

【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 17 年 12 月 22 日 (2005.12.22)

【公表番号】特表 2004-526041(P2004-526041A)

【公表日】平成 16 年 8 月 26 日 (2004.8.26)

【年通号数】公開・登録公報 2004-033

【出願番号】特願 2002-587471(P2002-587471)

【国際特許分類第 7 版】

C 0 8 F 4/642

【F I】

C 0 8 F 4/642

【手続補正書】

【提出日】平成 17 年 5 月 2 日 (2005.5.2)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

プロピレン重合化触媒の製造方法において、四塩化チタン、マグネシウムジハライドに転化され得るマグネシウム含有化合物及び内部電子供与体の組合せを芳香族炭化水素溶媒中で形成し、ただし内部供与体がハロフタロイル誘導体であるとき該マグネシウム含有化合物はマグネシウムジアルコキシドではあり得ない、そして上記但し書きにより限定された該組合せを、高められた温度にまで至らせて中間生成物を形成すること；該中間生成物を芳香族炭化水素溶媒で高められた温度において洗浄して、洗浄された生成物及び上澄みを生成し、続いてそこから上澄みをデカントすること；該洗浄された生成物を芳香族炭化水素溶媒中で四塩化チタンにより処理して、処理された生成物及び上澄みを形成し、続いて該処理された生成物及び上澄みを加熱し、そこから上澄みをデカントし、そして該処理された生成物を芳香族炭化水素溶媒で高められた温度において洗浄すること；洗浄された生成物及び上澄みを生成し、続いてそこから上澄みをデカントすること；該洗浄された生成物を芳香族炭化水素溶媒中で四塩化チタンにより少なくとももう 1 回処理して、処理された生成物及び上澄みを生成し、続いて該処理された生成物及び上澄みの加熱、そこからの上澄みのデカンテーションを行うこと；及び脂肪族炭化水素溶媒の該処理された生成物への添加を行い、そこから溶媒をデカントして、プロピレン重合化触媒として使用され得る洗浄された生成物を形成することを含む方法。

【請求項 2】

脂肪族炭化水素溶媒の添加の結果生成する洗浄された生成物の形成後、該洗浄された生成物に鉱油が添加されて、プロピレン重合化触媒を含むスラリーを形成する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

複数回の洗浄において使用される芳香族炭化水素溶媒がアルキルベンゼン溶媒である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

マグネシウムジハライドに転化され得るマグネシウム含有化合物が、そのアルキル部分の中に約 12 までの炭素原子を含むマグネシウムクロロアルコキシドである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

内部電子供与体が、そのアルキル基の中に約 1 2 までの炭素原子を含むフタル酸エステルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

芳香族炭化水素溶媒がトルエンであって、マグネシウムクロロアルコキシドがマグネシウムクロロエトキシドである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

脂肪族溶媒がヘキサンである、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 8】

マグネシウムクロロアルコキシドがそのアルキル部分の中に 4 の炭素原子を含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 9】

フタル酸エステルがフタル酸ジイソブチルである、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 10】

芳香族炭化水素溶媒がトルエンであって、マグネシウムジハライドに転化され得るマグネシウム含有化合物がマグネシウムクロロアルコキシドであり、かつ内部電子供与体がそのアルキル基の中に約 1 2 までの炭素原子を含むフタル酸エステルである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

本質的にアルコキシ官能性のない、活性化されたアモルファスのマグネシウムジハライド支持体上に支持された少なくとも 1 のチタン—ハロゲン結合を有するチタン化合物を含む、プロピレンの重合化のための触媒であって、該触媒が以下の物理的パラメータ：チタンの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 2 % 未満；フタル酸エステルの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 10 % から約 25 %；フタル酸エステル対チタンモル比、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 0.9 から約 2；マグネシウムの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 14 % から約 23 %；マグネシウム対チタンのモル比、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 7 から約 30；表面積、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 250 m^2/g から約 500 m^2/g ；孔体積、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 0.2 cc/g から約 0.5 cc/g 、及び平均孔直径、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 50 オングストローム以下、を有する触媒。

【請求項 12】

本質的にアルコキシ官能性のない、活性化されたアモルファスのマグネシウムジハライド支持体上に支持された少なくとも 1 のチタン—ハロゲン結合を有するチタン化合物を含む、プロピレンの重合化のための触媒であって、該触媒は以下の物理的パラメータ：チタンの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 1 % から 2.0 % 未満；フタル酸エステルの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 10 % から約 20 %；フタル酸エステル対チタンモル比、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 1 から約 1.9；マグネシウムの重量百分率、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 18 % から約 21 %；マグネシウム対チタンのモル比、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 14 から約 29；表面積、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 300 m^2/g から約 500 m^2/g ；孔体積、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 0.2 cc/g から約 0.4 cc/g 、及び平均孔直径、 $\underline{\hspace{1cm}}$ 約 35 オングストローム以下、を有する触媒。

【請求項 13】

本質的にアルコキシ官能性のない、活性化されたアモルファスのマグネシウムジハライド支持体上に支持された少なくとも 1 のチタン—ハロゲン結合を有するチタン化合物を含む、プロピレンの重合化のための触媒であって、該触媒中のチタン金属含有量が、支持体及びフタル酸エステル供与体の重量に基づいて 2 重量 % 未満であって、該触媒の表面積が約 250 m^2/g ~ 約 500 m^2/g の範囲である触媒。

【請求項 14】

マグネシウムジハライド支持体が、そのアルキル部分の中に約 1 2 までの炭素原子を含むマグネシウムクロロアルコキシドから形成される、請求項 13 に記載の触媒。

【請求項 15】

フタル酸エステル供与体がそのアルキル基の中に約 1 2 までの炭素原子を含む、請求項 13 に記載の触媒。

【請求項 16】

請求項 11 ~ 15 のいずれか 1 項に記載の触媒の存在下、プロピレンを重合化することにより生成される、約 0.20 ppm 以下のチタンを含むポリプロピレン。

【請求項 17】

請求項 11～15 のいずれか 1 項に記載の触媒の存在下、プロピレンを重合化することにより生成される、約 0.15 ppm 以下のチタンを含むポリプロピレン。

【請求項 18】

請求項 11～15 のいずれか 1 項に記載の触媒の存在下、プロピレンを重合化することにより生成される、約 0.10 ppm 以下のチタンを含むポリプロピレン。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0002

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0002】

本発明は、プロピレン重合化触媒を生成する方法に関する。この方法は、一般的な用語において述べると、以下を含む。すなわち、四塩化チタン、マグネシウムジハライドに転化され得るマグネシウム含有化合物、例えばマグネシウムクロロアルコキシド、及び内部電子供与体、例えばフタル酸エステルとの組合せを芳香族炭化水素溶媒中で形成し、そして該組合せを高められた温度に至らせて中間生成物を生成し、例えばデカンテーションにより分離すること；該中間生成物を高められた温度において芳香族炭化水素溶媒で洗浄して、洗浄された生成物及び上澄みを生成し、続いてそこから上澄みをデカンテーションすること；該洗浄された生成物を芳香族炭化水素溶媒中で四塩化チタンで好ましくは 2 又は 3 回処理して、処理された生成物及び上澄みを形成し、続いて該処理された生成物及び上澄みを加熱し、そこから上澄みをデカンテーションして、前に述べたように、該処理された生成物を高められた温度において芳香族炭化水素溶媒で洗浄し、望まれる生成物を分離する（例えばやはりデカンテーションによる）こと；及び該処理された生成物へ脂肪族炭化水素溶媒を添加して、そこから溶媒をデカンテーションして、所望により鉱油を洗浄された生成物に添加して触媒を含むスラリーを形成した後に、プロピレン重合化触媒として使用され得るところの、洗浄された生成物を形成すること、を含む。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

前で述べられた工程から形成され得る触媒組成物は、ある実施態様においては物質の新規組成物であるようだ。それは本質的にアルコキシ官能性のない、活性化されたアモルファスのマグネシウムジハライド支持体上に支持された少なくとも 1 のチタン—ハロゲン結合を有するチタン化合物を含む。その最も広い実施態様において、該触媒組成物は、以下の物理的パラメータを有する。すなわち、チタンの重量百分率、約 1 % から約 4 % 未満；フタル酸エステルの重量百分率、約 10 % から約 25 %；フタル酸エステル対チタンモル比、約 0.9 から約 2；マグネシウムの重量百分率、約 14 % から約 23 %；マグネシウム対チタンのモル比、約 7 から約 30；表面積、約 250 m² / g から約 500 m² / g；孔体積、約 0.2 cc / g から約 0.5 cc / g、及び平均孔直径、約 50 オングストローム以下である。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 1 5 】

触媒組成物のより好ましい実施態様は、以下の物理的パラメータを有する。すなわち、チタンの重量%、約 2 . 0 % 未満、最も好ましくは約 1 % から約 2 . 5 % ；フタル酸エステルの重量%、約 1 0 % から約 2 0 % ；フタル酸エステル対チタンモル比、約 1 から約 1 . 9 ；マグネシウムの重量%、約 1 8 % から約 2 1 % ；マグネシウム対チタンモル比、約 1 4 から約 2 9 ；表面積、約 3 0 0 m² / g から約 5 0 0 m² / g ；孔体積、約 0 . 2 c c / g から約 0 . 4 c c / g ；及び平均孔直径、約 3 5 オングストローム以下である。