることができる。

10

#### 【0054】

前記第三成分は、任意の方法によって、前記第一成分に添加し、ブレンドすることができる。好ましくは、前記第三成分を液体としてミキサーシステム、例えば押出機またはペレット成形機、に直接添加し、前記第一成分にブレンドする。前記第三成分を、例えば注入口を通して押出機に沿って、前記第一成分に直接添加し、その後、その第一成分にブレンドすることができる。代案では、前記第三成分を第一成分と共に押出機の供給口に添加し、その後、その第一成分にブレンドすることができる。

20

#### 【0055】

好ましくは、本発明の高密度ポリエチレン組成物には、任意のHCA(3-(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン酸)が本質的になく、HCAは、加工の面での困難、例えば金型ベント内へのこの化合物の残留集積を招くことがあり、ならびに最終樹脂特性、例えば味および臭気特性、にマイナス影響を及ぼすことがある。

#### 【0056】

本発明の高密度ポリエチレン組成物を使用して、容器などの物品、例えば、牛乳びん、ジュースのびん、水用ボトルおよび飲料用ボトルを製造することができる。

30

#### 【0057】

種々の技術を利用して、そのような容器を製造することができる。そのような技術としては、射出ブロー成形、ブロー成形、共押出ブロー成形、射出成形、射出延伸ブロー成形、圧縮成形、押出、引抜成形、および圧延が挙げられるが、これらに限定されない。そのような技術は、一般に周知である。好ましい転化技術としては、射出ブロー成形、圧縮成形および射出成形が挙げられる。本発明の高密度ポリエチレン組成物を含む容器は、低減された黄色度指数によって証明される改善された透明度を示す。本発明の物品は、ASTM D-6290による任意の黄色度指数を有することができ；例えば、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で0時間の促進老化で約-2.5未満の任意の黄色度指数を有することができ；または代案では、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で10時間の促進老化で約-2.5未満の任意の黄色度指数を有することができ；または代案では、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で20時間の促進老化で約-2.5未満の任意の黄色度指数を有することができ；または代案では、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で30時間の促進老化で約-2.5未満の任意の黄色度指数を有することができ；または代案では、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で10時間の促進老化で約-2.5未満の任意の黄色度指数を有することができ；または代案では、本発明の物品は、ASTM D-6290に従って100で0時間の促進老化と100で2時間の促進老化の間で(0.18X-4.94)未満であるまたは(0.18X-4.94)である任意の黄色度指数を有することができ、この場合のXは、オープン内で100での促進

40

50

老化時間の数または分数である。

【0058】

試験方法

試験方法としては、次のものが挙げられる：

【0059】

密度は、イソプロパノール中で、ASTM D - 792 - 03、方法Bに従って測定した。

【0060】

メルトインデックス ( $I_{21}$ ) は、サンプルを7分ではなく5分間予熱したことを除き、ASTM D - 1238 - 03に従って21.6 kgの荷重下、190 で測定した。

10

【0061】

黄色度指数は、BYK - Gardner Colorview装置を使用して、ASTM D - 6290に従って測定した。正の数は、より高い黄色度である樹脂を指し、負が大きい数ほど低い黄色度を示す。

【実施例】

【0062】

以下の実施例は、本発明の例示的实施形態を例証するものであり、本発明の範囲を限定するためのものではない。本発明の実施例により、本発明の高密度ポリエチレン組成物が、低減された黄色度指数を達成するだけでなく、そのような低減された黄色度指数を、促進老化に付された後でさえ維持することも立証される。

20

【実施例1】

【0063】

実施例1は、次の手順に従って調製した：気相反応器を用意した。エチレン、水素、クロム系触媒、 $N_2$ 、イソペンタンおよびヘキサンを連続的にその反応器に供給した。気相反応器で重合反応を行い、それによって第一成分を生成した。この第一成分は、約0.961 g / cm<sup>3</sup>の密度および約0.8 g / 10分のメルトインデックス ( $I_2$ ) を有する、米国、ミシガン州のThe Dow (商標) Chemical Companyから商品名Unival (商標) DMDA - 6400 NT 7で市販もされている、高密度ポリエチレンホモポリマーである。その第一成分を不活性雰囲気条件下でバージビンに連続的に移送し、その後、中間貯蔵ビンに移送した。その後、その第一成分を押出機に移送してペレット化した。ペレット化前に、表Iに示すようにCarbowax (商標) 400およびIrganox (商標) 1076 (液体形態) である第二および第三成分を、その押出機に、注入口を通してその押出機に沿って添加し、前記エチレンポリマーである第一成分にブレンドした。ダイプレートを通してそのポリマーを押出し、ペレット化し、冷却した。実施例1の樹脂をそれらの特性について試験した。そうした特性を表IIおよび図2に示す。

30

【0064】

(比較例A)

比較例Aは、次の手順に従って調製した：気相反応器を用意した。エチレン、水素、クロム系触媒、 $N_2$ 、イソペンタンおよびヘキサンを連続的に反応器に供給した。気相反応器で重合反応を行い、それによって第一成分を生成した。この第一成分は、約0.961 g / cm<sup>3</sup>の密度および約0.8 g / 10分のメルトインデックス ( $I_2$ ) を有する高密度ポリエチレンホモポリマーである。その第一成分を不活性雰囲気条件下でバージビンに連続的に移送し、その後、中間貯蔵ビンに移送した。その後、その第一成分を押出機に移送してペレット化した。ペレット化前に、表IIに示すようにCarbowax (商標) 400およびIrganox (商標) 1010を、その押出機に、注入口を通してその押出機に沿って添加し、前記エチレンポリマーである第一成分にブレンドした。ダイプレートを通してそのポリマーを押出し、ペレット化し、冷却した。比較例Aの樹脂をそれらの特性について試験した。そうした特性を表IIおよび図2に示す。

40

【0065】

50

(比較例 B)

比較例 B は、次の手順に従って調製した：気相反応器を用意した。エチレン、水素、クロム系触媒、 $N_2$ 、イソペンタンおよびヘキサンを連続的に反応器に供給した。気相反応器で重合反応を行い、それによって第一成分を生成した。この第一成分は、約  $0.961 \text{ g/cm}^3$  の密度および約  $0.8 \text{ g/10分}$  のメルトインデックス ( $I_2$ ) を有する、米国、ミシガン州の The Dow (商標) Chemical Company から商品名 Univall (商標) DMDH-6400 NT 7 で市販もされている、高密度ポリエチレンホモポリマーである。その第一成分を不活性雰囲気条件下でバージンに連続的に移送し、その後、中間貯蔵ビンに移送した。その後、その第一成分を押出機に移送してペレット化した。ペレット化前に、表 I に示すように Irganox (商標) 1010 を、その押出機に、注入口を通してその押出機に沿って添加し、前記エチレンポリマーである第一成分にブレンドした。ダイプレートを通してそのポリマーを押出し、ペレット化し、冷却した。比較例 B の樹脂をそれらの特性について試験した。そうした特性を表 I I および図 2 に示す。

10

【0066】

【表 1】

表 I

	実施例 1	比較例 A	比較例 B
Carbowax (商標) 400 (ppm)	200	200	0
Irganox (商標) 1076 PPM	650	0	0
Irganox (商標) 1010 PPM	---	350	350

20

【0067】

30

【表 2】

表 I I

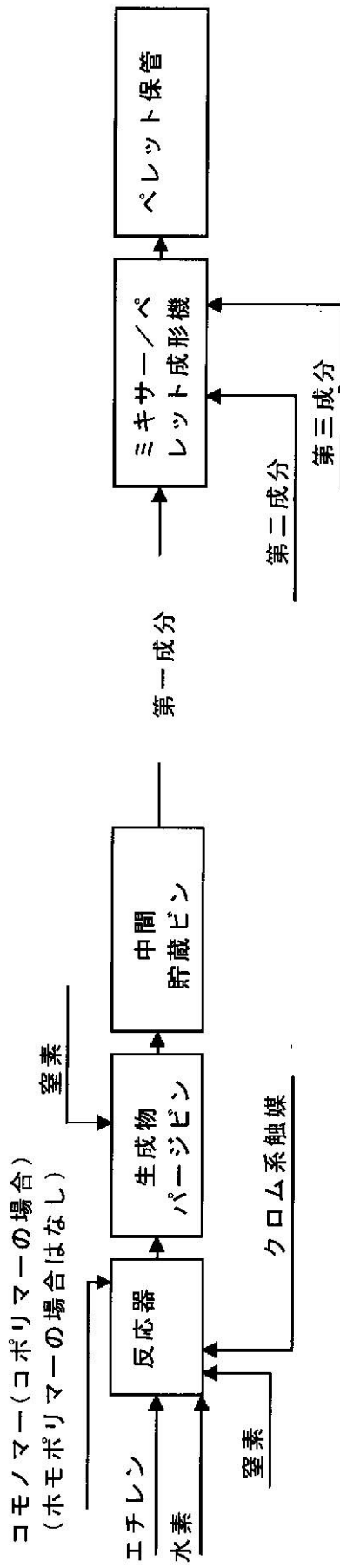
	実施例 1	比較例 A	比較例 B
0 時間での黄色度指数	-4.94	-3.61	-0.3
10 時間での黄色度指数	-4.55	-1.79	7.3
20 時間での黄色度指数	-4.31	-1.69	7.55
30 時間での黄色度指数	-4.19	-1.55	7.72

40

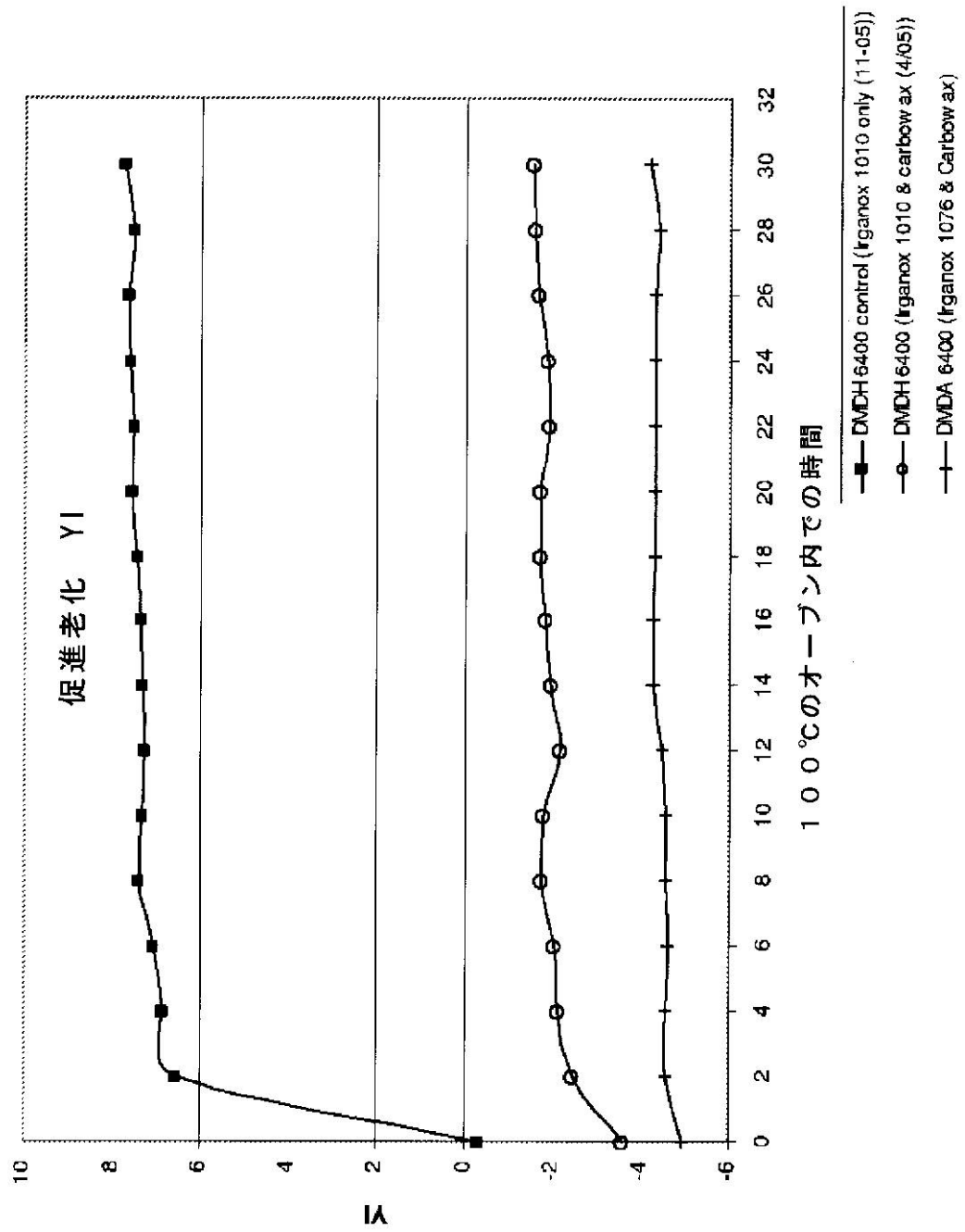


【図 1】

図 1



【図 2】



## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2007/074339

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> INV. C08L23/06 C08K5/00 C08K5/13 ADD. C08L71/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08L C08K		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E	WO 2007/106417 A (DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC [US]; MICHIE WILLIAM J JR [US]; HOGAN TODD) 20 September 2007 (2007-09-20) abstract; claims 1-35 page 21	1-22
X	US 5 378 747 A (DAS PARITOSH K [US] ET AL) 3 January 1995 (1995-01-03) abstract; claims 1-29 tables E-1	1-22
X	JP 05 186636 A (ASAHI DENKA KOGYO KK) 27 July 1993 (1993-07-27) abstract; claim 1	1,11-13, 20-22
X	US 2005/173819 A1 (SMITH ERIC R [US] ET AL) 11 August 2005 (2005-08-11) the whole document	1-22
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  2 January 2008		Date of mailing of the international search report  09/01/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Bergmans, Koen

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/US2007/074339

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2006/065651 A (DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC [US]; MICHIE WILLIAM J JR [US]; HOGAN TODD) 22 June 2006 (2006-06-22) the whole document page 13 -----	1-22

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2007/074339

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2007106417	A	20-09-2007	NONE	
US 5378747	A	03-01-1995	AT 140248 T	15-07-1996
			CA 2107855 A1	24-06-1994
			DE 69303590 D1	14-08-1996
			DE 69303590 T2	07-11-1996
			DK 604944 T3	05-08-1996
			EP 0604944 A1	06-07-1994
			ES 2089692 T3	01-10-1996
			HU 66776 A2	28-12-1994
			JP 3105723 B2	06-11-2000
			JP 6234891 A	23-08-1994
			NO 934846 A	29-06-1994
			SG 63587 A1	30-03-1999
JP 5186636	A	27-07-1993	JP 3069183 B2	24-07-2000
US 2005173819	A1	11-08-2005	WO 2005082600 A1	09-09-2005
WO 2006065651	A	22-06-2006	AR 052992 A1	18-04-2007
			AU 2005316788 A1	22-06-2006
			CA 2591662 A1	22-06-2006
			EP 1831303 A2	12-09-2007
			KR 20070100294 A	10-10-2007
			NO 20073199 B	13-09-2007

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 コストルニック, ナンシー

アメリカ合衆国 テキサス州 77019, ヒューストン, ベイリー ストリート 1720

(72)発明者 ホ, トイ, エイチ.

アメリカ合衆国 テキサス州 77566, レイク ジャクソン, オーキッド コート 54

(72)発明者 ナイリン, ケビン

カナダ国 アルバータ州 ティー4アール 2エイチ9, レッド ディアー, エバーソール クレセント 75

(72)発明者 ライト, デール

アメリカ合衆国 ウェストバージニア州 25304-2331, チャールストン, ワシントン  
アベニュー エスイー 5501

Fターム(参考) 4F070 AA13 AC37 AC84 AE03 FA03 FC05

4J002 BB021 CH022 EJ066 FD076