



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2011126139/04, 23.11.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
23.11.2009

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
25.11.2008 US 61/117,820

(43) Дата публикации заявки: 10.01.2013 Бюл. № 1

(45) Опубликовано: 27.01.2014 Бюл. № 3

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: EP 1746110 A1, 24.01.2007. US 20050239636 A1, 27.10.2005. US 20070191558 A1, 16.08.2007. US 20050054792 A1, 10.03.2005. US 20030087755 A1, 08.05.2003. US 20010039241 A1, 08.11.2001. US 4522930 A, 11.06.1985. US 4472524 A, 18.09.1984. WO 2005105858 A1, 10.11.2005. RU 2111975 C1, 27.05.1998. GB 630951 A, 24.10.1949. DJEROUROU BLANC: «Synthesis of (см. прод.)

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 27.06.2011

(86) Заявка РСТ:  
US 2009/065471 (23.11.2009)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2010/065361 (10.06.2010)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,  
ООО "Юридическая фирма Городисский и  
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной, рег.№ 517

(72) Автор(ы):

**ЧЭНЬ Линьфэн (US),  
ЛЕУНГ Так В. (US),  
ТАО Тао (US)**

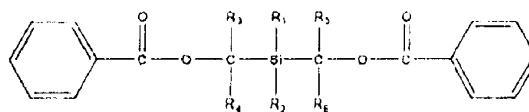
(73) Патентообладатель(и):

**ДАУ ГЛОБАЛ ТЕКНОЛОДЖИЗ  
ЭлЭлСи (US)****(54) КОМПОЗИЦИЯ ПРОКАТАЛИЗАТОРА, ВКЛЮЧАЮЩАЯ СИЛИЛОВЫЙ СЛОЖНЫЙ ЭФИР КАК ВНУТРЕННИЙ ДОНОР, А ТАКЖЕ СПОСОБ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области катализа. Описана композиция прокатализатора, включающая комбинацию из магниевого фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов, при этом внутренний донор электронов включает

силиловый сложный эфир, имеющий структуру:



где R<sub>3</sub>-R<sub>6</sub> представляют собой водород, R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> являются идентичными или различными и

каждый выбирают из группы, состоящей из атома водорода и C<sub>1-6</sub> алкильной группы. Описана композиция катализатора, включающая указанную выше композицию

прокатализатора и сокатализатор и ее использование в получении полимера на олефиновой основе. Технический результат - увеличение активности композиции катализатора. 3. н. и 4 з.п. ф-лы, 9 табл., 3 пр.

(56) (продолжение):

**optically active 2-sila 1,3-propanediols derivatives by enzymatic transesterification» TETRAHEDRON LETTERS Vol.32, no.44, 6325-6326, 22.07.1991.**

R U 2 5 0 5 5 4 8 C 2

R U 2 5 0 5 5 4 8 C 2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C08F 4/656* (2006.01)  
*C08F 10/00* (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2011126139/04, 23.11.2009

(24) Effective date for property rights:  
23.11.2009

Priority:

(30) Convention priority:  
25.11.2008 US 61/117,820

(43) Application published: 10.01.2013 Bull. 1

(45) Date of publication: 27.01.2014 Bull. 3

(85) Commencement of national phase: 27.06.2011

(86) PCT application:  
US 2009/065471 (23.11.2009)

(87) PCT publication:  
WO 2010/065361 (10.06.2010)

Mail address:

129090, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3, OOO  
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",  
pat.pov. E.E.Nazinoj, reg.№ 517

(72) Inventor(s):

**ChEhN' Lin'fehn (US),  
LEUNG Tak V. (US),  
TAO Tao (US)**

(73) Proprietor(s):

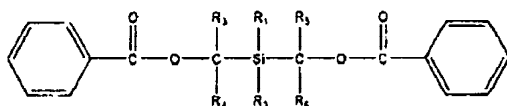
**DAU GLOBAL TEKNOLODZhIZ EhIEhISi (US)**

**(54) PROCATALYST COMPOSITION CONTAINING SILYL ESTER AS INTERNAL DONOR**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: described is a procatalyst composition which contains a combination of a magnesium fragment, a titanium fragment and an internal electron donor, wherein the internal electron donor includes a silyl ester, having the structure:



where  $R_3$ - $R_6$  denote hydrogen,  $R_1$  and  $R_2$  are identical or different and each is selected from a group consisting of a hydrogen atom and a  $C_{1-6}$  alkyl group. Described is a catalyst composition which includes said procatalyst composition and a cocatalyst and use thereof to produce an olefin-based polymer.

EFFECT: high activity of the catalyst composition.

7 cl, 9 tbl, 3 ex

## ПЕРЕКРЕСТНАЯ ССЫЛКА НА РОДСТВЕННУЮ ЗАЯВКУ

Настоящая заявка заявляет приоритет патентной заявки США с регистрационным номером 61/117820, поданной 25 ноября 2008 года, вся полнота содержания которой посредством ссылки включается в настоящий документ.

### УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

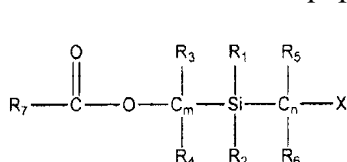
Настоящее описание изобретения относится к силиловым сложным эфирам и их включению в композиции катализаторов и к способу получения полимеров на олефиновой основе при использовании упомянутых композиций катализаторов.

Потребность в полимерах на олефиновой основе во всем мире продолжает нарастать, поскольку области применения данных полимеров становятся более разнообразными и более усложненными. Для получения полимеров на олефиновой основе известны композиции катализаторов Циглера-Натта. Композиции катализаторов Циглера-Натта обычно включают прокатализатор, содержащий галогенид переходного металла (то есть, титана, хрома, ванадия), сокатализатор, такой как алюминий-органическое соединение, и, необязательно, внешний донор электронов. Полимеры на олефиновой основе, полученные при использовании катализаторов Циглера-Натта, обычно характеризуются узким диапазоном молекулярно-массового распределения. С учетом непрерывного появления новых областей применения полимеров на олефиновой основе на современном уровне техники осознается потребность в полимерах на олефиновой основе, обладающих улучшенными и измененными свойствами. Желательными были бы композиции катализаторов Циглера-Натта для получения полимеров на олефиновой основе, характеризующихся широким молекулярно-массовым распределением.

### КРАТКОЕ ИЗЛОЖЕНИЕ СУЩНОСТИ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее описание изобретения относится к производным силиловых сложных эфиров и применению последних в композициях катализаторов. Содержащие силиловый сложный эфир композиции катализаторов согласно настоящему описанию демонстрируют высокую активность и позволяют получать полимеры на олефиновой основе, характеризующиеся широким молекулярно-массовым распределением и улучшенным модулем упругости при изгибе, при одновременном сохранении высокой изотактичности.

В одном варианте осуществления предлагается силиловый сложный эфир. Силиловый сложный эфир обладает структурой (I):

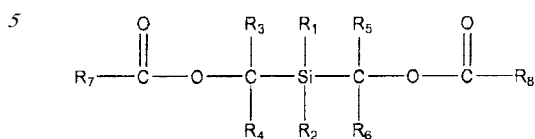


где m и n, каждый, представляют собой целое число в диапазоне от 1 до 5. Символы m и n, каждый, означают гидрокарбил, содержащий то же самое количество атомов углерода. R<sub>1</sub>-R<sub>7</sub> являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода, замещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, незамещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, и их комбинаций. X представляет собой электронодонорную группу, содержащую атом (атомы) O, S, N и/или P.

В одном варианте осуществления R<sub>7</sub> представляет собой группу, содержащую бензольное кольцо. Группа, содержащая бензольное кольцо, необязательно может быть замещенной одним или несколькими представителями из следующих далее: C<sub>1-20</sub> алкильная группа, C<sub>1-20</sub> алкоксигруппа, C<sub>1-20</sub> алкоксикарбонильная группа, атом

галогена и любые их комбинации.

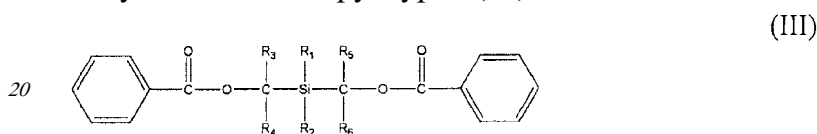
В одном варианте осуществления предлагается силиловый диольный сложный эфир. Силиловый диольный сложный эфир обладает следующей далее структурой (II):



10 где  $\text{R}_1-\text{R}_8$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода, замещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, незамещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, и их комбинаций.

15 В одном варианте осуществления один или оба  $\text{R}_7$  и  $\text{R}_8$  представляют собой бензолсодержащую группу.

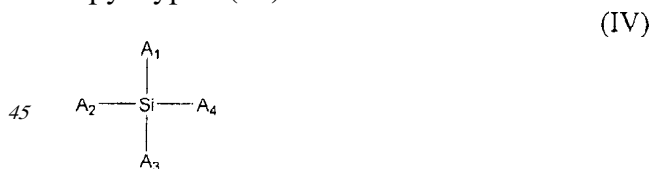
В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир обладает следующей далее структурой (III):



25 где  $\text{R}_3-\text{R}_6$  представляют собой водород,  $\text{R}_1$  и  $\text{R}_2$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода и  $\text{C}_1-\text{C}_6$  алкильной группы. В одном дополнительном варианте осуществления, каждый из  $\text{R}_1$  и  $\text{R}_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций.

30 В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир обладает структурой (III), где каждый из  $\text{R}_1-\text{R}_6$  выбирают из водорода и  $\text{C}_1-\text{C}_6$  алкильной группы. В одном дополнительном варианте осуществления каждый из  $\text{R}_1$  и  $\text{R}_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций, а  $\text{R}_3-\text{R}_6$  представляют собой метил. В еще одном варианте осуществления каждый из  $\text{R}_1$  и  $\text{R}_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций,  $\text{R}_3$  и  $\text{R}_5$  представляют собой метил, а  $\text{R}_4$  и  $\text{R}_6$  представляют собой водород.

35 Настоящее описание изобретения предлагает способ получения силилового диольного сложного эфира. В одном варианте осуществления способ получения силилового диольного сложного эфира включает проведение реакции между солью карбоновой кислоты и диалкилсиланом, обладающим приведенной ниже структурой (IV):

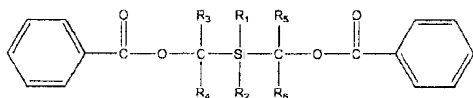


50 где  $\text{A}_1$  и  $\text{A}_2$  являются идентичными или различными, и каждый представляет собой галогенгидрокарбильную группу, содержащую от 1 до 20 атомов углерода.  $\text{R}_3$  и  $\text{R}_4$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода и гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода.

Способ дополнительно включает получение силилового диольного сложного эфира. В одном варианте осуществления способ включает получение силилового

диольного сложного эфира, обладающего приведенной ниже структурой (III).

(III)



5

Заместителями R<sub>1</sub>-R<sub>6</sub> может быть любой заместитель, описывавшийся для приведенной выше структуры (III).

10

В одном варианте осуществления предлагается способ получения композиции прокатализатора. Способ включает взаимодействие силилового сложного эфира, предшественника прокатализатора и галогенирующего агента. Реакция протекает в реакционной смеси. Способ дополнительно включает получение композиции прокатализатора. Композиция прокатализатора включает комбинацию из магниевого фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов. Внутренний донор электронов включает силиловый сложный эфир.

15

В одном варианте осуществления предлагается еще один способ получения композиции прокатализатора. Способ включает проведение реакции для 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоата, бензоатсодержащего магниевого предшественника и галогенирующего агента. Реакция протекает в реакционной смеси. Способ включает получение композиции прокатализатора, которая включает комбинацию из магниевого фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов. Внутренний донор электронов включает этилбензоат и 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоат.

20

В одном варианте осуществления предлагается композиция прокатализатора. Композиция прокатализатора включает комбинацию из магниевого фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов. Внутренний донор электронов включает силиловый сложный эфир. Силиловый сложный эфир может обладать структурой (I), (II) или (III).

25

В одном варианте осуществления предлагается композиция катализатора. Композиция катализатора включает силиловый сложный эфир. Композиция катализатора также включает сокатализатор. Композиция катализатора необязательно может включать внешний донор электронов и/или агент, ограничивающий активность.

30

В одном варианте осуществления предлагается способ получения полимера на олефиновой основе. Способ включает введение в условиях проведения полимеризации, по меньшей мере, одного олефина в контакт с композицией катализатора. Композиция катализатора включает силиловый сложный эфир. Способ также включает получение полимера на олефиновой основе.

40

Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в предложении улучшенной композиции прокатализатора.

45

Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в предложении улучшенной композиции катализатора.

Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в предложении силилового сложного эфира, подходящего для использования в качестве внутреннего донора электронов.

50

Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в предложении силилового диольного сложного эфира, подходящего для использования в качестве внутреннего донора электронов.

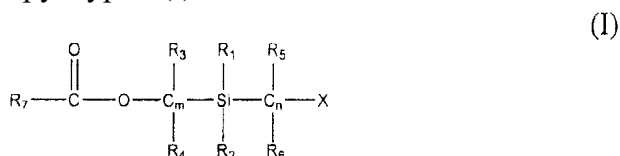
Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в

предложении композиции прокатализатора, включающей силиловый сложный эфир и/или силиловый диольный сложный эфир, которая обеспечивает получение полимеров на олефиновой основе, обладающих улучшенными свойствами.

Одно из преимуществ настоящего описания изобретения заключается в предложении композиции катализатора, включающей силиловый сложный эфир и/или силиловый диольный сложный эфир, которая обеспечивает получение полимера на олефиновой основе, характеризующегося широким молекулярно-массовым распределением и/или улучшенным модулем упругости при изгибе и/или высокой изотактичностью.

### ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ

В одном варианте осуществления настоящее описание изобретения относится к производному силилового сложного эфира, обладающему приведенной ниже структурой (I).



Буквы «m» и «n», каждая, представляют собой целое число в диапазоне от 1 до 5, при этом m и n являются идентичными или различными, причем m и n, каждая, обозначает количество атомов углерода в соответствующей углеродной цепи. Необходимо понимать то, что каждый добавочный атом углерода в углеродной цепи C<sub>m</sub> и/или углеродной цепи C<sub>n</sub> может включать один или несколько заместителей (заместитель) R'. Заместитель (заместители) R' может представлять собой водород или замещенную/незамещенную гидрокарбильную группу, содержащую от 1 до 20 атомов углерода.

Заместители R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub> и R<sub>7</sub> могут быть идентичными или различными. R<sub>1</sub>-R<sub>7</sub> выбирают из водорода, замещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, незамещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, и их комбинаций. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «гидрокарбил» и «углеводород» относится к заместителям, содержащим только атомы водорода и углерода, в том числе разветвленным или неразветвленным, насыщенным или ненасыщенным, циклическим, полициклическим или ациклическим разновидностям и их комбинациям. Неограничивающие примеры гидрокарбильных групп включают алкильные, циклоалкильные, алкенильные, алкадиенильные, циклоалкенильные, циклоалкадиенильные, арильные, аралкильные, алкиларильные и алкинильные группы.

В соответствии с использованием в настоящем документе термины «замещенный гидрокарбил» и «замещенный углеводород» относятся к гидрокарбильной группе, которая является замещенной одной или несколькими группами негидрокарбильных заместителей. Одним неограничивающим примером группы негидрокарбильного заместителя является гетероатом. В соответствии с использованием в настоящем документе «гетероатом» относится к атому, отличному от углерода или водорода. Гетероатом может представлять собой неуглеродный атом из групп IV, V, VI и VII периодической таблицы. Неограничивающие примеры гетероатомов включают: F, Cl, Br, N, O, P, B, S и Si. В соответствии с использованием в настоящем документе термин «галогенгидрокарбил» относится к гидрокарбилу, который является замещенным одним или несколькими атомами галогена.

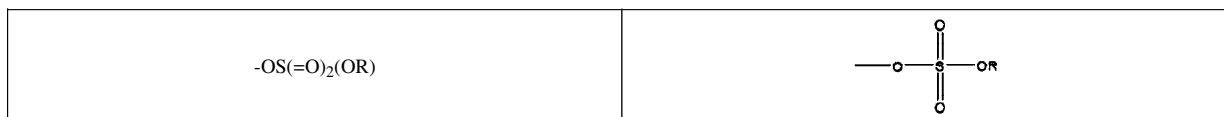
Символ «X» в структуре (I) представляет собой электронодонорную группу. Термин «электронодонорная группа» относится к функциональной группе, которая способна отдавать одну или несколько пар электронов атому (атомам) металла. Неограничивающие примеры подходящих электронодонорных групп включают -C(=O)OR, -O(O=)CR, -(O=)CNHR, -(O=)CNRR', -NH(O=)CR, -NR'(O=)CR, -C(=O)R, -OR, -NHR, -NR'R, -SR, -OP(OR')(OR), -S(=O)R, -S(=O)<sub>2</sub>R, -OS(=O)<sub>2</sub>(OR) и их комбинации. R и R' электронодонорной группы X могут представлять собой замещенную или незамещенную гидрокарбильную группу, содержащую от 1 до 20 атомов углерода.

Структура каждой из вышеупомянутых электронодонорных групп представлена в приведенной ниже Таблице 1.

		Таблица 1
Сокращение	Структура	
-C(=O)OR		
-O(O=)CR		
-(O=)CNHR		
-O(O=)CNRR'		
-NH(O=)CR		
-NR'(O=)CR		
-C(=O)R		

Сокращение	Структура	
-OR		
-NHR		
-NR'R		
-SR		
-OP(OR')(OR)		
-S(=O)R		
-S(=O) <sub>2</sub> R		



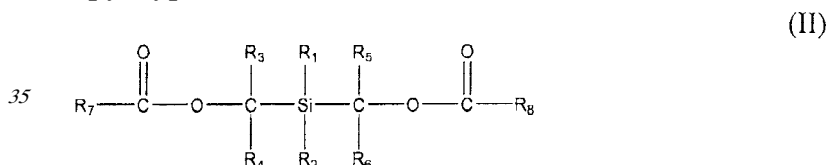


5 В одном варианте осуществления силиловый сложный эфир включает R<sub>7</sub>, который представляет собой группу, содержащую бензольное кольцо. В соответствии с использованием в настоящем документе «группа, содержащая бензольное кольцо» представляет собой компонент, который включает одно или несколько бензольных колец. Неограничивающие примеры подходящих групп, содержащих бензольное  
10 кольцо, включают одиночные бензольные группы, такие как фенильные группы, и множественные и/или конденсированные бензольные группы, такие как нафтильные группы. Группа, содержащая бензольное кольцо, необязательно может быть замещенной одним или несколькими представителями из следующих далее: C<sub>1-20</sub>  
15 алкильная группа (группы), C<sub>1-20</sub> алкоксигруппа (группы), C<sub>1-20</sub> алкоксикарбонильная группа (группы), атом (атомы) галогена и любая их комбинация.

В одном варианте осуществления силиловый сложный эфир включает R<sub>7</sub>, который представляет собой фенильную группу. R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> являются идентичными или  
20 различными. R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub>, каждый, выбирают из водорода, C<sub>1-6</sub> алкильной группы и их комбинаций. Неограничивающие примеры C<sub>1-6</sub> алкильных групп включают метильную, этильную, n-пропильную, изопропильную, изобутильную, n-бутильную, трет-бутильную, n-пентильную и n-гексильную группы.

25 В одном варианте осуществления силиловый сложный эфир включает R<sub>7</sub>, который представляет собой фенильную группу, R<sub>3</sub>-R<sub>6</sub> представляют собой водород, а R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода, C<sub>1-6</sub> алкильной группы и их комбинаций.

30 В одном варианте осуществления настоящее описание изобретения предлагает силиловый диольный сложный эфир. Силиловый диольный сложный эфир обладает структурой (II):



где R<sub>1</sub>-R<sub>8</sub> являются идентичными или различными. Каждый из R<sub>1</sub>-R<sub>8</sub> выбирают из  
40 водорода, замещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, незамещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, и их комбинаций.

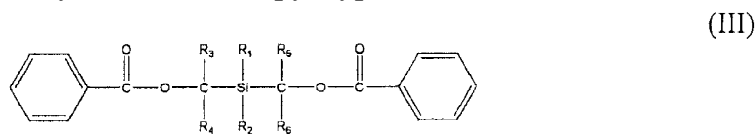
В одном варианте осуществления R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub> могут быть идентичными или  
45 различными. Каждый из R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub> выбирают из группы, содержащей бензольное кольцо. Группа, содержащая бензольное кольцо, необязательно может быть замещенной одним или несколькими представителями из следующих далее: C<sub>1-20</sub> алкильная группа (группы), C<sub>1-20</sub> алкоксигруппа (группы), C<sub>1-20</sub> алкоксикарбонильная группа (группы), атом (атомы) галогена и любая их комбинация.

50 В одном варианте осуществления R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> могут быть идентичными или различными. Каждый из R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> выбирают из водорода, C<sub>1-6</sub> алкильной группы и их комбинаций.

В одном варианте осуществления R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub>, каждый, представляют собой фенильную

группу.  $R_1$ - $R_6$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода,  $C_1$ - $C_6$  алкильной группы и их комбинаций.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир обладает следующей далее структурой (III):



где  $R_1$ - $R_6$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода,  $C_1$ - $C_6$  алкильной группы и их комбинаций.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает  $R_1$  и  $R_2$ , которые являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода или  $C_1$ - $C_6$  алкильной группы. Каждый из  $R_3$ - $R_6$  представляет собой водород.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает  $R_1$  и  $R_2$ , которые являются идентичными или различными. Каждый из  $R_1$  и  $R_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Каждый из  $R_3$ - $R_6$  представляет собой водород.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает  $R_1$  и  $R_2$ , которые являются идентичными или различными. Каждый из  $R_1$  и  $R_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Каждый из  $R_3$ - $R_6$  представляет собой метил.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает  $R_1$  и  $R_2$ , которые являются идентичными или различными. Каждый из  $R_1$  и  $R_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Каждый из  $R_3$  и  $R_5$  представляет собой метил. Каждый из  $R_4$  и  $R_6$  представляет собой водород.

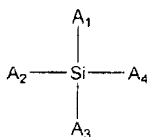
Неограничивающие примеры силилового диольного сложного эфира представлены ниже в Таблице 2.

Таблица 2	
Наименование	Структура
Бис(бензоилокси)диметилсилан	
Бис(бензоилокси)диэтилсилан	
Бис(бензоилокси)этилметилсилан	
Бис(бензоилокси)изобутилметилсилан	

В одном варианте осуществления предлагается способ получения силилового диольного сложного эфира. Способ включает проведение реакции между солью карбоновой кислоты и диалкилсиланом, обладающим описываемой ниже

структурой (IV).

(IV)



5

где  $A_1$  и  $A_2$  являются идентичными или различными, и каждый представляет собой галогенгидрокарбильную группу, содержащую от 1 до 20 атомов углерода.  $A_3$  и  $A_4$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода и гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода.

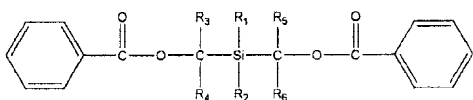
10

Реакция между солью карбоновой кислоты и диалкилсиланом, обладающим структурой (IV), приводит к образованию силилового диольного сложного эфира. Соль карбоновой кислоты может представлять собой карбоксилат натрия или карбоксилат калия. В одном варианте осуществления соль карбоновой кислоты представляет собой бензоат калия.

15

В одном варианте осуществления способ включает получение силилового диольного сложного эфира, обладающего приведенной ниже структурой (III):

(III)



20

где  $R_3$ - $R_6$  представляют собой водород,  $R_1$  и  $R_2$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Неограничивающие примеры силиловых диольных сложных эфиров, полученных по настоящему способу, обнаруживаются в Таблице 2.

25

Одно преимущество вышеупомянутых производных силилового сложного эфира и силилового диольного сложного эфира заключается в возможности их включения в композиции прокатализатора и/или композиции катализатора в целях получения полимеров на олефиновой основе, обладающих улучшенными свойствами.

30

Силиловый сложный эфир может включать два и более варианта осуществления, описываемых в настоящем документе.

35

В одном варианте осуществления предлагается способ получения композиции прокатализатора. Способ включает проведение реакции для силилового сложного эфира, предшественника прокатализатора и галогенирующего агента. Реакция может протекать в реакционной смеси. Способ включает получение композиции прокатализатора. Композиция прокатализатора включает магниевый фрагмент, титановый фрагмент и внутренний донор электронов. Внутренний донор электронов включает силиловый сложный эфир.

40

Предшественник прокатализатора может включать (i) магний; (ii) соединение переходного металла для элемента из групп периодической таблицы от IV до VIII; (iii) галогенид, оксигалогенид и/или алкоксид (i) и/или (ii); и (iv) комбинации из (i), (ii) и (iii). Неограничивающие примеры подходящих предшественников прокатализаторов включают галогениды, оксигалогениды и алкоксиды магния, марганца, титана, ванадия, хрома, молибдена, циркония, гафния и их комбинации.

45

На современном уровне техники известны различные способы получения предшественников прокатализаторов. Данные способы, помимо прочего, описываются в документах US-A-6825146, 5034361; 5082907; 5151399; 5229342; 5106806; 5146028; 5066737; 5077357; 4442276; 4540679; 4547476; 4460701; 4816433; 4829037;

50

4927797; 4990479; 5066738; 5028671; 5153158; 5247031; 5247032 и в других документах. В одном варианте осуществления получение предшественника прокатализатора включает галогенирование смешанных алкоксидов магния и титана и может включать использование одного или нескольких соединений, называемых «вырезающими агентами», которые способствуют образованию специфических низкомолекулярных композиций желательной морфологии. Неограничивающие примеры подходящих вырезающих агентов включают триалкилбораты, в особенности триэтилборат, фенольные соединения, в особенности крезол, и силаны.

В одном варианте осуществления предшественник прокатализатора представляет собой производное магниевого фрагмента (MagMo), смешанное соединение магния-титана (MagTi) или бензоатсодержащее производное хлорида магния (BenMag). В одном варианте осуществления предшественником прокатализатора является предшественник магниевого фрагмента («MagMo»). Предшественник MagMo содержит магний в качестве единственного металлического компонента.

«Предшественник MagMo» включает магниевый фрагмент. Неограничивающие примеры подходящих магниевых фрагментов включают безводный хлорид магния и/или его спиртовой аддукт, алкоксид или арилоксид магния, смешанный алкоксигалогенид магния и/или карбоксилированный диалкоксид или арилоксид магния. В одном варианте осуществления предшественник MagMo представляет собой ди(C<sub>1-4</sub>)алкоксид магния. В одном дополнительном варианте осуществления предшественник MagMo представляет собой диэтоксимагний.

В одном варианте осуществления предшественник прокатализатора представляет собой смешанное соединение магния/титана («MagTi»). «Предшественник MagTi» описывается формулой  $Mg_dTi(OR^e)_fX_g$ , где R<sup>e</sup> представляет собой алифатический или ароматический углеводородный радикал, содержащий от 1 до 14 атомов углерода, или COR', где R' представляет собой алифатический или ароматический углеводородный радикал, содержащий от 1 до 14 атомов углерода; каждая группа OR<sup>e</sup> является идентичной другим или отличной от них; X независимо представляет собой хлор, бром или иод, предпочтительно хлор; d находится в диапазоне от 0,5 до 56 или от 2 до 4; f находится в диапазоне от 2 до 116 или от 5 до 15; a g находится в диапазоне от 0,5 до 116 или от 1 до 3. Предшественники получают при контролируемом осаждении в результате удаления спирта из реакционной смеси, используемой при их получении. В одном варианте осуществления реакционная среда содержит смесь ароматической жидкости, в особенности хлорированного ароматического соединения, в самом особенном случае хлорбензола, с алканолом, в особенности этанолом.

Подходящие галогенирующие агенты включают тетрабромид титана, тетрахлорид титана или трихлорид титана, в особенности тетрахлорид титана. Удаление алканола из раствора, использующегося при галогенировании, в результате приводит к осаждению твердого предшественника, характеризующегося в особенности желательными морфологией и площадью удельной поверхности. Кроме того, получающиеся в результате предшественники являются в особенности однородными по размеру частиц.

В одном варианте осуществления предшественник прокатализатора представляет собой материал бензоатсодержащего хлорида магния («BenMag»). В соответствии с использованием в настоящем документе «бензоатсодержащий хлорид магния» («BenMag») может представлять собой прокатализатор (то есть, галогенированный предшественник прокатализатора), содержащий бензоатный внутренний донор электронов. Материал BenMag также может включать титановый фрагмент, такой как

галогенид титана. Бензоатный внутренний донор электронов является лабильным и может быть замещен другими донорами электронов во время синтеза прокатализатора. Неограничивающие примеры подходящих бензоатных групп включают этилбензоат, метилбензоат, этил(п-метоксибензоат), метил(п-этоксibenзоат), этил(п-этоксibenзоат), этил(п-хлорбензоат). В одном варианте осуществления бензоатная группа представляет собой этилбензоат. Как к удивлению и неожиданно установили, без намерения связывать себя какой-либо конкретной теорией, предшественник прокатализатора VenMag во время получения композиции твердого прокатализатора ингибирует или другим образом предотвращает разложение силилового сложного эфира настоящей композиции (композиций) прокатализатора. Неограничивающие примеры подходящих предшественников прокатализатора VenMag включают катализаторы, имеющие торговые наименования SHAC™ 103 и SHAC™ 310 и доступные в компании The Dow Chemical Company, Мидленд, Мичиган.

Настоящая композиция прокатализатора также включает и внутренний донор электронов. В соответствии с использованием в настоящем документе «внутренний донор электронов» представляет собой соединение, добавленное во время получения композиции прокатализатора, которое представляет пару электронов одному или нескольким металлам, присутствующим в получающейся в результате композиции прокатализатора. Как можно себе представить, без связывания себя какой-либо конкретной теорией, внутренний донор электронов способствует регулированию образования активных центров, тем самым, улучшая стереоселективность катализатора. Внутренний донор электронов представляет собой один или несколько любых силиловых сложных эфиров и/или силиловых диольных сложных эфиров, обладающих описывавшимися выше структурами (I)-(III).

В одном варианте осуществления молярное соотношение между магнием и внутренним донором электронов находится в диапазоне от приблизительно 100:1 до приблизительно 1:1 или от приблизительно 30:1 до приблизительно 2:1 или от приблизительно 15:1 до приблизительно 3:1.

В одном варианте осуществления предшественника прокатализатора превращают в твердый прокатализатор в результате галогенирования. Галогенирование включает введение предшественника прокатализатора в контакт с галогенирующим агентом в присутствии внутреннего донора электронов. Данные компоненты образуют реакционную смесь. Галогенирование превращает магниевый фрагмент, присутствующий в предшественнике прокатализатора, в носитель галогенид магния, на который осаждают титановый фрагмент (такой как галогенид титана). Как можно себе представить без желания связывать себя какой-либо конкретной теорией, во время галогенирования внутренний донор электронов (1) регулирует положение титана на носителе на магниевой основе, (2) облегчает превращение магниевого и титанового фрагментов в соответствующие галогениды и (3) регулирует размер кристаллита носителя галогенида магния во время превращения. Таким образом, наличие внутреннего донора электронов обеспечивает получение композиции прокатализатора, характеризующейся стереоселективностью.

В одном варианте осуществления галогенирующий агент представляет собой галогенид титана, описываемый формулой  $Ti(OR^e)_fX_h$ , где  $R^e$  и  $X$  представляют собой то, что было определено выше,  $f$  представляет собой целое число в диапазоне от 0 до 3;  $h$  представляет собой целое число в диапазоне от 1 до 4; и  $f+h$  составляет 4. В одном варианте осуществления галогенирующий агент представляет собой  $TiCl_4$ . В

одном дополнительном варианте осуществления галогенирование проводят в реакционной смеси, которая включает хлорированную или нехлорированную ароматическую жидкость, такую как дихлорбензол, о-хлортолуол, хлорбензол, бензол, толуол или ксилол. В еще одном другом варианте осуществления галогенирование  
5 проводят при использовании смеси из галогенирующего агента и хлорированной ароматической жидкости, содержащей от 40 до 60 объемных процентов галогенирующего агента, такого как  $TiCl_4$ .

В одном варианте осуществления во время галогенирования реакционную смесь  
10 нагревают. Предшественника прокатализатора и галогенирующий агент первоначально вводят в контакт при температуре в диапазоне от  $0^\circ C$  до  $60^\circ C$  или от  $20^\circ C$  до  $30^\circ C$  и нагревание начинают со скоростью в диапазоне от 0,1 до  $10,0^\circ C/минута$  или со скоростью в диапазоне от 1,0 до  $5,0^\circ C/минута$ . Внутренний донор электронов может быть добавлен позже, после начального периода контакта  
15 между галогенирующим агентом и предшественником прокатализатора. Температуры для галогенирования находятся в диапазоне от  $60^\circ C$  до  $150^\circ C$  (или соответствуют любым значению или поддиапазону в промежутке между ними) или от  $90^\circ C$  до  $120^\circ C$ . Галогенирование может быть продолжено по существу в отсутствие внутреннего донора электронов в течение периода времени в диапазоне от 5 до 60 минут или от 10 до 50 минут.

Способ, по которому предшественника прокатализатора, галогенирующий агент и внутренний донор электронов вводят в контакт, может варьироваться. В одном варианте осуществления предшественник прокатализатора сначала вводят в контакт  
25 со смесью, содержащей галогенирующий агент и хлорированное ароматическое соединение. Получающуюся в результате смесь перемешивают и при желании могут нагреть. После этого к той же самой реакционной смеси без выделения или извлечения предшественника добавляют внутренний донор электронов. Вышеупомянутый процесс может быть проведен в одном реакторе при добавлении различных  
30 ингредиентов, контролируемом при использовании автоматизированного управления технологическим процессом.

Времена введения в контакт предшественника прокатализатора и внутреннего донора электронов составляют, по меньшей мере, 10 минут или, по меньшей мере, 15 минут или, по меньшей мере, 20 минут или, по меньшей мере, 1 час при температуре от, по меньшей мере,  $25^\circ C$  или, по меньшей мере,  $50^\circ C$  или, по меньшей мере,  $60^\circ C$  вплоть до температуры  $150^\circ C$  или вплоть до  $120^\circ C$  или вплоть до  $115^\circ C$  или вплоть до  $110^\circ C$ .

Методика галогенирования при желании может быть повторена один, два, три и более раз. В одном варианте осуществления получающийся в результате твердый материал из реакционной смеси извлекают и один или несколько раз в отсутствие (или в присутствии) идентичных (или отличных) компонентов внутреннего донора электронов вводят в контакт со смесью галогенирующего агента в хлорированном  
45 ароматическом соединении в течение, по меньшей мере, приблизительно 10 минут или, по меньшей мере, приблизительно 15 минут или, по меньшей мере, приблизительно 20 минут и вплоть до приблизительно 1 часа или вплоть до приблизительно 45 минут или вплоть до приблизительно 30 минут при температуре в диапазоне от, по меньшей мере, приблизительно  $25^\circ C$  или, по меньшей мере, приблизительно  $50^\circ C$  или, по  
50 меньшей мере, приблизительно  $60^\circ C$  до температуры вплоть до приблизительно  $150^\circ C$  или вплоть до приблизительно  $120^\circ C$  или вплоть до приблизительно  $115^\circ C$ .

После вышеупомянутой методики галогенирования получающуюся в результате

композицию твердого прокатализатора отделяют от реакционной среды, использующейся в конечном процессе, в результате фильтрования, например, для получения влажного осадка на фильтре. После этого влажный осадок на фильтре можно прополаскивать или промывать жидким разбавителем для удаления непрореагировавшего  $TiCl_4$  и при желании можно высушивать для удаления остаточной жидкости. Обычно получающуюся в результате композицию твердого прокатализатора промывают один или несколько раз «промывной жидкостью», которая представляет собой жидкий углеводород, такой как алифатический углеводород, такой как изопентан, изооктан, изогексан, гексан, пентан или октан. После этого композицию твердого прокатализатора можно отделять и высушивать или суспендировать в углеводороде, в особенности относительно тяжелом углеводороде, таком как минеральное масло, для последующих хранения или использования.

В одном варианте осуществления получающаяся в результате композиция твердого прокатализатора характеризуется уровнем содержания титана в диапазоне от приблизительно 0,1 массового процента до приблизительно 6,0 массового процента в расчете на совокупную массу твердого вещества или от приблизительно 1,0 массового процента до приблизительно 4,5 массового процента или от приблизительно 1,5 массового процента до приблизительно 3,5 массового процента. В одном варианте осуществления внутренний донор электронов в композиции прокатализатора может присутствовать при молярном соотношении между внутренним донором электронов и магнием в диапазоне от приблизительно 0,005:1 до приблизительно 1:1 или от приблизительно 0,01:1 до приблизительно 0,4:1. Массовый процент получают в расчете на совокупную массу композиции прокатализатора.

В одном варианте осуществления композиция прокатализатора может быть дополнительно подвергнута обработке по одной или нескольким следующим далее методикам до или после выделения композиции твердого прокатализатора. Композиция твердого прокатализатора при желании может быть введена в контакт (галогенирование) с дополнительным количеством производного галогенида титана; она может быть подвергнута обмену в условиях метатезиса под действием хлорангидрида кислоты, такого как фталоилдихлорид или бензоилхлорид; и ее можно прополаскивать или промывать, подвергать тепловой обработке; или подвергать старению. Вышеупомянутые дополнительные методики могут быть объединены в любом порядке или использованы отдельно или не использованы вовсе.

Как можно себе представить, без намерения связывать себя какой-либо конкретной теорией, (1) дополнительное галогенирование в результате введения прежде полученной композиции прокатализатора в контакт с производным галогенида титана, в особенности его раствором в галогенуглеводородном разбавителе, и/или (2) дополнительное промывание прежде полученной композиции прокатализатора галогенуглеводородом или углеводородом при повышенной температуре (100-150°C) в результате приводят к желательному модифицированию композиции прокатализатора, возможно при удалении определенных неактивных соединений металлов, которые являются растворимыми в вышеупомянутом разбавителе. В соответствии с этим, в одном варианте осуществления прокатализатор до выделения или извлечения один или несколько раз вводят в контакт с галогенирующим агентом, таким как смесь из галогенида титана и галогенуглеводородного разбавителя, такая как в случае  $TiCl_4$  и хлорбензола. В еще одном варианте осуществления прокатализатор до выделения или извлечения один или несколько раз промывают при

температуре в диапазоне от 100 до 150°C хлорбензолом или о-хлортолуолом.

В одном варианте осуществления предлагается способ получения еще одной композиции прокатализатора. Способ включает проведение реакции для 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоата, предшественника прокатализатора на основе бензоатсодержащего хлорида магния (BenMag) и галогенирующего агента. Реакция может протекать в реакционной смеси. Способ включает получение композиции прокатализатора. Получение композиции прокатализатора может проходить при использовании прежде описывавшегося галогенирования. Композиция прокатализатора включает объединение магниевых фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов. Внутренний донор электронов включает этилбензоат и 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоат.

Любой способ получения композиции прокатализатора может включать два и более варианта осуществления, описываемых в настоящем документе.

В одном варианте осуществления предлагается композиция прокатализатора, которая включает комбинацию из магниевых фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов. Внутренний донор электронов включает силиловый сложный эфир. Композицию прокатализатора получают при использовании вышеупомянутой методики галогенирования, которая превращает предшественника прокатализатора и внутреннего донора электронов в комбинацию из магниевых фрагмента, титанового фрагмента, в которую включен внутренний донор электронов. Внутренний донор электронов может представлять собой любой силиловый сложный эфир, описываемый в настоящем документе. Предшественник прокатализатора, из которого получают композицию прокатализатора, может быть предшественником магниевых фрагмента, смешанным предшественником на основе магния/титана или предшественником на основе бензоатсодержащего хлорида магния.

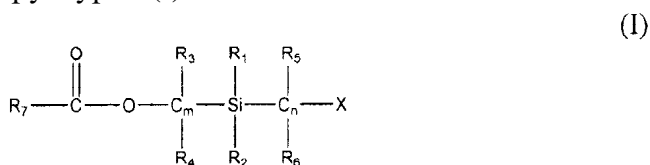
В одном варианте осуществления магниевый фрагмент представляет собой галогенид магния. В еще одном варианте осуществления галогенид магния представляет собой хлорид магния или спиртовой аддукт хлорида магния.

В одном варианте осуществления титановый фрагмент представляет собой хлорид титана. В еще одном варианте осуществления галогенид титана представляет собой тетрахлорид титана.

В одном варианте осуществления композиция прокатализатора представляет собой комбинацию из хлорида магния, хлорида титана и внутреннего донора электронов. В еще одном варианте осуществления композиция прокатализатора включает носитель хлорид магния, на который осаждают хлорид титана, и в который включают внутренний донор электронов.

В одном варианте осуществления композиция прокатализатора включает от приблизительно 0,1% (масс.) до приблизительно 20% (масс.) силилового сложного эфира. Массовый процент получают в расчете на совокупную массу композиции прокатализатора.

В одном варианте осуществления внутренний донор электронов композиции прокатализатора представляет собой силиловый сложный эфир, который обладает структурой (I):



где m и n являются идентичными или различными, m и n, каждый, представляют

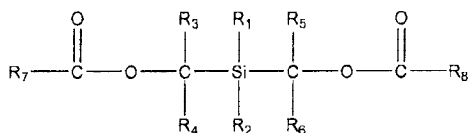


собой целое число в диапазоне от 1 до 5, обозначая гидрокарбил, содержащий то же самое количество атомов углерода.  $R_1$ - $R_7$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода, замещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, незамещенной гидрокарбильной группы, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, и их комбинаций. X представляет собой электронодонорную группу, описывавшуюся прежде для структуры (I). Внутренний донор электронов может включать один или несколько вариантов осуществления, обладающих описывавшейся прежде структурой (I).

В одном варианте осуществления  $R_7$  выбирают из группы, содержащей бензольное кольцо. Группа, содержащая бензольное кольцо, необязательно может быть замещенной одним или несколькими представителями из следующих далее:  $C_{1-20}$  алкильная группа (группы),  $C_{1-20}$  алкоксигруппа (группы),  $C_{1-20}$  алкоксикарбонильная группа (группы), атом (атомы) галогена и любая их комбинация.

В одном варианте осуществления композиция катализатора включает внутренний донор электронов, обладающий приведенной ниже структурой (II):

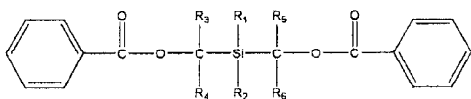
(II)



где  $R_1$ - $R_8$  являются идентичными или различными. Каждый из  $R_1$ - $R_8$  выбирают из заместителей, представленных для приведенной выше структуры (II). В одном варианте осуществления  $R_7$  и  $R_8$  являются идентичными или различными. Каждый из  $R_7$  и  $R_8$  выбирают из группы, содержащей бензольное кольцо, которая необязательно может быть замещенной одним или несколькими представителями из следующих далее:  $C_{1-20}$  алкильная группа,  $C_{1-20}$  алкоксигруппа,  $C_{1-20}$  алкоксикарбонильная группа, атом галогена и любая их комбинация. Внутренний донор электронов может включать один или несколько вариантов осуществления, обладающих описывавшейся прежде структурой (II).

В одном варианте осуществления композиция прокатализатора включает внутренний донор электронов, обладающий следующей далее структурой (III):

(III)



где  $R_1$ - $R_6$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из заместителей, представленных для приведенной выше структуры (III). Внутренний донор электронов может включать один или несколько вариантов осуществления, обладающих описывавшейся прежде структурой (III).

В одном варианте осуществления каждый из  $R_3$ - $R_6$  представляет собой водород,  $R_1$  и  $R_2$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из водорода,  $C_1$ - $C_6$  алкильной группы и их комбинаций. В одном дополнительном варианте осуществления каждый из  $R_1$  и  $R_2$  выбирают из метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает  $R_1$  и  $R_2$ , которые являются идентичными или различными. Каждый из  $R_1$  и  $R_2$  выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-

бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Каждый из R<sub>3</sub>-R<sub>6</sub> представляет собой метил.

В одном варианте осуществления силиловый диольный сложный эфир, обладающий структурой (III), включает R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub>, которые являются идентичными или различными. Каждый из R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> выбирают из водорода, метила, этила, н-пропила, изопрпила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинаций. Каждый из R<sub>3</sub> и R<sub>5</sub> представляет собой метил. Каждый из R<sub>4</sub> и R<sub>6</sub> представляет собой водород.

В одном варианте осуществления композиция прокатализатора включает внутренний донор электронов, который выбирают из бис(бензоилокси)диметилсилана, бис(бензоилокси)диэтилсилана, бис(бензоилокси)этилметилсилана, бис(бензоилокси)изобутилметилсилана и их комбинаций.

Композиция прокатализатора может включать два и более вариантов осуществления, описывающихся в настоящем документе.

В одном варианте осуществления предлагается композиция катализатора. В соответствии с использованием в настоящем документе «композицией катализатора» является композиция, которая при введении в контакт с олефином в условиях проведения полимеризации образует полимер на олефиновой основе. Композиция катализатора включает композицию прокатализатора и сокатализатор. Композиция прокатализатора включает силиловый сложный эфир. Силиловым сложным эфиром могут быть любые силиловый сложный эфир или силиловый диольный сложный эфир, описывающиеся в настоящем документе. Композиция катализатора может включать любую композицию прокатализатора, описывающуюся в настоящем документе. Композиция катализатора необязательно может включать внешний донор электронов и/или агент, ограничивающий активность.

Композиция катализатора включает сокатализатор. В соответствии с использованием в настоящем документе «сокатализатор» представляет собой вещество, способное превращать композицию прокатализатора в активный катализатор полимеризации. Сокатализатор может включать гидриды, алкилы или арилы алюминия, лития, цинка, олова, кадмия, бериллия, магния и их комбинации. В одном варианте осуществления сокатализатором является сокатализатор на основе гидрокарбилалюминия, описывающийся формулой R<sub>3</sub>Al, где каждый R представляет собой алкильный, циклоалкильный, арильный или гидридный радикал; по меньшей мере, один R представляет собой гидрокарбильный радикал; два или три радикала R могут быть соединены в циклический радикал, образующий гетероциклическую структуру; каждый R может быть идентичным другим или отличным от них; и каждый R, который представляет собой гидрокарбильный радикал, содержит от 1 до 20 атомов углерода, а предпочтительно от 1 до 10 атомов углерода. В одном дополнительном варианте осуществления каждый алкильный радикал может иметь прямую или разветвленную цепь, и таким гидрокарбильным радикалом может быть смешанный радикал, то есть, радикал может иметь алкильную, арильную и/или циклоалкильную группы. Неограничивающие примеры подходящих радикалов представляют собой: метил, этил, н-пропил, изопрпил, н-бутил, изобутил, трет-бутил, н-пентил, неопентил, н-гексил, 2-метилпентил, н-гептил, н-октил, изооктил, 2-этилгексил, 5,5-диметилгексил, н-нонил, н-децил, изодецил, н-ундецил, н-додецил, фенил, фенотил, метоксифенил, бензил, толил, ксилл, нафтил, метилнафтил, циклогексил, циклогептил и циклооктил.

Неограничивающими примерами подходящих производных гидрокарбилалюминия являются следующие далее: триизобутилалюминий, тригексилалюминий,

диизобутилалюминийгидрид, дигексилалюминийгидрид, изобутилалюминийдигидрид, гексилалюминийдигидрид, диизобутилгексилалюминий, изобутилдигексилалюминий, триметилалюминий, триэтилалюминий, трипропилалюминий, триизопропилалюминий, три-*n*-бутилалюминий, триоктилалюминий, тридецилалюминий, тридодецилалюминий, трибензилалюминий, трифенилалюминий, тринафтилалюминий и тритолилалюминий. В одном варианте осуществления сокатализатор выбирают из триэтилалюминия, триизобутилалюминия, тригексилалюминия, диизобутилалюминийгидрида и дигексилалюминийгидрида.

В одном варианте осуществления сокатализатор представляет собой производное гидрокарбилалюминия, описываемое формулой  $R_nAlX_{3-n}$ , где  $n=1$  или  $2$ ,  $R$  представляет собой алкил, и  $X$  представляет собой галогенид или алкоксид. Неограничивающими примерами подходящих соединений являются следующие далее: метилалюмоксан, изобутилалюмоксан, диэтилалюминийэтоксид, диизобутилалюминийхлорид, тетраэтилдиалюмоксан, тетраизобутилдиалюмоксан, диэтилалюминийхлорид, этилалюминийдихлорид, метилалюминийдихлорид и диметилалюминийхлорид.

В одном варианте осуществления сокатализатор представляет собой триэтилалюминий. Молярное соотношение между алюминием и титаном находится в диапазоне от приблизительно 5:1 до приблизительно 500:1 или от приблизительно 10:1 до приблизительно 200:1 или от приблизительно 15:1 до приблизительно 150:1 или от приблизительно 20:1 до приблизительно 100:1. В еще одном варианте осуществления молярное соотношение между алюминием и титаном составляет приблизительно 45:1.

В одном варианте осуществления композиция катализатора включает внешний донор электронов. В соответствии с использованием в настоящем документе «внешний донор электронов» представляет собой соединение, добавляемое независимо от получения прокатализатора, и имеет, по меньшей мере, одну функциональную группу, которая способна отдавать пару электронов атому металла. Как можно себе представить без связывания себя какой-либо конкретной теорией, внешний донор электронов улучшает стереоселективность катализатора (то есть, уменьшает в образующемся полимере количество материала, растворимого в ксилоле).

В одном варианте осуществления внешний донор электронов может быть выбран из одного или нескольких представителей из следующих далее: алкоксисилан, амин, простой эфир, карбоксилат, кетон, амид, карбамат, фосфин, фосфат, фосфит, сульфонат, сульфон и/или сульфоксид.

В одном варианте осуществления внешний донор электронов представляет собой алкоксисилан. Алкоксисилан описывается общей формулой:  $SiR_m(OR')_{4-m}$  (I), где  $R$  независимо в каждом случае представляет собой водород или гидрокарбильную или аминную группу, необязательно замещенную одним или несколькими заместителями, содержащими один или несколько гетероатомов из групп 14, 15, 16 или 17, при этом упомянутый  $R$  содержит вплоть до 20 атомов, не считая водорода и галогена;  $R'$  представляет собой  $C_{1-20}$  алкильную группу; и  $m$  составляет 0, 1, 2 или 3. В одном варианте осуществления  $R$  представляет собой  $C_{6-12}$  алкиларильную или аралкильную,  $C_{3-12}$  циклоалкильную,  $C_{1-12}$  алкильную,  $C_{3-12}$  разветвленную алкильную или  $C_{3-12}$  циклическую или ациклическую аминную группу,  $R'$  представляет собой  $C_{1-4}$  алкил, а  $m$  составляет 1 или 2. Неограничивающие примеры подходящих силановых композиций включают дициклопентилдиметоксисилан, ди-трет-бутилдиметоксисилан, метилциклогексилдиметоксисилан, метилциклогексилдиэтоксисилан, этилциклогексилдиметоксисилан,

дифенилдиметоксисилан, диизопропилдиметоксисилан, ди-н-пропилдиметоксисилан, диизобутилдиметоксисилан, диизобутилдиэтоксисилан, изобутилизопропилдиметоксисилан, ди-н-бутилдиметоксисилан, циклопентилтриметоксисилан, изопропилтриметоксисилан, н-пропилтриметоксисилан, н-пропилтриэтоксисилан, этилтриэтоксисилан, тетраметоксисилан, тетраэтоксисилан, диэтиламинотриэтоксисилан, циклопентилпирролидинодиметоксисилан, бис(пирролидино)диметоксисилан, бис(пергидроизохинолино)диметоксисилан и диметилдиметоксисилан. В одном варианте осуществления силановая композиция представляет собой дициклопентилдиметоксисилан (DCPDMS), метилциклогексилдиметоксисилан (MChDMS) или н-пропилтриметоксисилан (NPTMS) и любую их комбинацию.

В одном варианте осуществления внешний донор электронов представляет собой дициклопентилдиметоксисилан. В еще одном варианте осуществления внешний донор электронов представляет собой н-пропилтриметоксисилан.

В одном варианте осуществления внешний донор электронов может представлять собой смесь из, по меньшей мере, двух алкоксисиланов. В одном дополнительном варианте осуществления смесь может представлять собой дициклопентилдиметоксисилан и один или несколько представителей из следующих далее: метилциклогексилдиэтоксисилан, ди-н-бутилдиметоксисилан, диизобутилдиэтоксисилан, н-пропилтриэтоксисилан, этилтриэтоксисилан, тетраметоксисилан, тетраэтоксисилан и их комбинации.

В одном варианте осуществления внешний донор электронов выбирают из одного или нескольких представителей из следующих далее: бензоат, сукцинат и/или диольный сложный эфир. В одном варианте осуществления внешний донор представляет собой 2,2,6,6-тетраметилпиперидин. В еще одном варианте осуществления внешний донор электронов представляет собой простой диэфир.

В одном варианте осуществления композиция катализатора включает агент, ограничивающий активность, (АОА). В соответствии с использованием в настоящем документе «агент, ограничивающий активность» («АОА») представляет собой материал, который уменьшает активность катализатора при повышенной температуре (то есть, температуре, большей, чем приблизительно 85°C). АОА ингибирует или другим образом предотвращает дестабилизацию полимеризационного реактора и обеспечивает непрерывность процесса полимеризации. Обычно активность катализаторов Циглера-Натта увеличивается по мере увеличения температуры реактора. Катализаторы Циглера-Натта также обычно сохраняют высокую активность вблизи от температуры размягчения полученного полимера. Тепло, вырабатываемое в ходе экзотермической реакции полимеризации, может привести к образованию агломератов из частиц полимера и, в конечном счете, может вызвать нарушение непрерывности процесса получения полимера. АОА уменьшает активность катализатора при повышенной температуре, тем самым, предотвращая дестабилизацию реактора, уменьшая (или предотвращая) агломерирование частиц и обеспечивая непрерывность процесса полимеризации.

Агент, ограничивающий активность, может представлять собой сложный эфир карбоновой кислоты, простой диэфир, диольный сложный эфир, поли(алкиленгликоль) и их комбинации. Сложный эфир карбоновой кислоты может быть сложным эфиром алифатической или ароматической, моно- или поликарбоновой кислоты. Неограничивающие примеры подходящих сложных эфиров монокарбоновых кислот включают этил- и метилбензоат, этил(п-метоксибензоат),

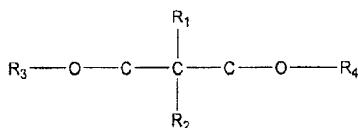
метил(п-этоксibenзоат), этил(п-этоксibenзоат), этилакрилат, метилметакрилат, этилацетат, этил(п-хлорбензоат), гексил(п-аминобензоат), изопропилнафтенат, н-амилтолуат, этилциклогексаноат и пропилпивалат.

Неограничивающие примеры подходящих сложных эфиров поликарбоновых кислот включают диметилфталат, диэтилфталат, ди-н-пропилфталат, диизопропилфталат, ди-н-бутилфталат, диизобутилфталат, ди-трет-бутилфталат, диизоамилфталат, ди-трет-амилфталат, динеопентилфталат, ди-2-этилгексилфталат и ди-2-этилдецилфталат.

Сложный эфир алифатической карбоновой кислоты может быть сложным эфиром  $C_4$ - $C_{30}$  алифатической кислоты, может быть сложным моно- или поли- (два и более) -эфиром, может иметь прямую или разветвленную цепь, может быть насыщенным или ненасыщенным и любой их комбинацией. Сложный эфир  $C_4$ - $C_{30}$  алифатической кислоты также может быть замещен одним или несколькими заместителями, содержащими гетероатом из групп 14, 15 или 16. Неограничивающие примеры подходящих сложных эфиров  $C_4$ - $C_{30}$  алифатической кислоты включают  $C_{1-20}$  алкиловые сложные эфиры алифатических  $C_{4-30}$  монокарбоновых кислот,  $C_{1-20}$  алкиловые сложные эфиры алифатических  $C_{8-20}$  монокарбоновых кислот,  $C_{1-4}$  аллиловые сложные моно- и диэфиры алифатических  $C_{4-20}$  монокарбоновых кислот и дикарбоновых кислот,  $C_{1-4}$  алкиловые сложные эфиры алифатических  $C_{8-20}$  монокарбоновых кислот и дикарбоновых кислот и  $C_{4-20}$  моно- или поликарбоксилатные производные  $C_{2-100}$  (поли)гликолей или  $C_{2-100}$  (поли)гликолевых простых эфиров. В одном дополнительном варианте осуществления сложный эфир  $C_4$ - $C_{30}$  алифатической кислоты может представлять собой миристат, себацинат, (поли)(алкиленгликоль)моно- или -диацетаты, (поли)(алкиленгликоль)моно- или -димиристаты, (поли)(алкиленгликоль)моно- или -дилауринаты, (поли)(алкиленгликоль)моно- или -диолеинаты, глицерилтри(ацетат), глицериловый сложный триэфир  $C_{2-40}$  алифатических карбоновых кислот и их смеси. В одном дополнительном варианте осуществления  $C_4$ - $C_{30}$  алифатический сложный эфир представляет собой изопропилмиристат или ди-н-бутилсебацинат.

В одном варианте осуществления агент, ограничивающий активность, включает простой диэфир. Простым диэфиром может быть диалкиловый эфир, обладающий следующей далее структурой (V):

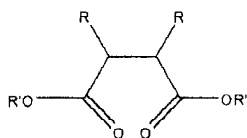
(V)



где  $R_1$ - $R_4$  независимо друг от друга представляют собой алкильную, арильную или аралкильную группу, содержащую вплоть до 20 атомов углерода, которая необязательно может содержать гетероатом из группы 14, 15, 16 или 17, а  $R_1$  и  $R_2$  могут представлять собой атом водорода.  $R_1$  и  $R_2$  также могут быть соединены с образованием циклической структуры, такой как циклопентадиеновая или флуореновая. Простой диалкиловый эфир может быть линейным или разветвленным и может включать одну или нескольких следующих групп: алкильный, циклоалифатический, арильный, алкиларильный или арилалкильный радикалы, содержащие 1-18 атомов углерода, и водород.

В одном варианте осуществления агент, ограничивающий активность, включает сукцинатную композицию, обладающую следующей далее структурой (VI):

(VI)



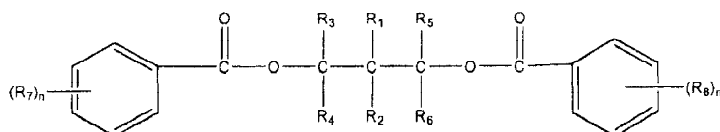
5

где R и R' могут быть идентичными или различными, при этом R и/или R' включают одну или несколько следующих далее групп: линейная или разветвленная алкильная, алкенильная, циклоалкильная, арильная, арилалкильная или алкиларильная группа, необязательно содержащая гетероатомы. С участием одного или обоих атомов углерода в положениях 2 и 3 могут быть образованы одна или несколько кольцевых структур.

10

В одном варианте осуществления агент, ограничивающий активность, включает диольный сложный эфир, обладающий следующей далее структурой (VII):

15



(VII)

20

где n представляет собой целое число в диапазоне от 1 до 5, R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> могут быть идентичными или различными, и каждый может быть выбран из водорода, метильной, этильной, n-пропильной, изопропильной, n-бутильной, изобутильной, трет-бутильной, аллильной, фенильной или галогенфенильной группы. R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub> могут быть идентичными или различными, и каждый может быть выбран из водорода, галогена, замещенного или незамещенного гидрокарбила, содержащего от 1 до 20 атомов углерода. Группы R<sub>1</sub>-R<sub>6</sub> необязательно могут содержать один или несколько гетероатомов, замещающих углерод, водород или и углерод, и водород, при этом гетероатом выбирают из азота, кислорода, серы, кремния, фосфора и галогена. Любые из групп R<sub>1</sub>-R<sub>6</sub> могут быть соединены с образованием циклической структуры. R<sub>7</sub> и R<sub>8</sub> могут быть идентичными или различными, могут быть связаны с любым атомом углерода в положении 2, 3, 4, 5 и 6 фенильного кольца.

25

30

В одном варианте осуществления внешний донор электронов и агент, ограничивающий активность, могут быть добавлены в реактор отдельно. В еще одном варианте осуществления внешний донор электронов и агент, ограничивающий активность, могут быть перемешаны друг с другом заранее, а после этого добавлены в реактор в виде смеси. В смеси могут быть использованы более, чем один внешний донор электронов и более, чем один агент, ограничивающий активность. В одном варианте осуществления смесь представляет собой дициклопентилдиметоксисилан и изопропилмиристант, дициклопентилдиметоксисилан и поли(этиленгликоль)лауринат, дициклопентилдиметоксисилан и изопропилмиристант и поли(этиленгликоль)диолеинат, метилциклогексилдиметоксисилан и изопропилмиристант, n-пропилтриметоксисилан и изопропилмиристант, диметилдиметоксисилан и метилциклогексилдиметоксисилан и изопропилмиристант, дициклопентилдиметоксисилан и n-пропилтриэтоксисилан и изопропилмиристант, и дициклопентилдиметоксисилан и тетраэтоксисилан и изопропилмиристант, а также их комбинации.

45

50

В одном варианте осуществления композиция катализатора включает любой из вышеупомянутых внешних доноров электронов в комбинации с любыми из вышеупомянутых агентов, ограничивающих активность.

Настоящая композиция катализатора может включать два и более варианта

осуществления, описывающихся в настоящем документе.

В одном варианте осуществления предлагается способ получения полимера на олефиновой основе. Способ включает введение, по меньшей мере, одного олефина в контакт с композицией катализатора в условиях проведения полимеризации.

Композиция катализатора включает силиловый сложный эфир. Силиловым сложным эфиром может быть любой силиловый сложный эфир, описывающийся в настоящем документе. Способ дополнительно включает получение полимера на олефиновой основе.

В одном варианте осуществления композиция катализатора включает композицию прокатализатора и сокатализатора. Композицией прокатализатора может быть любая композиция прокатализатора, описываемая в настоящем документе. Аналогично, сокатализатором может быть любой сокатализатор, описывающийся в настоящем документе. Композиция катализатора может включать описывавшиеся прежде внешний донор электронов и/или агент, ограничивающий активность.

В одном варианте осуществления полимером на олефиновой основе может быть олефин на пропиленовой основе, олефин на этиленовой основе и их комбинации. В одном варианте осуществления полимером на олефиновой основе является полимер на пропиленовой основе.

В полимеризационный реактор для проведения реакции с катализатором и получения полимера (или псевдооживленного слоя из полимерных частиц) могут быть введены один или несколько олефиновых мономеров. Неограничивающие примеры подходящих олефиновых мономеров включают этилен, пропилен,  $C_{4-20}$   $\alpha$ -олефины, такие как 1-бутен, 1-пентен, 1-гексен, 4-метил-1-пентен, 1-гептен, 1-октен, 1-децен, 1-додецен и тому подобное;  $C_{4-20}$  диолефины, такие как 1,3-бутадиен, 1,3-пентадиен, норборнадиен, 5-этилиден-2-норборнен (ЭНБ) и дициклопентадиен;  $C_{8-40}$  винилароматические соединения, в том числе стирол, о-, м- и п-метилстирол, дивинилбензол, винилбифенил, винилнафталин; и галогензамещенные  $C_{8-40}$  винилароматические соединения, такие как хлорстирол и фторстирол.

В соответствии с использованием в настоящем документе «условия проведения полимеризации» представляют собой параметры температуры и давления в полимеризационном реакторе, подходящие для промотирования прохождения полимеризации между композицией катализатора и олефином до получения желательного полимера. Способом полимеризации может быть газофазный способ полимеризации, суспензионный способ полимеризации или способ полимеризации в массе, реализуемые в одном или более, чем одном полимеризационном реакторе.

В одном варианте осуществления полимеризация протекает по варианту газофазной полимеризации. В соответствии с использованием в настоящем документе «газофазная полимеризация» представляет собой прохождение восходящей псевдоожижающей среды, при этом псевдоожижающая среда содержит один или несколько мономеров, в присутствии катализатора через псевдооживленный слой из полимерных частиц, удерживаемых в псевдооживленном состоянии псевдоожижающей средой. Термины «псевдооживление», «псевдооживленный» или «псевдоожижающий» относятся к способу введения в контакт газ-твердое вещество, при котором слой тонко измельченных полимерных частиц поднимается и перемешивается восходящим потоком газа. Псевдооживление происходит в слое частиц при достижении потоком текучей среды, поднимающимся снизу вверх через пустоты в слое частиц, перепада давления прироста и сопротивления трению, превышающего массу частиц. Таким образом, «псевдооживленный слой» представляет собой множество полимерных

частиц, суспендированных в псевдооживленном состоянии потоком псевдооживляющей среды. «Псевдооживляющая среда» представляет собой один или несколько газообразных олефинов, необязательно газообразный носитель (такой как  $H_2$  или  $N_2$ ) и необязательно жидкость (такую как углеводород), которые поднимаются через

Один типичный газофазный полимеризационный реактор (или газофазный реактор) включает емкость (то есть, реактор), псевдооживленный слой, распределительную плиту, впускной и выпускной трубопровод, компрессор, холодильник или теплообменник для газа в цикле и систему выгрузки продукта. Емкость включает зону реакции и зону уменьшения скорости, каждая из которых расположена выше распределительной пластины. Слой располагается в зоне реакции. В одном варианте осуществления псевдооживляющая среда включает газообразный пропилен и, по меньшей мере, один другой газ, такой как олефин и/или газообразный носитель, такой как водород или азот.

В одном варианте осуществления введение в контакт происходит в результате подачи композиции катализатора в полимеризационный реактор и введения в полимеризационный реактор олефина. В одном варианте осуществления способ включает введение олефина в контакт с сокатализатором. Перед введением в полимеризационный реактор композиции прокатализатора с композицией прокатализатора может быть перемешан сокатализатор (предварительная смесь). В еще одном варианте осуществления сокатализатор в полимеризационный реактор добавляют независимо от композиции прокатализатора. Независимое введение сокатализатора в полимеризационный реактор может происходить одновременно или по существу одновременно с подачей композиции прокатализатора.

В одном варианте осуществления способ включает перемешивание внешнего донора электронов (и необязательно агента, ограничивающего активность) с композицией прокатализатора. Перед введением в контакт композиции катализатора и олефина внешний донор электронов может быть закомплексован с сокатализатором и перемешан с композицией прокатализатора (предварительная смесь). В еще одном варианте осуществления внешний донор электронов и/или агент, ограничивающий активность, могут быть добавлены в полимеризационный реактор независимо. В одном варианте осуществления внешний донор электронов представляет собой дициклопентилдиметоксисилан или *n*-пропилтриметоксисилан.

В еще одном варианте осуществления композиция катализатора включает дициклопентилдиметоксисилан или *n*-пропилтриметоксисилан и агент, ограничивающий активность, такой как изопротилмирилат.

В одном варианте осуществления полипропиленовый гомополимер получают в первом реакторе. После этого содержимое первого реактора перемещают во второй реактор, в который вводят этилен. В результате это приводит к получению во втором реакторе пропилен-этиленового сополимера.

В одном варианте осуществления пропиленовый гомополимер получают в результате введения в первый реактор пропилена и любого представителя из настоящих композиций прокатализатора, сокатализаторов, внешних доноров электронов и агентов, ограничивающих активность. Полипропиленовый гомополимер во второй реактор вводят совместно с этиленом (и необязательно пропиленом) и необязательно внешним донором электронов и/или необязательно агентом, ограничивающим активность. Внешний донор электронов и агент, ограничивающий активность, могут быть идентичными соответствующим компонентам,



использующимся в первом реакторе, или отличными от них. Это приводит к получению во втором реакторе пропилен-этиленового сополимера (такого как ударопрочный сополимер).

5 В одном варианте осуществления олефин представляет собой пропилен. Способ включает получение полимера на пропиленовой основе, характеризующегося скоростью течения расплава (MFR) в диапазоне от приблизительно 0,01 г/ 10 мин до приблизительно 800 г/ 10 мин или от приблизительно 0,1 г/ 10 мин до приблизительно 200 г/ 10 мин или от приблизительно 0,5 г/ 10 мин до  
10 приблизительно 150 г/ 10 мин. В одном дополнительном варианте осуществления полимер на пропиленовой основе представляет собой полипропиленовый гомополимер.

В одном варианте осуществления олефин представляет собой пропилен. Способ  
15 включает получение полимера на пропиленовой основе, характеризующегося уровнем содержания материала, растворимого в ксилоле, в диапазоне от приблизительно 0,5% до приблизительно 10% или от приблизительно 1% до приблизительно 8% или от приблизительно 1% до приблизительно 4%. В одном дополнительном варианте осуществления полимер на пропиленовой основе представляет собой  
20 полипропиленовый гомополимер.

В одном варианте осуществления олефин представляет собой пропилен. Способ  
включает получение полимера на пропиленовой основе, характеризующегося показателем полидисперсности (PDI) в диапазоне от приблизительно 4 до  
25 приблизительно 20 или от приблизительно 4 до приблизительно 20 или от приблизительно 5 до приблизительно 10 или от приблизительно 6 до приблизительно 8. В одном дополнительном варианте осуществления полимер на пропиленовой основе представляет собой полипропиленовый гомополимер.

В одном варианте осуществления олефин представляет собой пропилен. Способ  
30 включает получение полимера на пропиленовой основе, характеризующегося модулем упругости при изгибе в диапазоне от приблизительно 200 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (1380 МПа) до приблизительно 400 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (2760 МПа) или от приблизительно 220 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (1520 МПа) до приблизительно 390 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (2690 МПа) или от  
35 приблизительно 230 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (1590 МПа) до приблизительно 350 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (2410 МПа) или от приблизительно 240 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (1650 МПа) до приблизительно 320 кфунт/дюйм<sup>2</sup> (2210 МПа). В одном дополнительном варианте осуществления полимер на пропиленовой основе представляет собой  
40 полипропиленовый гомополимер.

Настоящий способ получения полимера на олефиновой основе может включать два и более вариантов осуществления, описывающихся в настоящем документе.

Как можно себе представить, без намерения связывать себя какой-либо конкретной теорией, настоящие композиции катализаторов, включающие внутренний донор  
45 электронов - силиловый сложный эфир и/или силиловый диольный сложный эфир, приводят к получению полимеров на олефиновой основе, характеризующихся более широким молекулярно-массовым распределением в сопоставлении с тем, что имеет место для композиций прокатализаторов, включающих аналогичный предшественник  
50 прокатализатора и обычный внутренний донор электронов. Например, настоящие композиции катализаторов приводят к получению полимеров на пропиленовой основе, демонстрирующих более широкий характер PDI и более высокий модуль упругости при изгибе в сопоставлении с тем, что имеет место для полимеров на

пропиленовой основе, полученных при использовании подобных катализаторов, включающих фталатный внутренний донор электронов.

#### ОПРЕДЕЛЕНИЯ

5 Все ссылки на периодическую таблицу элементов в настоящем документе должны относиться к периодической таблице элементов, опубликованной и защищенной авторскими правами компанией CRC Press, Inc. в 2003 году. Кроме того, любые ссылки на группу или группы должны относиться к группе или группам, отражаемым в данной периодической таблице элементов при использовании системы ИЮПАК для нумерации групп. Если только не будет утверждаться обратного, подразумеваться из 10 контекста или являться общепризнанным на современном уровне техники, то все части и процентные величины будут получаться в расчете на массу. Для целей патентной практики Соединенных Штатов содержание любых патента, патентной заявки или публикации, упоминаемых в настоящем документе, во всей своей полноте 15 посредством ссылки включается в настоящий документ (или посредством ссылки таким образом включается их эквивалентная версия в США), в особенности в отношении описания методик синтеза, определений (в той степени, в которой они не будут несовместимыми с какими-либо определениями, представленными в настоящем документе) и общедоступных сведений современного уровня техники. 20

Термин «включающий» и его производные не предполагают исключения присутствия любых дополнительных компонента, стадии или методики вне зависимости от того, будут или нет они описаны в настоящем документе. Во избежание любых сомнений все композиции, заявляемые в настоящем документе 25 благодаря использованию термина «включающий», могут включать любые дополнительные добавку, вспомогательное средство или соединение, будь то полимерное или другое, если только не будет указано обратного. В противоположность этому, термин «по существу состоящий из» исключает из объема 30 любого последующего изложения любые другие компонент, стадию или методику за исключением тех, которые не являются существенными с точки зрения удобства в обращении. Термин «состоящий из» исключает любые компонент, стадию или методику, конкретно не охарактеризованные или перечисленные. Термин «или», если только не будет указано другого, относится к перечисленным членам индивидуально, 35 а также в любой комбинации.

Любой численный диапазон, процитированный в настоящем документе, включает все значения от нижнего значения до верхнего значения с приращениями в одну единицу при условии, что между любым нижним значением и любым верхним 40 значением существует разделение, составляющее, по меньшей мере, 2 единицы. В порядке примера можно сказать, что в случае утверждения о попадании количества компонента или значения композиционного или физического свойства, таких как, например, количество компонента смеси, температура размягчения, индекс расплава и 45 тому подобное, в диапазон от 1 до 100 предполагаться будет однозначное перечисление в данном описании изобретения всех индивидуальных значений, таких как 1, 2, 3 и тому подобное, и всех поддиапазонов, таких как от 1 до 20, от 55 до 70, от 197 до 100 и тому подобное. В случае значений, которые являются меньшими, чем один, одна единица будет считаться равной 0,0001, 0,001, 0,01 или 0,1, в зависимости от 50 ситуации. Это всего лишь примеры того, что конкретно подразумевается, и однозначно указанными в данной заявке должны считаться все возможные комбинации численных значений между приведенными наинизшим значением и наивысшим значением. Другими словами, любой численный диапазон, приведенный в

настоящем документе, включает любое значение или поддиапазон в пределах указанного диапазона. В соответствии с обсуждением в настоящем документе численные диапазоны указывались при ссылке на индекс расплава, скорость течения расплава и другие свойства.

5 Термины «смесь» или «полимерная смесь» в соответствии с использованием в настоящем документе означают смесь из двух и более полимеров. Такая смесь может быть, а может и не быть смешиваемой (не фазово-разделенной на молекулярном уровне). Такая смесь может быть, а может и не быть фазово-разделенной. Такая смесь  
10 согласно определению по методам просвечивающей электронной спектроскопии, рассеяния света, рассеяния рентгеновского излучения и другим методам, известным на современном уровне техники, может включать, а может и не включать одну или несколько конфигураций доменов.

15 Термин «композиция» в соответствии с использованием в настоящем документе включает смесь материалов, которые составляют композицию, а также продуктов реакции и продуктов разложения, образованных из материалов композиции.

Термин «полимер» относится к макромолекулярному соединению, полученному в результате полимеризации мономеров идентичных или различных типов. «Полимер»  
20 включает гомополимеры, сополимеры, терполимеры, интерполимеры и тому подобное. Термин «интерполимер» означает полимер, полученный в результате полимеризации, по меньшей мере, двух типов мономеров или сомономеров. Он включает нижеследующее, но не ограничивается только этим: сополимеры (как обычно называют полимеры, полученные из двух различных типов мономеров или  
25 сомономеров), терполимеры (как обычно называют полимеры, полученные из трех различных типов мономеров или сомономеров), тетраполимеры (как обычно называют полимеры, полученные из четырех различных типов мономеров или сомономеров) и тому подобное.

30 Термин «интерполимер» в соответствии с использованием в настоящем документе обозначает полимеры, полученные в результате полимеризации, по меньшей мере, двух различных типов мономеров. Таким образом, родовой термин «интерполимер» включает термин «сополимеры», обычно использующийся для обозначения полимеров, полученных из двух различных мономеров, и полимеров, полученных из  
35 более, чем двух различных типов мономеров.

Термин «полимер на олефиновой основе» представляет собой полимер, включающий в полимеризованной форме основной массовый процент олефина, например, этилена или пропилена, в расчете на совокупную массу полимера.  
40 Неограничивающие примеры полимеров на олефиновой основе включают полимеры на этиленовой основе и полимеры на пропиленовой основе.

Термин «полимер на этиленовой основе» в соответствии с использованием в настоящем документе относится к полимеру, который включает основной массовый процент полимеризованного этиленового мономера (в расчете на совокупную массу  
45 полимеризуемых мономеров) и необязательно может включать, по меньшей мере, один полимеризованный сомономер.

Термин «интерполимер этилен/ $\alpha$ -олефин» в соответствии с использованием в настоящем документе относится к интерполимеру, который включает основной массовый процент полимеризованного этиленового мономера (в расчете на  
50 совокупную массу полимеризуемых мономеров) и, по меньшей мере, один полимеризованный  $\alpha$ -олефин.

Термин «полимер на пропиленовой основе» в соответствии с использованием в

настоящем документе относится к полимеру, который включает основной массовый процент полимеризованного пропиленового мономера (в расчете на совокупную массу полимеризуемых мономеров) и необязательно может включать, по меньшей мере, один полимеризованный сомономер.

5 Термин «алкил» в соответствии с использованием в настоящем документе относится к разветвленному или неразветвленному, насыщенному или ненасыщенному ациклическому углеводородному радикалу. Неограничивающие  
10 примеры подходящих алкильных радикалов включают, например, метил, этил, н-пропил, изопропил, 2-пропенил (или аллил), винил, н-бутил, трет-бутил, изобутил (или 2-метилпропил) и тому подобное. Алкилы содержат от 1 до 20 атомов углерода.

Термин «замещенный алкил» в соответствии с использованием в настоящем документе относится к только что описывавшемуся алкилу, у которого один или  
15 несколько атомов водорода, связанных с любым атомом углерода алкила, замещены другой группой, такой как галоген, арил, замещенный арил, циклоалкил, замещенный циклоалкил, гетероциклоалкил, замещенный гетероциклоалкил, галоген, галогеналкил, гидроксид, амино, фосфидо, алкокси, амино, тио, нитро и их комбинации. Подходящие замещенные алкилы включают, например, бензил, трифторметил и тому  
20 подобное.

Термин «арил» в соответствии с использованием в настоящем документе относится к ароматическому заместителю, который может представлять собой одно ароматическое кольцо или несколько ароматических колец, которые конденсированы друг с другом, ковалентно связаны или связаны с общей группой, такой как  
25 метиленовый или этиленовый фрагмент. Ароматическое кольцо (кольца) может включать, помимо прочего, фенил, нафтил, антраценил и бифенил. Арилы содержат от 6 до 20 атомов углерода.

#### МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

30 Модуль упругости при изгибе определяют в соответствии с документом ASTM D790-00.

Скорость течения расплава измеряют в соответствии с методом испытания ASTM D 1238-01 при 230°C и массе 2,16 кг для полимеров на пропиленовой основе.

35 Уровень содержания материала, растворимого в ксилоле, (XS) измеряют при использовании метода <sup>1</sup>H ЯМР согласно описанию в патенте США № 5539309, содержание которого во всей его полноте посредством ссылки включается в настоящий документ.

Показатель полидисперсности (PDI) измеряют при использовании пластометра AR-G2, который представляет собой динамический спектрометр с контролем напряжения, изготовленный в компании TA Instruments, с использованием метода,  
40 соответствующего публикации Zeichner GR, Patel PD (1981) «A comprehensive Study of Polypropylene Melt Rheology» Proc. of the 2<sup>nd</sup> World Congress of Chemical Eng., Montreal, Canada. Для контролируемого выдерживания температуры на уровне 180°C±0,1°C используют печь ETC. В целях предохранения образца от разложения под действием кислорода и влаги для продувания внутреннего пространства печи используют азот. Используют пару держателей образца типа «конус-плита» с диаметром 25 мм. Из образцов в результате прямого прессования получают пластину 50 мм × 100 мм × 2  
50 мм. После этого образцы разрезают на 19-миллиметровые квадраты, которые загружают в центр нижней пластины. Геометрии верхнего конуса представляют собой (1) угол конуса: 5:42:20 (град:мин:сек); (2) диаметр: 25 мм; (3) зазор усечения: 149 микрон. Геометрия нижней пластины представляет собой 25-миллиметровый

цилиндр.

Методика испытания:

• Держатель образца типа «конус-плита» нагревают в печи ЕТС при 180°C в течение 2 часов. После этого зазор выставляют на ноль в атмосфере газообразного азота.

• Конус увеличивают до 2,5 мм и на верх нижней пластины загружают образец.

• Время разгона в течение 2 минут.

• Верхний конус сразу же опускают до достижения состояния легкой фиксации на вершине образца при наблюдении нормального усилия.

• По истечении двух минут образец сжимают вплоть до зазора 165 микронов в результате опускания верхнего конуса.

• Наблюдают нормальное усилие. При уменьшении нормального усилия до  $< 0,05$  ньютона избыточный образец с края держателя образца типа «конус-плита» удаляют шпателем.

• Верхний конус еще раз опускают до зазора усечения, который составляет 149 микронов.

• Испытание на развертку по колебательной частоте проводят в данных условиях:

I. Испытание продолжалось при 180°C в течение 5 минут.

II. Частоты: от 628,3 рад/сек до 0,1 рад/сек.

III. Скорость накопления данных: 5 точек/декада.

IV. Деформация: 10%.

• По завершении испытания при использовании программы Rheology Advantage Data Analysis, поставляемой компанией TA Instruments, определяют модуль упругости при переходе (Gc).

•  $PDI = 100000 + Gc$  (в единицах Па).

В порядке примера, а не ограничения далее будут представлены примеры настоящего описания изобретения.

I. Синтез силилового диольного сложного эфира

Общая методика для бис(хлорметил)диалкилсилана:

В трехгорлую колбу объемом 500 мл, снабженную дефлегматором и капельной воронкой, загружают 50 ммоль бис(хлорметил)метилхлорсилана

(бис(хлорметил)дихлорсилана для диэтильного производного) и 200 мл безводного эфира. В колбу при перемешивании добавляют 50 ммоль (120 ммоль для диэтильного

производного) алкилмагниихлорида/бромиды в эфире. Раствор перемешивают в течение 30 минут и при нагревании доводят до состояния кипения. Прохождение

реакции отслеживают по методу ГХ. По завершении реакции смесь охлаждают до

комнатной температуры, а после этого колбу помещают в баню со смесью лед-вода и реакцию гасят водой. После отделения водный слой три раза экстрагируют эфиром.

Объединенный эфирный экстракт один раз промывают рассолом и высушивают над




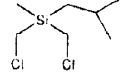
сульфатом натрия. После фильтрования фильтрат концентрируют и остаток

перегоняют в вакууме до получения бесцветного масла. Выходы для данных

получений обычно составляют приблизительно 85%. Данные по спектрам  $^1H$

ЯМР (500 MHz Bruker) продемонстрированы в приведенной ниже Таблице 3.

Таблица 3		
Данные для бис(хлорметил)диалкилсиланов по методу протонного ЯМР		
Соединение	Структура	Данные по спектрам $^1H$ ЯМР в $CDCl_3$ , 500 МГц, $\delta$ (м.д.)

	Бис(хлорметил)диметилсилан		
5	Бис(хлорметил)диэтилсилан		2,94 (с, 4H), 1,03 (т, 6H), 0,81 (кв, 4H)
	Бис(хлорметил)этилметилсилан		2,89 (с, 4H), 0,99 (т, 3H), 0,76 (кв, 2H), 0,20 (с, 3H)
10	Бис(хлорметил)изобутилметилсилан		2,96 (с, 4H), 1,85 (гептат, 1H), 0,98 (д, 6H), 0,80 (д, 2H), 0,23 (с, 3H)

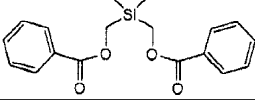
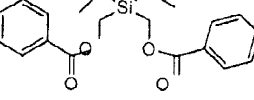
Бис(хлорметил)диметилсилан приобретали в компании Gelest, Inc., Моррисвилл, Пенсильвания.

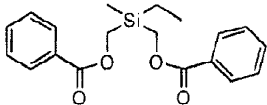
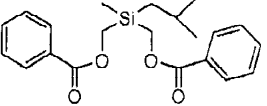
15 В трехгорлую круглодонную колбу объемом 500 мл загружают 25 ммоль дихлордиметилсилана, 50 ммоль бромхлорметана и 150 мл безводного ТГФ. Колбу охлаждают до  $-78^{\circ}\text{C}$  в бане со смесью сухой лед/ацетон. К данному раствору в течение периода времени 20 минут по каплям добавляют 20 мл раствора бутиллития в гексанах с концентрацией 2,5 моль/л. По завершении добавления смесь при данной  
20 температуре перемешивают в течение еще 20 минут, а после этого нагревают до комнатной температуры в течение периода времени 1 час. Реакцию в смеси гасят насыщенным раствором  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . После отделения водный слой экстрагируют эфиром (3×50 мл), а объединенный эфирный экстракт один раз промывают рассолом и  
25 высушивают сульфатом натрия. После фильтрования фильтрат концентрируют. Остаток перегоняют в вакууме до получения бесцветного масла. Выход составляет приблизительно 70%.

Общая методика для бис(бензоилоксиметил)диалкилсилана:

30 В круглодонную колбу объемом 1000 мл загружают 0,04 моль бис(хлорметил)диалкилсилана, 12,8 г (0,08 моль) бензоата калия и 400 мл безводного ДМФА. Смесь нагревают до  $100^{\circ}\text{C}$  при интенсивном перемешивании. По истечении от 6 до 8 часов смесь охлаждают до комнатной температуры, а после этого выливают в 400 мл смеси лед-вода. Смесь экстрагируют эфиром (3×200 мл). Объединенный  
35 эфирный экстракт один раз промывают рассолом (50 мл) и высушивают при использовании 50 г сульфата натрия. После фильтрования фильтрат концентрируют и перегоняют при использовании трубки с шаровым расширением в вакууме или очищают по способу колоночной флэш-хроматографии до получения бесцветного  
40 масла. Данные по спектрам  $^1\text{H}$  ЯМР продемонстрированы в Таблице 4. Выходы для данных получений обычно близки к 80%.

Таблица 4

Данные для силиловых диольных сложных эфиров по методу протонного ЯМР		
Соединение	Структура	Данные по спектрам $^1\text{H}$ ЯМР в $\text{CDCl}_3$ , $\delta$ (м.д.)
Бис(бензоилокси) Диметилсилан (IED 1)		8,00 (д, 4H), 7,55 (т, 2H), 7,40 (т, 4H), 4,20 (с, 4H), 0,30 (с, 6H)
Бис(бензоилокси) Диэтилсилан (IED 2)		8,02 (д, 4H), 7,56 (т, 2H), 7,42 (т, 4H), 4,27 (с, 4H), 1,11 (т, 4H), 0,86 (кв, 6H)

Бис(бензоилокси) Этилметилсилан (IED 3)		8,00 (д, 4H), 7,54 (т, 2H), 7,40 (т, 4H), 4,21 (с, 4H), 1,08 (т, 3H), 0,83 (кв, 2H), 0,26 (с, 3H)
Бис(бензоилокси) изобутилметилсилан (IED 4)		8,00 (д, 4H), 7,54 (т, 2H), 7,40 (т, 4H), 4,20 (с, 4H), 1,92 (гептат, 1H), 1,00 (д, 6H), 0,86 (д, 2H), 0,30 (с, 3H)

## II. Композиции прокатализатора

В соответствии с массой, продемонстрированной в Таблице 5, предшественник прокатализатора загружают в колбу, снабженную механическим перемешиванием и донным фильтрованием. В колбу вводят 60 мл смешанного растворителя из  $TiCl_4$  и хлорбензола (1/1 по объему), а после этого добавляют 2,52 ммоль внутреннего донора электронов. Смесь нагревают до желательной температуры реакции (указанной в Таблице 6) и перед отфильтровыванием жидкости оставляют при той же самой температуре в течение 60 минут с перемешиванием при 250 об./мин. Еще раз добавляют 60 мл смешанного растворителя и реакции дают возможность продолжаться при той же самой желательной температуре в течение 60 минут при перемешивании с последующим фильтрованием. Данный процесс повторяют один раз. Для промывания получающегося в результате твердого вещества при температуре окружающей среды используют 70 мл изооктана. После удаления растворителя в результате фильтрования твердое вещество высушивают потоком  $N_2$ .

Предшественник прокатализатора	Масса
MagTi-1	3,0 г
ME	3,0 г
SHAC™ 310	2,0 г
0074-45-1	3,24 г

MagTi-1 (MagTi) представляет собой смешанный предшественник Mg/Ti с составом в виде  $Mg_3Ti(OEt)_8Cl_2$ . ME (MagMo) обозначает этоксид магния. SHAC™ 310 представляет собой бензоатсодержащий прокатализатор (предшественник прокатализатора BenMag, полученный из предшественника прокатализатора MagTi и этилбензоатного внутреннего донора электронов), полученный в соответствии с примером 2 в патенте США № 6825146, вся полнота содержания которого посредством ссылки включается в настоящий документ. Соединение 0074-45-1 представляет собой аддукт EtOH и  $MgCl_2$  после частичного удаления EtOH при  $-90^\circ C$  в потоке  $N_2$ . Уровень содержания Ti для каждой из получающихся в результате композиций прокатализатора приведен в Таблице 6.

Композиции прокатализаторов					
Описание (IED/предшественник)	Идентификационный номер	Ti, %	DIBP, % (масс.)	Диольный сложный эфир, % (масс.)	EB (этилбензоат), % (масс.)
IED 1/MagTi при $115^\circ C$	2549-8-1	2,33		NM	NM
IED 1/Mg(OEt) <sub>2</sub> при $100^\circ C$	1332-46-3	5,24		12,05	2,36
IED 1/MgCl <sub>2</sub> •EtOH при $100^\circ C$	1332-46-4	4,04		14,25	1,03
* DE/MagTi при $115^\circ C$	1332-45-1	2,79		NM	0,11
* DIBP/MagTi при $115^\circ C$	2549-8-2	2,84	NM		
* DIBP/MagTi при $115^\circ C$	1332-45-2	3,22	13,56		
IED 1/SHAC™ 310 при $100^\circ C$	2521-19-2	3,27		NM	0,20

	IED 1/SHAC™ 310 при 100°C	2549-8-3	2,44		NM	NM
	IED 1/SHAC 310™ при 100°C	1332-46-1	2,62		15,12	0,39
	DE/SHAC 310™ при 100°C	1332-45-3	2,46		NM	0,45
5	* DIBP/SHAC 310™ при 100°C	2521-19-3	3,49	17,62		1,00
	* DIBP/SHAC 310™ при 100°C	2549-8-4	3,90	NM		NM
	* DIBP/SHAC 310™ при 100°C	1332-44-1	3,40	23,95		1,20
	* DIBP/SHAC 310™ при 100°C	1332-45-4	3,80	20,59		1,27
	IED 2/SHAC 310™ при 100°C	1332-44-2	3,19		NM	0,31
	IED 3/SHAC 310™ при 100°C	1332-44-3	2,86		NM	0,58
10	IED 4/SHAC 310™ при 100°C	1332-44-4	3,06		NM	2,62
	* = сравнительный пример		DE = 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоат			
	DIBP = диизобутилфталат		% (масс.) = в расчете на совокупную массу прокатализатора			
	IED = внутренний донор электронов (из Таблицы 4)		NM = не измеряли			

### III. Полимеризация

15 Полимеризацию проводят в жидком пропилене в автоклаве объемом 1 галлон (3,79 дм<sup>3</sup>). После кондиционирования в реакторы загружают 1375 г пропилена и целевое количество водорода и доводят содержимое до 62°C. Внешний донор электронов (либо DCPDMS, либо NPTMS) добавляют к раствору триэтилалюминия в изооктане с

20 концентрацией 0,27 моль/л, суспензии катализатора в минеральном масле с концентрацией 5,0% (масс.) (в соответствии с указанием в приведенных ниже таблицах с данными) и перед введением в реактор для инициирования полимеризации в течение 20 минут проводят предварительное перемешивание при температуре

25 окружающей среды. Предварительно перемешанные компоненты катализатора смывают в реактор изооктаном при использовании высоконапорного насоса для нагнетания катализатора. После тепловыделения температуру контролируемо выдерживают равной 67°C. Совокупное время полимеризации составляет 1 час. Эксплуатационные характеристики катализатора и свойства получающегося в

30 результате полимера представлены в Таблицах 7-10.

Описание прокатализатора	Номер катализатора	EED	Катализатор (мг)	TEAl (ммоль)	Al/EED	H <sub>2</sub> (ст. куб.см)	Актив. ность (кг/г-час)	BD (г/куб. см)	MF	XS (% (масс.))	PDI	Модуль упругости (кфунт/дюйм <sup>2</sup> (МПа))
IED 1/MagTi при 115°C	2549-8-1	DCPD MS	17,4	2,00	8	2000	11,8	0,31	1,9	5,03	5,38	
IED 1/Mg(OEt) <sub>2</sub> при 100°C	1332-46-3	DCPD MS	14,6	2,00	8	5000	8,8	0,20	79,1	7,59		
			14,6	2,00	8	400	6,4	0,19	2,0	8,11	6,14	
IED 1/MgCl <sub>2</sub> .n(EtOH) при 100°C	1332-46-4	DCPD MS	17,4	2,00	8	3000	12,9	0,32	6,8	5,88		
			16,4	2,00	8	400	7,6	0,31	1,4	7,96	7,73	
*DE/MagTi при 115°C	1332-45-1	DCPD MS	15,7	2,00	8	1870	8,9	0,23	2,0	6,02	6,85	
*DIBP/MagTi при 115°C	2549-8-2	DCPD MS	11,8	2,00	8	1300	39,6	0,40	4,7	3,34	4,92	
	1332-45-2	DCPD MS	11,6	2,00	8	1250	38,6	0,37	5,3	3,23		214 (1475)
* = сравнительный пример		BD = насыпная плотность отстоявшегося материала										
DCPDMS = дициклопентилдиметоксисилан		DE = 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоат										
DIBP = диизобутилфталат		EED = внешний донор электронов										
IED = внутренний донор электронов (из таблицы 4)		MF = скорость течения расплава (г/10 минут)										
XS = уровень содержания материала, растворимого в ксилоле												

Как демонстрируют данные в Таблице 7, прокатализаторы, полученные при



использовании силилового диольного сложного эфира IED 1, приводят к получению полимеров на пропиленовой основе, демонстрирующих значительно более широкий характер PDI в сопоставлении с тем, что имеет место для полимеров на пропиленовой основе, полученных из прокатализатора, содержащего DIBP в качестве внутреннего донора электронов.

Таблица 8

Эксплуатационные характеристики катализаторов, полученных из предшественника прокатализатора BenMag

10	Описание прокатализатора	Номер катализатора	EED	Катализатор (мг)	TEAl (ммоль)	Al/EED	H <sub>2</sub> (ст. куб.см)	Активность (кг/г-час)	BD (г/куб.см)	MF	XS (% (масс.))	PDI	Модуль упругости (кфунт/дюйм <sup>2</sup> (МПа))		
15	IED 1/SHAC™ 310 при 100°C	2521-19-2	DCPD MS	16,3	1,00	4	1870	22,3	0,38	0,9	2,4				
				16,3	2,00	8	3740	27,9	0,41	1,1	3,52				
				16,3	2,00	8	7480	24,1	0,39	9,4	3,18				
				16,3	1,00	4	7480	24,4	0,37	7,0	3,80				
				16,3	1,00	4	3740	24,0	0,39	0,5	2,78				
			NPTMS	16,3	1,00	4	1400	22,1	0,39	<0,2	1,88				
				16,3	2,00	8	2800	23,5	0,41	0,4	2,63				
				16,3	2,00	8	5600	21,0	0,40	5,3	2,75				
				16,3	1,00	4	2800	22,5	0,40	1,4	2,94				
				16,3	1,00	4	5600	20,4	0,39	2,9	2,49				
		2549-8-3	DCPMS	11,8	2,00	8	5000	28,4	0,40	4,1	3,11				
				11,8	2,00	8	7400	29,0	0,41	5,6	3,18	7,03			
		1332-46-1	DCPD MS	16,1	2,00	8	5000	31,8	0,39	3,3	3,21		248 (1710)		
		25	DE/SHAC™ 310 при 100°C	1332-45-3	DCPD MS	10,6	2,00	8	15500	28,3	0,40	43,8	4,09		
						10,6	2,00	8	5000	26,5	0,41	1,7	3,64	7,16	253 (1744)
12,8	2,00					8	10000	24,6	0,39	11,8	2,47				
2521-19-3	NPTMS			16,4	1,00	4	1400	19,7	0,39	4,9	3,69				
	DCPD MS			16,4	1,00	4	1870	24,9	0,38	3,0	3,29				
35	DIBP/SHAC™ 310 при 100°C	2549-8-4	DCPD MS	17,4	2,00	8	2000	28,9	0,40	2,6	3,78	5,26			
				9,3	2,00	8	1300	33,0	0,41	3,3	3,19	4,61			
		1332-44-1	DCPD MS	11,3	2,00	8	1200	30,0	0,38	2,0	3,73		216 (1489)		
				1332-45-4	DCPD MS	11,3	2,00	8	1870	34,4	0,39	11,1	4,25		
		11,3	2,00			8	850	28,0	0,40	2,5	3,59	4,96	231 (1593)		
		11,3	2,00	8	900	26,3	0,40	2,3	3,28	5,06	232 (1600)				
40	BD = насыпная плотность отстоявшегося материала				DCPDMS = дициклопентилдиметоксисилан										
	DE = 2,2-диметил-1,3-пропиленгликольдибензоат				DIBP = диизобутилфталат										
	EED = внешний донор электронов				IED = внутренний донор электронов (из Таблицы 4)										
	MF = скорость течения расплава (г/10 минут)				NPTMS = н-пропилтриметоксисилан										
	XS = уровень содержания материала, растворимого в ксилоле														

Как свидетельствует сопоставление данных в Таблице 7 и Таблице 8, при использовании предшественника бензоатсодержащего хлорида магния (BenMag) активность и стереоселективность катализатора улучшаются при одновременном выдерживании широкого характера PDI для внутренних доноров как силилового диольного сложного эфира (IED 1), так и простого диольного сложного эфира (DE). В дополнение к этому, в сопоставлении с катализатором на основе DIBP для внутренних доноров как IED 1, так и DE имеет место значительное улучшение как PDI, так и модуля упругости при изгибе.

Таблица 9

Эксплуатационные характеристики катализаторов, полученных при использовании предшественника VenCat и внутреннего донора силилового диольного сложного эфира													
Описание прокатализатора	Номер катализатора	EED	Катализатор (мг)	TEAl (ммоль)	Al/AO C	H <sub>2</sub> (ст. куб.см)	Активность (кг/г-час)	BD (г/куб.см)	MF	XS (% (масс.))	PDI	Модуль упругости (кфунт/дюйм <sup>2</sup> (МПа))	
IED 1/SHAC 310 при 100°C	2521-19-2	DCPDMS	16,3	1,00	4	1870	22,3	0,38	0,93	2,4			
			16,3	2,00	8	3740	27,9	0,41	1,13	3,52			
			16,3	2,00	8	7480	24,1	0,39	9,39	3,18			
			16,3	1,00	4	7480	24,4	0,37	6,96	3,80			
			16,3	1,00	4	3740	24,0	0,39	0,51	2,78			
		NPTMS	16,3	1,00	4	1400	22,1	0,39	<0,22	1,88			
			16,3	2,00	8	2800	23,5	0,41	0,41	2,63			
			16,3	2,00	8	5600	21,0	0,40	5,34	2,75			
			16,3	1,00	4	2800	22,5	0,40	1,40	2,94			
			16,3	1,00	4	5600	20,4	0,39	2,89	2,49			
	2549-8-3	DCPMS	11,8	2,00	8	5000	28,4	0,40	4,12	3,11			
			11,8	2,00	8	7400	29,0	0,41	5,60	3,18	7,03		
1332-46-1	DCPDMS	16,1	2,00	8	5000	31,8	0,39	3,27	3,21		248 (1710)		
IED 2/SHAC 310 при 100°C	1332-44-2	DCPDMS	15,3	2,00	8	1870	31,8	0,41	0,39	2,73			
			15,3	2,00	8	5000	20,9	0,41	2,34	1,40	6,88	269 (1855)	
			10,2	2,00	8	10000	34,2	0,40	10,79	3,28	6,93	270 (1862)	
IED 3/SHAC 310	1332-44-3	DCPDMS	15,0	2,00	8	1870	40,2	0,41	0,40	1,82			
			14,8	2,0	4	1870	45,8	0,39	0,13	2,13			
			9,9	2,00	4	2750	42,3	0,41	1,57	3,00	6,56	250 (1724)	
IED 4/SHAC 310 при 100°C	1332-44-4	DCPDMS	9,9	2,00	8	3000	38,5	0,40	1,20	2,97	6,29	246 (1696)	
			9,9	2,00	8	4500	34,4	0,42	3,77	3,13	6,57	252 (1737)	
			9,9	2,00	8	5000	42,4	0,42	4,17	3,82	6,25	262 (1806)	
			9,9	2,00	8	5000	32,3	0,38	4,73	2,78	6,33		
			9,9	2,00	8	1000	40,5	0,41	18,31	2,81			
			7,9	2,00	8	15000	34,9	0,40	53,34	3,58			
			7,9			17500	27,1	0,37	173,32	4,78			
BD = насыпная плотность отстоявшегося материала						DCPDMS = дициклопентилдиметоксисилан							
EED = внешний донор электронов						IED = внутренний донор электронов (из Таблицы 4)							
MF = скорость течения расплава (г/10 минут)						NPTMS = n-пропилтриметоксисилан							
XS = уровень содержания материала, растворимого в ксилоле													

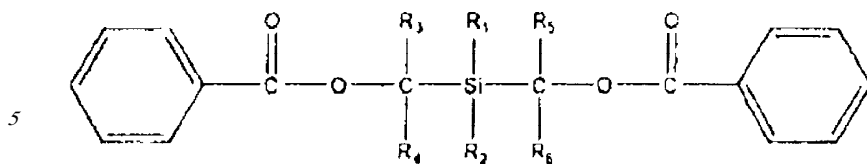
Как демонстрируют данные в Таблице 9, активность и стереоселективность катализатора могут быть модифицированы в результате изменения структуры силилового диольного сложного эфира, в то время как эксплуатационные характеристики катализатора и свойства полимера остаются отличными от того, что имеет место для катализатора на основе DIBP.

Специально предусматривается то, что настоящее описание изобретения не ограничивается вариантами осуществления и иллюстрациями, включенными в настоящий документ, а включает модифицированные формы данных вариантов осуществления, в том числе части вариантов осуществления и комбинации элементов различных вариантов осуществления, попадающих в объем следующей далее формулы изобретения.

### Формула изобретения

1. Композиция прокатализатора, включающая комбинацию из магниевого фрагмента, титанового фрагмента и внутреннего донора электронов, при этом внутренний донор электронов включает силиловый сложный эфир, имеющий

структуру:



где  $R_3$ - $R_6$  представляют собой водород,  $R_1$  и  $R_2$  являются идентичными или различными, и каждый выбирают из группы, состоящей из водорода и  $C_1$ - $C_6$  алкильной группы.

10 2. Композиция прокатализатора по п.1, где  $R_1$  и  $R_2$  являются идентичными или различными и каждый выбирают из группы, состоящей из водорода, метила, этила, н-пропила, изопропила, н-бутила, изобутила, трет-бутила и их комбинации.

15 3. Композиция прокатализатора по п.1, где  $R_1$  и  $R_2$  являются идентичными и выбираются из группы, состоящей из метила, этила.

4. Композиция прокатализатора по любому из пп.1-3, включающая бензоат.

5. Композиция катализатора, включающая: композицию прокатализатора, включающую силиловый сложный эфир, по п.1; и сокатализатор.

20 6. Композиция катализатора по п.5, включающая вещество, выбираемое из группы, состоящей из внешнего донора электронов, агента, ограничивающего активность, и их комбинаций.

7. Способ получения полимера на олефиновой основе, включающий:

25 введение в условиях проведения полимеризации, по меньшей мере, одного олефина в контакт с композицией катализатора по п.5; и получение полимера на олефиновой основе.

30

35

40

45

50