



(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 38644 A1** (51) Cl. internationale : **C08L 23/08; C08L 23/06**
- (43) Date de publication : **29.09.2017**

-
- (21) N° Dépôt : **38644**
- (22) Date de Dépôt : **09.05.2014**
- (30) Données de Priorité : **09.05.2013 EP 13167191.9**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/EP2014/059579 09.05.2014**
- (71) Demandeur(s) :
- **BOREALIS AG, IZD Tower Wagramerstrasse 17-19 A-1220 Vienna (AT)**
 - **ABU DHABI POLYMERS COMPANY LIMITED (BOROUGE) L.L.C., Sheikh Khalifa Energy Complex Borouge Tower Corniche Road P.O. Box 6925 Abu Dhabi (AE)**
- (72) Inventeur(s) : **BURYAK, Andrey ; REIN, Christian ; MONNISSEN, Luc ; JOHNSEN, Geir Kristian ; CHENG, Joy**
- (74) Mandataire : **SABA&CO**

-
- (54) Titre : **POLYÉTHYLÈNE HAUTE DENSITÉ**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un polymère de polyéthylène multimodal ayant un indice de fluidité (MFR2) compris entre 0,05 et 10,0 g/10 min, une densité supérieure ou égale à 940 kg/m³, un module en traction supérieur ou égal à 900 MPa

الملخص

بوليمر البولي ايثيلين متعدد الانماط له MFR₂ 0.05 الى 10.0 جرام/10 دقيقة،
كثافة 940 كيلو جرام/متر مكعب أو أكثر، معامل شد 900 ميغا باسكال أو أكثر وحيث
أن:

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

5

الوصف الكاملخلفية الاختراع

- يتعلق الاختراع الحالي ببوليمر بولي ايثيلين لأصناف تم تشكيلها بالحقن، على وجه التحديد لتصنيع الأغشية والسدادات. يتعلق الحالي أيضاً بعملية إنتاج البوليمر المذكور، أداة 5 تم تشكيلها بالحقن تضم البوليمر المذكور وباستخدام البوليمر المذكور لإنتاج أداة تم تشكيلها بالحقن مثل الاغشية والسدادات. نوع البولي ايثيلين بالاختراع هو بولي ايثيلين عالي الكثافة متعدد الأنماط له توزيع وزن جزيئي محدد مما يعطي الإمكانية لتكوين أدوات تم تشكيلها بالحقن بخصائص مميزة من ناحية مقاومة تصدعات الاجهاد ومعامل شد و مظهر الأداة.
- 10 قد يتم استخدام التشكيل بالحقن لعمل نطاق عريض من الأدوات المختلفة بما في ذلك الأدوات ذات الاشكال المعقدة نسبياً وبإحجام مختلفة. يعتبر التشكيل بالحقن مناسب لتصنيع الأدوات التي تستخدم كأغشية أو سدادات للأغذية و المشروبات، مثل الزجاجات المحتوية على مشروبات غازية أو غير غازية، أو لحاويات أدوات التجميل والمواد الصيدلانية.
- 15 التشكيل بالحقن هو عملية تشكيل يتم فيها صهر البوليمر وتعبئته ب قالب بالحقن. خلال الحقن الاولي، يتم استخدام ضغط عالي ويضغط البوليمر المنصهر. لهذا، مع حقن البوليمر المنصهر بالقالب يتمدد ليملى القالب. بالرغم من ذلك يكون القالب عند درجة حرارة أقل من البوليمر المنصهر، و بالتالي يبرد البوليمر المنصهر، و يبدء الانكماش. لمعالجة آثار ذلك، يتم تطبيق ضغط خلفي. يتم تبريد البوليمر المنصهر أكثر حتى يمكن إزالة الأداة 20 المتكونة من القالب بدون تشوهات.
- الخاصية الهامة بالأداة المتشكلة بالحقن هي مقاومتها لتصدعات الاجهاد. سيتضح أن الأدوات المتكونة بالحقن بالاختراع ليست هشة و بالتالي فلها مقاومة تصدعات كبيرة. بالرغم من ذلك فزيادة مقاومة تصدعات الاجهاد، بشكل عام ترتبط بانخفاض بقوة الشد، مثال بمعامل الشد. سيتضح ايضاً أن الأداة المتكونة بالحقن صلبة. هذا الانخفاض بمعامل الشد يميز البولي ايثيلين عالي الكثافة، قدم المبتكرين الحاليين بولي ايثيلين عالي الكثافة 25

- جديد، تم تطويره خصيصاً للأغطية والسدادات، له مقاومة تصدعات اجهاد و معامل شد عالية. لزيادة التحدي، فهذه التحسينات لا يجب أن تكون على حساب معالجة البوليمر أو
- مظهر الأداة. يلزم الحفاظ على أو تحسين معالجة البوليمر لتحقيق متطلبات العميل. يتم إنتاج الأدوات المتشكلة بالحقن بسرعة وأي اختزال بقابلية معالجتها يمكن أن يزيد زمن الدورة و بالتالي يُقلل كفاءة العملية.
- توصل المخترعين الحاليين الى أن البولي ايثيلين العالي الكثافة يملك علاقة محددة بخصائص الوزن الجزيئي عند معدلات تدفق منصهر مناسبة لعملية التشكيل بالحقن، يصف الاختراع الحالي بولي ايثيلين عالي الكثافة متعدد الانماط له وزن جزيئي معدل يؤدي الى تحسين في اختبار زحف الشق الكامل FCNT بدون اختزال بمعامل الشد. تم تحسين FCNT 10 كثيراً مقارنة بعدد كبير من البوليمر التجاري. بالإضافة الى ذلك، فالأغطية و السدادات التي يتم إنتاجها بهذا النوع من البوليمر لها سمات افضل، خاصة من ناحية الاطراف المدببة والمنحرفة.
- عندما يتشكل غطاء أو سداة بعملية الصب بالحقن، فهناك تشوه بسيط عند نقطة الحقن أعلى الغطاء. يكون هذا التشوه عبارة عن جزء مرتفع بقمة الغطاء ويسمى طرف علوي. بالرغم من ذلك فمن الصعب ملاحظته بالعين المجردة. بواسطة البوليمرات بالاختراع الحالي يقل حجم الطرف العلوي كثيراً.
- الأشكال 1 و 2، توضح الطرف العلوي (شكل 2) الذي يتمدد بطريقة غير مرغوبة، وطرف علوي منخفض (بارتفاع أقل من 0.5 مم-شكل 1) و هو المرغوب في الصناعة.
- علاوة على ذلك، عند اكتمال عملية الصب بالحقن، تظهر مشكلة اضافية و هي تكون ليفة منحرفة من البوليمر تتكون اعلى الغطاء عند نقطة الحقن وتتحرك بعيداً عن فوهة قالب الحقن بعملية الصب بالحقن المستمرة. إذا كانت عملية التشكيل بالحقن والبوليمر المستخدم غير مناسبة لعملية التشكيل بالحقن، فقد ينكمش البوليمر المنصهر لتكوين تلك الاليف المنحرفة. يقلل البوليمر بالاختراع تكون هذه الاليف المنحرفة. يوضح شكل 3 تكون الليفة المنحرفة أعلى الغطاء. قد يكون للاليف المنحرفة آثار خطيرة على العمليات التي تتم بعد ذلك على الغطاء، مثال، الطباعة على الغطاء.

- يعتمد الاختراع الحالي على استخدام البوليمرات التي لها توزيع وزن جزئي مقارنة مع قيم M_z ، M_n و M_w . توصل المخترعين الحاليين الى أن قيم M_z ، M_n و M_w . للبوليمر تزيد. على وجه التحديد، يجب أن تكون نسبة M_z/M_w منخفضة مقارنة بنسبة M_w/M_n . العلاقة في عنصر الحماية I تُحدد بوليمر له ذيل وزن جزئي عالي اقل وضوحاً. لا يمنع ذلك امتلاك البوليمر لتوزيع وزن جزئي عريض نسبياً M_w/M_n .
- 5 بدون الاقتصار على النظرية، قد تكون مشكلة الليفة المنحرفة كبيرة نتيجة وجود سلاسل وزن جزئي عاليه ضمن البوليمر. نتيجة أن البوليمر بالاختراع له ذيل وزن جزئي عالي اقل وضوحاً مما يقلل الليفة المنحرفة. أيضاً، يقترح المخترعين أن M_z/M_w العالية قد تؤدي الى تكون اطراف عليا للبوليمر مما يعطي امكانية تكون طرف علوي منخفض.
- 10 الأطراف العليا صغيرة جداً مما يجعلها غير عملية. أيضاً، يتم إنتاج الأغشية سريعاً باعداد كبيرة و كذلك تكلفة عملية القطع لعدد كبير من الأغشية. يمكن أيضاً تحقيق الخصائص المفيدة للبولي ايثيلين عالي الكثافة بدون فقد قابلية المعالجة. مرة أخرى، العلاقة بين سلاسل M_w العالية و M_w المنخفضة ضمن البوليمر للاختراع يعني أن قابلية المعالجة للبوليمرات ممتازة.
- 15 تم وصف مركبات البولي ايبيلين عالي الكثافة، في EP-A-1940942 لتطبيقات الصب بالنفخ. تضم المركبات خليط من البولي ايثيلين عالي الكثافة متعدد الانماط وبوليمر متعدد الأنماط M_w عالي لتكوين مركب ثنائي النمط. لا تُحقق البوليمرات النسبة في عنصر الحماية.
- 20 قارن المخترعين الحاليين البوليمر المبتكر بنطاق كبير من الصب بالحقن التجارية بمعامل شد كبير ليعطي علاقة بعنصر الحماية I لا يوجد بالبوليمرات التجارية.

الوصف العام للاختراع

يوفر الاختراع بوليمر بولي ايثيلين متعدد الانماط له MFR₂ من 0.05 الى 10.0 جرام/10 دقائق، كثافة 940 كيلو جرام/متر مكعب أو أكثر، معامل شد 900 ميغا باسكال

5 أو أكثر حيث أن

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

بشكل مفضل، يضمّ البوليمر البولي ايثيلين المتعدد الانماط مكون مبلمر متجانس ذي وزن جزيئي أقل ومكون مبلمر مشترك ذي وزن جزيئي أكبر، على سبيل المثال مع مونومير مشترك ألفا أولفين C3-12.

وبالتالي، يوفر الاختراع بوليمر بولي ايثيلين متعدد الانماط له مكون مبلمر متجانس ذي وزن جزيئي أقل ومكون مبلمر مشترك ذي وزن جزيئي أكبر، على سبيل المثال مع مونومير مشترك ألفا أولفين C3-12 وله MFR₂ من 0.05-10،0 غ/10 دقائق، وكثافة من 940 كغ/م³ أو أكثر، ومعامل شدّ من 900 ميغا باسكال أو أكثر، وحيث

15

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

البوليمر المبتكر له نسبة Mw/Mn كبيرة و نسبة Mz/Mw صغيرة. يؤدي تركيب التوزيع الجزيئي لأدوات الصب بالحقن، و على وجه التحديد أغطية و سدادات، له سمات جيدة (مثال، طرف علوي منخفض و ليفة منحرفة اقل).

يوفر الاختراع بولي ايثيلين عالي الكثافة متعدد الانماط له MFR₂ من 0.05 الى 10.0 جرام/10 دقائق، كثافة 940 كيلو جرام/متر مكعب، معامل شد 900 ميغا باسكال

20 أو أكثر، حيث أن

$$\frac{M_w^2}{M_n M_z} \geq 2.8$$

وحيث

بشكل مفضل، يضمّ البوليمر البولي ايثيلين المتعدد الانماط مكون مبلمر متجانس

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

ذي وزن جزيئي أقل ومكون مبلمر مشترك ذي وزن جزيئي أكبر، على سبيل المثال مع مونومير مشترك ألفا أولفين C3-12.

وبالتالي، يوفر الاختراع بوليمر بولي ايثيلين متعدد الانماط له مكون مبلمر متجانس ذي وزن جزيئي أقل ومكون مبلمر مشترك ذي وزن جزيئي أكبر، على سبيل المثال مع مونومير مشترك ألفا أولفين C3-12 وله MFR_2 من 0.05-10.0 غ/10 دقائق، وكثافة من 940 كغ/م³ أو أكثر، ومعامل شدّ من 900 ميغا باسكال أو أكثر، وحيث

$$\frac{M_w^2}{M_n M_z} \geq 2.8 \text{ وحيث}$$

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

يوفر أداة تم تشكيلها بالحقن أو الضغط، مثل غطاء أو سدادة تضم بوليمر كما تم تحديده هنا. قد تزن تلك الأغشية أو السدادات 1 إلى 10 جرام. بالرغم من ذلك، قد يكون للأغشية و السدادات بالاختراع طرف علوي له ارتفاع أقل من 0.5 مم، مثل ارتفاع أقل من 0.25. يوفر الاختراع استخدام البوليمر في تصنيع أداة بالصب بالحقن أو الضغط، مثل الاغشية أو السدادات.

5

يوفر الاختراع عملية لتجهيز البولي ايثيلين و تضم:

بلمرة الايثيلين واختيارياً على الأقل C3-10 الفا اولفين بوليمر احادي متحد لتكوين مكون له وزن جزيئي منخفض (A)، و

بلمرة الايثيلين واختيارياً على الأقل C3-10 ألفا أولفين بوليمر احادي متحد في وجود

10 مكون (A) لتكوين مكون له وزن جزيئي أعلى. يضم الاختراع إضافياً صب بالحقن أو الضغط لإنتاج أداة. بشكل مفضل، يضم البوليمر البولي ايثيلين المتعدد الانماط الناتج في هذه العملية مكون مبلمر متجانس ذي وزن جزيئي أقل ومكون مبلمر مشترك ذي وزن جزيئي أكبر، على سبيل المثال مع مونومير مشترك ألفا أولفين C3-12.

تعريفات

يشير الاصطلاح Mz الى z وزن جزيئي متوسط للبوليمر . يتم قياس Mz بعمل
اتزان حراري ديناميكي حيث التوزيع الجزيئي بناء على حجم الجزيئ. Mz أكثر حساسية من
المتوسطات الاخرى للجزيئات الاكبر الموجوده في العينة و بالتالي فالقيم المقررة في
الاختراع الحالي تُمثل بوليمرات لها ذيل وزن جزيئي عالي اقل وضوحاً.
وسائل تنفيذ الاختراع:-

وجد أن بوليمر البولي ايثيلين العالي الكثافة بناء على الاختراع يوفر مادة محسنة
لعملية الصب بالانضغاط أو الحقن، على وجه التحديد للاغطية و السدادات، التي تحتوي
خصائص ميكانيكية جيدة جداً مثال، بدلالة FCNT و معامل الشد بقابلية معالجة جيدة و
بدلالة الطرف العلوي و الالياف المنحرفة. بالرغم من أن مشاكل الطرف العلوي و الليفة
المنحرفة ليست حرجة عند ضغط الغطاء، الا أن التحسينات في FCNT و معامل الشد
هامة بعملية صب الانضغاط للاغطية.

بوليمر الاختراع هو بوليمر بولي ايثيلين عالي الكثافة متعدد الانماط و قد يكون
بوليمر ايثيلين احادي متجانس أو بوليمر ايثيلين متحد. يُقصد بالبوليمر ايثيلين المتحد بوليمر
أغلب وزنه وحدات ايثيلين غير متبلرة. يعتبر اسهام الوحدات الغير متبلرة المتحدة بنسبة
10% لكل مول، 5% لكل مول. بالرغم من ذلك فهناك نسب منخفضة من الوحدات الغير
متبلرة المتحدة في البوليمرات بالاختراع الحالي مثل 0.1 الى 2 لكل مول، 0.1 الى 1 لكل
مول.

الوحدات الغير متبلرة القابلة للبلورة الاخرى يفضل أن تكون C3-10، C3-20، الفا
اولفين، على وجه التحديد الوحدات الغير متبلرة الغير متشعبة بالايثيلين الاحادية أو
المتعددة، على وجه التحديد C3-10 الفا اولفين مثل البروبان، -oct، hex-1-ene، but-1-ene،
1-ene، و 4-methyl-pent-1-ene. يفضل أكثر استخدام الهكسان و البيوتان. يوجد وحدات
غير متبلرة متحدة.

من المفضل أن يكون بوليمر الاختراع هو بوليمر متحد و بالتالي يضم ايثيلين و
وحدة غير متبلرة واحدة على الاقل هي البيوتان.

البوليمر في الاختراع متعدد الانماط و بالتالي يضم مكونين على الاقل. يفضل أن

يضم البوليمر بالاختراع

(h) المكون المنخفض الوزن الجزيئي هو ايثيلين احادي متجانس أو بوليمر متحد اول.

(ب) المكون العالي الوزن الجزيئي هو ايثيلين احادي متجانس أو بوليمر متحد ثاني.

5 يفضل بشكل عام اذا كان المكون عالي الوزن الجزيئي له Mw على الاقل 5000 اعلى من المكون منخفض الوزن الجزيئي، مثل على الاقل 10000.

البولي ايثيلين العالي الكثافة متعدد الانماط. عادة، يضم مركب بولي ايثيلين جزئي

بولي ايثيلين على الاقل، التي تم إنتاجها في ظل ظروف بلمرة مختلفة مما يؤدي الى اوزان

جزيئية (متوسط اوزان جزيئية) مختلفة و توزيعات وزن جزيئي مختلفة لتلك الاجزاء، يُشار

10 لها "متعددة الانماط". بناء عليه، في هذه الحالة مركبات الاختراع هي بولي ايثيلين متعدد الانماط. ترتبط البادئة "متعدد" بعدد مختلف من اجزاء البوليمر المكونة. لهذا، على سبيل المثال، يتألف المكون من جزئين تسمى "ثنائي الانماط".

صورة منحني توزيع الوزن الجزيئي، اي، مظهر شكل جزء وزن البوليمر كدالة في

وزنها الجزيئي، يتضح أن البولي ايثيلين متعدد الانماط قيمتين قصوى أو أكثر أو على الاقل

15 عريض بشكل مميز مقارنة بمنحنيات الاجزاء المختلفة.

على سبيل المثال، اذا تم إنتاج البوليمر بسلسلة عمليات متعددة المراحل، ترتبط

مفاعلات غير متداخلة بسلسلة و باستخدام ظروف مختلفة بكل مفاعل، يتم إنتاج اجزاء

البوليمر بمفاعلات مختلفة لها توزيع وزنها الجزيئي الخاص و متوسط وزن جزيئي

خاص. عند تسجيل منحني توزيع الوزن الجزيئي لهذا البوليمر، تتراكب منحنيات هذه الاجزاء

20 في منحني توزيع وزن جزيئي لمنتج البوليمر النهائي الكلي، تحمل منحني قيمتين قصوى أو قيم مختلفة.

يفضل أن يكون للبوليمر بالاختراع MFR_2 5 جرام/لكل 10 دقائق أو اقل، يفضل

10/4.5 دقائق أو اقل، مثل 3.5 جرام/10 دقائق أو اقل، الاكث تفضيلاً 2.8 جرام/10

دقائق أو اقل، خاصة 2 جرام/10 دقائق أو اقل، 1.5 جرام/10 دقائق، مثل 1.1 جرام/10

25 دقائق أو اقل، أكثر تحديداً 1.0 جرام/10 دقائق أو اقل. يفضل أن يكون للبوليمر MFR_2 0.1 جرام/10 دقائق، مثل 0.3 جرام/10 دقائق.

- يفضل أن يكون للبوليمر بالاختراع MFR₂₁ 20 الى 100 جرام/10 دقائق، مثل 25 الى 90 جرام/10 دقائق، 30 الى 80 جرام/10 دقائق، اكثر تفضيلاً 30 الى 60 جرام/10 دقائق.
- يفضل أن يكون البوليمر بالاختراع MFR₅ 0.5 الى 20 الى 20 جرام/10 دقيقة، مثل 0.8 الى 15 جرام/10 دقائق، يفضل 1 الى 10 جرام/10 دقائق.
- 5 كثافة البوليمر يفضل أن تكون 940 كيلو جرام/متر مكعب أو أكثر. بوليمرات الاختراع لها كثافة بولي ايثيلين، بولي ايثيلين عالي الكثافة. أكثر تفضيلاً، للبوليمر كثافة 945 كيلوجرام/متر مكعب أو أكثر، اكثر تفضيلاً 950 كيلوجرام/متر مكعب أو أكثر، 952 كيلوجرام/متر مكعب أو أكثر، و الأكثر تفضيلاً 954 كيلوجرام/متر مكعب أو أكثر. علاوة على ذلك، يفضل أن تكون كثافة البوليمر 970 كيلوجرام/متر مكعب أو اقل، و اكثر تفضيلاً 965 كيلوجرام/متر مكعب أو اقل. نطاق الكثافة المثالي هو 950 الى 960 كيلوجرام/متر مكعب.
- يفضل، أن يكون للبوليمر بالاختراع معامل شد على الاقل 900 كيلو بسكال، اكثر تفضيلاً 910 كيلو بسكال.
- البوليمر له مقاومة تصدعات اجهاد بيئي مقاسة باختبار NFCT لمدة 30 ساعة أو أكثر، يفضل أكثر 40 ساعة أو أكثر، يفضل اكثر 50 ساعة أو أكثر.
- 15 على وجه التحديد، بوليمر الاختراع له كل من معامل شد على الاقل 900 ميغا بسكال و NFCT لمدة 50 ساعة أو أكثر.
- سيوضح أن الوزن الجزيئي و التوزيع الجزيئي لبوليمرات الاختراع هامة. يفضل أن يكون للبوليمر بولي ايثيلين توزيع وزن جزيئي Mw/Mn، نسبة متوسط الوزن الجزيئي Mw و عدد الوزن الجزيئي المتوسط Mn، 10 أو أكثر، اكثر تفضيلاً 12 أو أكثر، الأكثر تفضيلاً 14 أو أكثر.
- يفضل أن يكون للبوليمر Mw/Mn 30 أو أكثر، الأكثر تفضيلاً 25 أو اقل. الوزن الجزيئي المتوسط Mw للبوليمر يفضل أن تكون 100 KD. علاوة على ذلك، يفضل أن يكون Mw للمركب على الأكثر 300 KD، الأكثر تفضيلاً 275 KD.
- 25 يفضل أن لا تزيد نسبة Mz/Mw عن 8.0/8.0 اكثر تفضيلاً 7.0، خاصة 6.5. يفضل أن تكون نسبة Mz/Mw على الاقل 3.0، اكثر تفضيلاً على الاقل 3.5. القيمة الفعلية Mz

تكون في النطاق 3.0، أكثر تفضيلاً على الأقل 3.5. القيمة الفعلية Mz يفضل أن تكون بالنطاق KD 400 الى KD 700، مثل KD 450 الى KD 600.

قيمة النسبة $Mw^2/MnMz$ يفضل أن تكون على الأقل 2.8، مثل على الأقل 2.9، خاصة على الأقل 3.0. يفضل أن لا تزيد هذه القيمة عن 5.0.

5 قيمة $0.29(Mw/Mn) + 0.8$ يفضل أن تكون بين 4.25 و 6.25 مما يعني ان قيمة Mz/Mw ينبغي ان تكون اقل من ذلك.

على وجه التحديد، يفضل اذا كانت Mz/Mw على الأقل 0.25، يفضل اكثر 0.5،

خاصة 0.75 اقل، الأكثر تفضيلاً 1.0 اقل من قيمة $0.29Mw/Mn + 0.8$.

في تجسيم اخر قيمة المعادلة يفضل أن تكون

$$10 \quad (1.05 Mz)/Mw \leq (0.29Mw/Mn) + 0.8$$

$$(1.1 Mz)/Mw \leq (0.29Mw/Mn) + 0.8$$

$$(1.15 Mz)/Mw \leq (0.29Mw/Mn) + 0.8;$$

أو

$$(1.2 Mz)/Mw \leq (0.29Mw/Mn) + 0.8$$

15 تُبين هذه المعادلات ان الفرق بين Mz/Mw و $(0.29Mw/Mn) + 0.8$ كبير.

علاقات الوزن الجزيئي بالمعادلات في عناصر الحماية I تحدد بولي ايثيلين عالي الكثافة بتركيز اعلى لمحتوى اكثر من سلاسل جزيئية منخفضة و المحتوى الاقل لسلاسل الوزن الجزيئي العالي. بالرغم من تأثير ذلك على قيمة Mz ، فقيمة Mw/Mn مستقلة. هذا الترتيب لتوزيع الوزن الجزيئي يؤدي الى خصائص مميزة يتم ملاحظتها بالتطبيق الحالي.

20 كما سبق، يفضل أن يضم بوليمر الاختراع مكون وزن جزيئي منخفض (ا) و مكون وزن جزيئي اعلى (ب). نسبة الوزن الجزيئي للمكون (ا) الى المكون (ب) في المركب تقع 70:30 الى 30:70 أكثر تحديداً 65:35 الى 35:65، الأكثر تفضيلاً 60:40 الى 40:60. في بعض التجسيمات قد تكون النسبة 45 الى 55% للمكون (ا) و 55 الى 45 من نسبة الوزن للمكون (ب)، مثل 45 الى 52% للمكون (ا) و 55 الى 48% للمكون (ب).

25 وجد ان افضل نتائج تم الحصول عليها. عندما مكون HMW موجود بنفس النسبة أو حتى

- قريب، مثال 50 الى 54 من نسبة الوزن لمكون HMW للمكون (ب) و 50 الى 46 % للمكون (ا).
- قد تكون المكونات (أ) و (ب) هي ايثيلين بوليمر متحد أو ايثيلين بوليمر متجانس، بالرغم من ذلك فمن المفضل واحد على الاقل من المكونات هو ايثيلين البوليمر المتحد. يفضل، يضم البوليمر ايثيلين بوليمر احادي متجانس و مكون ايثيلين بوليمر متحد. 5
- حيث أن واحد من المكونات هو ايثيلين بوليمر احادي متجانس، يفضل أن يكون المكون ذا الوزن جزيئي متوسط (Mw)، اي، المكون (ا). بالتالي فافضل بوليمر هو مكون البوليمر الاحادي المتجانس ذا الوزن الجزيئي المنخفض (ا) مع مكون له وزن جزيئي اعلى (ب)، مكون الوزن الجزيئي الاعلى هو ايثيلين بيوتان.
- يفضل أن يكون لمكون الوزن الجزيئي المنخفض (ا) MFR₂ 10 جرام/10 دقائق أو اعلى، الأكثر تفضيلاً 50 جرام/10 دقائق أو اعلى، و الأكثر تفضيلاً 100 جرام/10 دقائق أو اعلى.
- علاوة على ذلك، المكون (ا)، له MFR₂ 1000 جرام/10 دقائق أو اقل، يفضل 800 جرام/10 دقائق أو اقل، و الأكثر تفضيلاً 600 جرام/10 دقائق أو اقل.
- علاوة على ذلك، المكون (ا)، له MFR₂ 1000 جرام/10 دقائق أو اقل، يفضل 800 جرام/10 دقائق أو اقل، و الأكثر تفضيلاً 600 جرام/10 دقائق أو اقل. 15
- يفضل أن يكون المكون (ا) له متوسط وزن جزيئي 10 KD أو أكثر، الأكثر تفضيلاً 20 KD أو اعلى. Mw للمكون (ا) يفضل أن تكون 90 KD أو اقل، الأكثر تفضيلاً 80 KD أو اقل، و الأكثر تفضيلاً 70 KD أو اقل.
- يفضل، المكون (ا) هو ايثيلين بوليمر احادي متجانس أو متحد بكثافة على الاقل 965 كيلوجرام/متر مكعب.
- الأكثر تفضيلاً، المكون (ا) هو ايثيلين بوليمر أحادي متجانس. إذا كان المكون (أ) بوليمر متحد، يفضل أن تكون الوحدة غير المتبلرة المتحدة هي 1-بيوتان. يكون محتوى الوحدة غير المتبلرة المتحدة للمكون (أ)، إذا كانت بوليمر متحد بكثافة، منخفض جداً، مثل أقل من 0.2 مول %، بشكل مفضل أقل من 0.1 مول %، بشكل خاص أقل من 0.05 مول %. 25
- بالتالي، يكون ثمة خيار مفضل أكثر هو أن يكون المكون (أ) بوليمر أحادي متجانس أو

بوليمر متحد مع محتوى منخفض، مثل أقل من 0.2 مول %، بشكل مفضل أقل من 0.1 مول %، بشكل خاص أقل من 0.05 مول %. كلما كانت Mw أكبر، يكون المكون (ب) بوليمر متحد بشكل مفضل.

يفضل أن يكون لمكون الوزن الجزيئي العالي (ب) KD 60 Mw أو أعلى، الأكثر تفضيلاً KD100 أو أعلى. علاوة على ذلك، يفضل أن يكون للمكون (ب) قيمة 500 Mw 5 KD أو أقل، الأكثر تفضيلاً KD 400 أو أقل.

يفضل، المكون (ب) هو ايثيلين بوليمر أحادي متجانس أو متحد بكثافة أقل من 965 كيلو جرام/متر مكعب.

الأكثر تفضيلاً، المكون (ب) هو بوليمر متحد. يفضل الايثيلين بوليمر المتحد مستخدماً الفا-اولفينات (مثال، C3-12 الفا اولفين) كوحدة غير متبلرة متحدة. تشمل الامثلة المناسبة للالفا اولفينات but-1-ene, hex-1-ene و oct-1-ene But-1-ene الأكثر تفضيلاً كوحدة غير متبلرة متحدة.

حيث أن سمات المكونات (أ) و/أو (ب) للمركب بالاختراع الحالي، هذه القيم عامه تصلح لحالات حيث يمكن قياسها مباشرة للمكون المناظر، مثال، عند إنتاج المكون منفصلاً أو تم إنتاجه بالمرحلة الاولى بالمعالجة المتعددة المراحل. بالرغم من ذلك، فقد يكون المركب 15 ايضاً تم إنتاجه بمعالجة متعددة المراحل حيث مثال، المكونات (ا) و (ب) تم إنتاجها بمراحل لاحقة. في هذه الحالة، خصائص المكونات التي تم إنتاجها بالخطوة الثانية (او الخطوات الاضافية) للمعالجة المتعددة المراحل يمكن ان تكون مشتقة من البوليمر، تم إنتاجها منفصلة بمرحلة وحيدة بتطبيق ظروف بلورة متماثلة (مثال، درجة حرارة متماثلة، ضغوط جزئية متماثلة للمتفاعلات، وسط التعليق، زمن التفاعل) بالنسبة الى مرحلة المعالجة 20 المتعددة المراحل للإنتاج، و باستخدام عامل تحفيز لا يشمل بوليمر تم إنتاجه مسبقاً. بديلاً، خصائص المكونات التي تم إنتاجها بالمرحلة الاعلى للمعالجة المتعددة المراحل قد يتم حسابها، مثال، بناء على ب. مؤتمر هاجستروم Hagström، عن معالجة البوليمر (مجموعة معالجة البوليمر)، ملخصات موسعة و برنامج نهائي، جوثبرج، أغسطس 19 الى 21، 1997، 4:13.

لهذا، بالرغم من عدم قياسها مباشرة بمنتجات المعالجة المتعددة المراحل، خصائص المكونات التي تم إنتاجها بالمراحل الاعلى للمعالجة المتعددة المراحل يمكن تحديدها بتطبيق اما أو كل من الطرق السابقة.الماهر بالفن قادر على اختيار الطريقة المناسبة.

قد يتم إنتاج البولي ايثيلين المتعدد الانماط (مثال، ثنائي النمط) كما وصف بالاعلى بالخلط الميكانيكي لاثنتين أو أكثر من البولي ايثيلين (بولي ايثيلين احادي النمط) لها قمة مركزية 5 مختلفة بتوزيع الوزن الجزئي.البولي ايثيلين الاحادي الغير متبلر اللازم الى الخلط قد يكون متوفر تجارياً أو قد يتم اعداده باستخدام اي اجراء تقليدي معروف للماهر بالفن.كل من البولي ايثيلين المستخدم في مزج و/او تركيب البوليمر النهائي قد يكون له خصائص موصوفة مسبقاً لمكون الوزن الجزئي المنخفض، مكون الوزن الجزئي المرتفع و المركب 10 على الترتيب.

يفضل أن تتضمن عملية الاختراع

بلمرة الايثيلين و اختياريًا على الاقل C3-10 الفا اولفين بوليمر احادي متحد لتكوين مكون له وزن جزئي منخفض (A)، و

بلمرة الايثيلين و اختياريًا على الاقل C3-10 الفا اولفين بوليمر احادي متحد في

وجود مكون (A) لتكوين مكون له وزن جزئي اعلى(ب).

يفضل اذا ما تم إنتاج مكون واحد على الاقل بتفاعل طور الغاز.

يفضل ايضاً، واحد من المكونات (ا) و (ب) من مركب البولي ايثيلين، يفضل

المكون (أ)، تم إنتاجه بتفاعل طمي، يفضل بمفاعل حلقي، و واحد من المكونات (أ)

و(ب)، يفضل المكون (ب)، تم إنتاجه بتفاعل طور الغاز.

يفضل ، قد يتم إنتاج مركب البولي ايثيلين المتعدد الانماط بعملية بلمرة باستخدام ظروف

خلق منتج البوليمر المتعدد الانماط (ثنائي النمط)، مثال استخدام نظام تحفيز أو خليط

تحفيز مع اثنتين أو أكثر من مواقع المحفزات المختلفة، كل موقع تم الحصول عليه من موقع

التحفيز السابق له، أو باستخدام اثنتين أو أكثر من المراحل، اي، المراحل المتعددة، بعملية

البلمرة باختلاف الظروف بكل مرحلة أو منطقة (مثال، درجات حرارة منخفضة، ضغوط

مختلفة، وسط بلمرة، ضغوط هيدروجين جزئية، الى اخره).

25

يفضل، إنتاج المركب المتعدد الانماط (مثال، ثنائي النمط) ببلمرة الايثيلين المتعددة المراحل ، مثال، باستخدام سلسلة من المفاعلات، مع اضافة وحدة غير متبلرة متحدة يفضل في مفاعل واحد المستخدم لإنتاج مكونات الوزن الجزيئي الاعلى أو وحدات غير متبلرة متحدة مستخدمة في كل مرحلة. يتم تعريف عملية متعددة المراحل بعملية بلمرة فيها بوليمر يضم اثنين أو أكثر من المكونات التي يتم إنتاجها بإنتاج كل من أو على الاقل مكوني 5 البوليمر بمرحلة تفاعل منفصلة، بطروف تفاعل مختلفة بكل مرحلة، في وجود منتج تفاعل للمرحلة السابقة يضم محفز بلمرة. تفاعلات البلمرة المستخدمة بكل مرحلة قد تتضمن تفاعلات الايثيلين احادي البوليمر المتجانس أو بوليمر متحد، مثال طور الغاز، طور الطمي، طور السائل، باستخدام المفاعلات التقليدية، مثال، المفاعلات الحلقية، مفاعلات المرحلة الغازية، مفاعلات دفعية الى اخره (أنظر على سبيل المثال WO97/44371 و 10 WO96/18662).

أيضاً يتم تخصيص مركبات البوليمر التي يتم إنتاجها بالمعالجة المتعددة المراحل كخليط بالموقع.

بناء عليه، فمن المفضل أن المكونات (ا) و (ب) لمركبات البولي ايثيلين تم إنتاجها 15 بمراحل مختلفة للمعالجة المتعددة المراحل. يفضل، ان تضم المعالجة المتعددة المراحل مرحلة طور غازي واحدة على الاقل فيها، يفضل، إنتاج المكون (ب). يفضل اضافياً، إنتاج المكون (ب) بمرحلة لاحقة في وجود المكون (ا) الذي تم إنتاجه بمرحلة سابقة.

من المعروف لإنتاج بوليمرات الاولفين المتعددة الانماط، على وجه التحديد الثنائية النمط، 20 مثل البولي ايثيلين المتعدد النمط، بمعالجة متعددة المراحل يضم مفاعلين أو أكثر متصلين على التوالي. في الفن السابق، قد تتم الإشارة الى EP 517 868، المدرج هنا كمرجع، بما في ذلك تجسيماته المفضله كما وصف هنا، كمعالجة متعددة المراحل مفضلة لإنتاج مركب البولي ايثيلين بناء على الاختراع.

يفضل، تنفيذ البلمرة الرئيسية بالمعالجة المتعددة المراحل لإنتاج مركب بناء على الاختراع كما وصف في EP 517 868 اي، إنتاج المكونات (ا) و (ب) كتركيبية من بلمرة الطمي للمكون (ا) // بلمرة طور الغاز للمكون (ب).
بلمرة الطمي يفضل أن تتم فيما يسمى مفاعل حلقي.

5 يفضل اضافة و بشكل مفيد، قد تسبق مراحل البلمرة الرئيسية البلمرة القبلية، فيها حتى 20% من الوزن، يفضل 1 الى 10 % من الوزن الأكثر تفضيلاً من 1 الى 5% من الوزن للمركب الكلي. يفضل أن يكون البوليمر القبلي ايثيلين بوليمر أحادي متجانس (بولي ايثيلين عالي الكثافة). بالبلمرة القبلية، يفضل أن جميع المحفزات يتم شحنها بالمفاعل الحلقي و تتم البلمرة القبلية كبلمرة طمي. هذه البلمرة القبلية تؤدي إلى جسيمات أقل تُنتج في المفاعلات التالية و لمنتج أكثر تجانساً يتم الحصول عليه بالنهاية.

10 يشمل محفز البلمرة محفز تنسيق لمعدن انتقالي، مثل Ziegler-Natta (ZN)، جزئ معدني، غير معدني، محفزات Cr الى اخره. قد يتم دعم المحفز، مثال، بالدعامات التقليدية بما في ذلك السيلكا، الومنيوم يحتوي دعامة و ثاني كلوريد الماغنسيوم. يفضل أن يكون المحفز ZN، أكثر تفضيلاً محفز سيلكا يدعم ZN.

15 يفضل أن يضم محفز Ziegler-Natta اضافة مركب معدن مجموعة 4 (ترقيم المجموعات بناء على نظام IUPAC الجديد)، يفضل التيتانيوم، ثاني كلوريد الماغنسيوم و الالومنيوم.

قد يتوافر المحفز تجارياً أو يتم إنتاجه بناء على أو مماثلاً للوثيقة بالنسبة لاعداد المحفز المستخدم بالاختراع تتم الاشارة إلى WO2004055068 و WO2004055069

20 Borealis، EP 0 688 794 و EP 0 810 235. محتوي الوثائق مدرج هنا كمرجع. على وجه التحديد جميع التجسيمات للعامل الحفاز الموصوفة هنا و طرق تحضيره. يفضل على وجه التحديد العامل الحفاز Ziegler-Natta الموصوف في EP 0 810 235.

يتألف المنتج النهائي من مزيج بوليمرات من اثنين أو أكثر من المفاعلات، منحنيات توزيع الوزن الجزئي المختلفة لهذا البوليمرات معا تكون منحني توزيع الوزن الجزئي لها قمة عريضة أو اثنين أو أكثر، اي، المنتج النهائي ثنائي النمط أو متعدد النمط.

25

يفضل الراتنج الاساسي، اي، لتمامك كل البوليمرات، للمركب بناء على الاختراع هو مزيج ايثيلين ثنائي النمط للمكونات (ا) و (ب)، اختياريًا يضم اضافياً مكون بلمرة قبلية صغير بالكمية الموصوفة مسبقاً. يفضل ايضاً أن مزيج البوليمر الثنائي النمط تم إنتاجه بعملية بلمرة كما وصف بالاعلى في ظل ظروف بلمرة مختلفة في اثنين أو أكثر من المفاعلات المتصلة توالي. نتيجة المرونة بالنسبة لظروف التفاعل التي تم الحصول عليها، 5 فمن المفضل أن تتم البلمرة في تركيبة مفاعل حلقي/ مفاعل غازي.

يفضل، ظروف البلمرة في طريقة ثنائية المرحلة تم اختيارها حيث يتم إنتاج البوليمر منخفض الجزيئ لا يحتوي وحدة غير متبلرة متحدة بمرحلة واحدة، يفضل المرحلة الاولى، نتيجة المحتوى العالي لعامل انتقال السلسلة (غاز الهيدروجين) ، حيث البوليمر العالي الجزيئ له محتوى غير متبلر متحد يتم إنتاجه بمرحلة اخرى، يفضل المرحلة الثانية. قد 10 يكون ترتيب مراحل محدد.

في تجسيم مفضل للبلمرة بالمفاعل الحلقي يليه مفاعل طور غازي، درجة حرارة البلمرة بالمفاعل الحلقي يفضل أن تكون ضمن 85 الى 115 درجة مئوية، و الأكثر تفضيلاً 92 الى 100 درجة مئوية، و درجة حرارة المفاعل الغازي 70 الى 105 درجة مئوية، الأكثر تفضيلاً 75 الى 100 درجة مئوية، و 82 الى 97 درجة مئوية. 15

عامل انتقال السلسلة، يفضل الهيدروجين، تتم اضافته حسب الحاجة الى المفاعلات، و يفضل 100 الى 800 مول من الهيدروجين لكل كيلو مول من الايثيلين تتم اضافته الى المفاعل، عند إنتاج مكون LMW بهذا المفاعل ، و 50 الى 500 مول هيدروجين لكل كيلو مول تتم اضافته الى المفاعل الغازي عند إنتاجه مكون HMW.

في إنتاج مركب الاختراع الحالي، يفضل تطبيق خطوة ربط، حيث مكون الراتنج الاساسي، اي، خلط، الذي تم الحصول عليه كمسحوق راتنج اساسي من المفاعل، يتم بثقة باستخدام بانق ثم تحويله لحبوب بوليمر بطريقة معروفة بالفن. 20

قد يحتوي مركب البولي ايثيلين ايضاً على كميات صغيرة من اضافات مثل صبغات، عوامل ذرية، عوامل مانعه للاستاتيكتك، حشو، موانع تاكسد، الى اخره، عامة بكميات حتى 10% من الوزن، يفضل حتى 5% من الوزن. 25

اختيارياً، يمكن اضافة مكونات البوليمر الاخرى الى المركب خلال خطوة الربط بالكميات الموصوفة بالاعلى. يفضل، مركب الاختراع الذي يتم الحصول عليه من المفاعل تكون بالبنق مع اضافات اخرى بطريقة معروفة بالفن.

- قد يرتبط بوليمر البولي ايثيلين ايضاً مع مكونات بوليمر مثل البوليمرات الاخرى للاختراع، مع بولي ايثيلين عالي الكثافة أو مع بوليمرات مثل LLDPE أو LDPE. بالرغم 5 من ذلك أدوات الاختراع مثل الاغطية و السدادات يفضل على الاقل ان تكون 90% من وزن البوليمر بالاختراع، مثل على الاقل 95% من الوزن. في احد التجسيمات، تتكون الأدوات بشكل اساسي من البوليمر بالاختراع. الاصطلاح تتألف من بشكل اساسي يعني أن البوليمر بالاختراع هو البولي اولفين الوحيد الغير مضاف. سيوضح بالرغم من ذلك أن هذا البوليمر قد يحتوي على بوليمر قياسي بعضها موجوده على البولي اولفين (كما تدعى دفعة 10 رئيسية بالفن). الاصطلاح يتألف بشك اساسي من لا يستبعد وجود تلك الاضافات الداعمه.

تطبيقات

- إضافياً، يتعلق الاختراع الحالي بأداة تم تشكيلها بالحقن أو بالانضغاط، يفضل غطاء أو سدادة، تضم مركب بولي ايثيلين كما وصف بالأعلى واستخدام مركب البولي ايثيلين هذا لإنتاج أداة مصبوبة بالحقن أو الانضغاط، يفضل غطاء أو سداده. يفضل، 15 تصنيع الأدوات المصبوبة بالحقن.

قد يتم تنفيذ الصب بالحقن للمركب الموصوف بالاعلى باستخدام جهاز الصب بالحقن التقليدي. قد تتم عملية الصب بالحقن التقليدية عند درجة حرارة 190 الى 275 درجة مئوية.

- اضافياً، يتعلق الاختراع الحالي بأداة مصبوبة بالانضغاط، يفضل لاغطية أو السدادات، تضم بوليمر بولي ايثيلين كما وصف بالاعلى و لاستخدام بوليمر بولي ايثيلين لإنتاج أداة مصبوبة بالانضغاط، يفضل غطاء أو سداده. يفضل، استخدام مكون الاختراع في إنتاج الاغطية و السدادات.

- كما سبق، الاغطية والسدادات بالاختراع الحالي مميزة ليس فقط نتيجة خصائص FNCT و معامل الشد العالي، لكن أيضاً بسبب تقليل التشوه نتيجة الليفة المنحرفة و الطرف العلوي. بالتالي يفضل إذا لم تؤدي أي عملية صب بالحقن الى تكون ليفة منحرفة. 25

يفضل ايضاً اذا كانت الاغطية تضم بوليمر الاختراع له طرف علوي بارتفاع اقل من 0.5 مم، مثل 250 ميكرو أو اقل، مثال ميكرو أو اقل مثل 100 ميكرو أو اقل. مثالياً، يكون الطرف العلوي صغير جداً بحيث لا يمكن للانسان رؤيته على قمة الغطاء أو السدادة. احجام الاغطية و السدادات بالاختراع الحالي تقليدية، تم تصميمها بالتالي للزجاجات و ما شابه. تقريباً 2 الى 8 سم بالقطر الخارجي (مقاس عبر القمة المصممة للغطاء) اعتماداً على الزجاجاة و مزودة بلولب. ينبغي ان يكون ارتفاع الغطاء 0.8 الى 3 سم.

قد يتم تجهيز الغطاء أو السدادة بشرائط تمزق تتفصل عند الفتحة لأول مرة كما هو معروف بالفن. قد يتم تجهيز الاغطية ايضاً ببطانة.

10 سيتضح أن أي عامل تمت الاشارة اليه بالا على تم قياسه بناء على الاختبار المفصل فيما يلي. في اي عامل حيث تم الكشف عن تجسيم محدد أو عام، تلك التجسيمات التي تم الكشف عنها بارتباط مع التجسيمات المحددة و العامة للعامل.

شرح مختصر للرسومات

سيتم الآن وصف الاختراع بالاشارة الى الأمثلة الغير حصرية التالية والأشكال.

15 يوضح شكل 1 غطاء بطرف علوي مقبول. يوضح شكل 2 غطاء بطرف علوي. يوضح شكل 3 وجود ليفة منحرفة على الغطاء.

يوضح شكل 4 العلاقة بين Mz/Mw و Mw/Mn بمعادلة الاختراع.

يوضح شكل 5 FNCT في مقابل معامل الشد للبوليمرات للاختراع والفن السابق.

الوصف التفصيلي

20 طرق تطبيق الاختراع صناعياً:-

طرق الاختبار

يتم تحديد معدل تدفق المنصهر (MFR) بناء على ISO 1133 و موضح بجرام/10 دقائق. MFR مؤشر للزوجية المنصهر للبوليمر. يتم تحديد MFR عند 190 درجة مئوية بالنسبة الى البولي ايثيلين. الحمل الذي يتم تحديد معدل تدفق المنصهر عنده يتم تحديده و الاشارة بعلامة فرعية، MFR_2 يتم قياسه بحمل 2.16 كيلو جرام (الطرف د)، MFR_5 مقاس.

25

تحت حمل 5 كيلو جرام (الظرف ت) أو MFR₂₁ مقاس بحمل 21.6 كيلو جرام (الظرف ج).

تشير الكمية FRR (نسبة معدل التدفق) توزيع الوزن الجزيئي و توضح نسبة معدلات التدفق عند الاحمال المختلفة. تشير FRR_{21/2} الى قيمة MFR₂₁/MFR₂.

5 الكثافة

تم قياس كثافة البوليمر بناء على ISO 1183 / 1872-2B.

بهذا الاختراع يمكن حساب كثافة المزيج من كثافات المكونات بناء على:

$$\rho_b = \sum_i w_i \cdot \rho_i$$

حيث ρ_b كثافة المزيج

10 w_i وزن المكون بالمركب "i" بالمزيج و

ρ_i كثافة المركب "i".

تقدير كمي للتركيب المجهرى بواسطة الرنين المغناطيسي الطيفي

تم استخدام تقدير كمي بالرنين المغناطيسي الطيفي لتقدير محتوى الوحدات الغير

متبلمرة المتحددة بالبوليمر.

15 الكمية الطيفية NMR $\{^1\text{H}\}^{13}\text{C}$ تم تسجيلها في الحالة المنصهرة باستخدام الرنين

الطيفي Bruker Advance III 500 NMR يعمل عند 500.13 و 125.76 ميغا هرتز

بالنسبة الى ^1H and ^{13}C على الترتيب. تم تسجيل الطيف باستخدام ^{13}C المعدل برأس مجس

لولب زاوي 7 مم عند 150 درجة مئوية باستخدام غاز النيتروجين لجميع الهوائيات تقريباً

200 مللي جرام من المادة تم وضعها في جزء دوار 7 مم قطر خارجي و سرعة دوران 4

كيلو هرتز. تم استخدام مولد نبضات قياسي يستخدم NOE الانتقالي عند تاخير دوري صغير

3 ثواني {pollard04, klimke06} و مخطط ربط RS-HEPT {fillip05, griffin07}. عدد

كلي للانتقالات 1024 (1 كيلو) تم تجميعها لكل طيف. تم اختيار هذا الاعداد نتيجة

حساسيته العالية تجاة المحتوى المنخفض للوحدة الغير متبلمرة المتحددة.

الكمية الطيفية NMR $\{^1\text{H}\}^{13}\text{C}$ تم معالجتها، دمجها و تحديد خصائصها الكمية

25 باستخدام برامج التحليل الطيفي المهيئ. يتم الاشارة الى الازاحات الكميائية باشارة الميثيلين

(□+) عند 30.00 لفة بالدقيقة {randall89}.

إشارات الخصائص تناظر ادراج 1-بيوتان حيث تم ملاحظة أن (randall89) و جميع المحتويات تم حسابها بالنسبة الى جميع الوحدات الغير متبلرة الاخرى في البوليمر. إشارات الخصائص الناتجة عن عزل 1-بيوتان تشمل، أي وحدة غير متبلرة متحدة EEBE، تم ملاحظتها. دمج 1-بيوتان المعزول تم تقديرها باستخدام التكامل للإشارة عند 39.84 لفة بالدقيقة مخصصة *B2 موقع، حسابها لعدد مواقع لكل وحدة غير متبلرة

5

$$B = I_{B2}$$

بدون الإشارة الى الاشارات الأخرى لتتابعات الوحدات الغير متبلرة، اي، دمج الوحدات الغير متبلرة المتتابة، تم ملاحظتها ، تم حساب المحتوى الكي 1-بيوتان غير متبلر اعتمادا على كمية 1-بيوتان المعزول:

10

$$B_{total} = B$$

المحتوى النسبي للايثيلين تم تقديره باستخدام التكامل لإشارات الميثيلين (+) عند

30.00 لفة بالدقيقة

$$E = (1/2) * I_{\square+}$$

محتوى الميثيلين الكلي الغير متبلر تم حسابه اعتمادا على اشارات الميثيلين و

15

حساب وحدات اميثيلين الموجودة أو المجموعات الطرفية:

$$E_{total} = E + (5/2) * B$$

كمية المكون الكلية 1-بيوتان بالبوليمر تم حسابها

$$fB = (B_{total} / (E_{total} + B_{total}))$$

الوحدات الغير متبلرة الكلية 1-بيوتان بالمول الحالي تم حسابها من مول المكون

20

بالطريقة العادية:

$$B [mol\%] = 100 * fB$$

الوحدة الغير متبلرة الكلية 1-بيوتان من الوزن تم حسابها من مول المكون

$$B [wt\%] = 100 * (fB * 56.11) / ((fB * 56.11) + (fH * 84.16) + ((1 - (fB + fH)) * 28.05))$$

25

klimke06

Klimke, K., Parkinson, M., Piel, C., Kaminsky, W., Spiess, H.W., Wilhelm, M.,
Macromol. Chem. Phys. 2006;207:382.

pollard04

Pollard, M., Klimke, K., Graf, R., Spiess, H.W., Wilhelm, M., Sperber, O., Piel,
5 C., Kaminsky, W., Macromolecules 2004;37:813.

filip05

Filip, X., Tripon, C., Filip, C., J. Mag. Resn. 2005, 176, 239

griffin07

Griffin, J.M., Tripon, C., Samoson, A., Filip, C., and Brown, S.P., Mag. Res. in
10 Chem. 2007 45, S1, S198

randall89

J. Randall, Macromol. Sci., Rev. Macromol. Chem. Phys. 1989, C29, 201.

الوزن الجزيئي

متوسطات الوزن الجزيئي، توزيع الوزن الجزيئي (Mn, Mw, Mz MWD) متوسطات الوزن
15 الجزيئي (Mz, Mw و Mn)، توزيع الوزن الجزيئي (MWD) و نطاقها العريض، تم وصفه
بواسطة مؤشر تشتت البولي، $PDI = Mw/Mn$ (حيث Mn العدد المتوسط للوزن الجزيئي و
Mw متوسط الوزن الجزيئي) تم تحديدها بواسطة هلام التخلل اللوني (GPC) بناء على ISO
ASTM D 6474-12 و 16014-1:2003, ISO 16014-2:2003, ISO 16014-4:2003

باستخدام العلاقات التالية:

20

$$M_n = \frac{\sum_{i=1}^N A_i}{\sum_{i=1}^N \left(\frac{A_i}{M_i}\right)} \quad (1)$$

$$M_w = \frac{\sum_{i=1}^N [(A_i) \times M_i]}{\sum_{i=1}^N A_i} \quad (2)$$

$$M_z = \frac{\sum_{i=1}^N (A_i \times M_i^2)}{\sum_{i=1}^N \left(\frac{A_i}{M_i} \right)} \quad (3)$$

لفترة الحجم الثابت ΔV_i ، حيث M_i و A_i منطقة شريحة القيمة القصوى اللونية و الوزن الجزيئي للبولي اولفين، مرتبطة بالترتيب مع حجم الشطف، V_i ، حيث N تساوي عدد نقاط البيانات التي تم الحصول عليها من التخلل اللوني بين حدود التكامل.

5 جهاز درجة الحرارة العالية للتخلل اللوني، مجهز بكاشف اشعة تحت حمراء (IR) (IR4) أو IR5 من PolymerChar (فالينكا، أسبانيا) أو مقياس الانكسار التفاضلي (RI) من Agilent Technologie، مجهز اعمدة 3 x Agilent-PLgel Olexis and 1x Agilent-PLgel Olexis Guard. كمذيب و حالة انتقالية يتم استقرار 1، 2، 4- ثلاثي كلورو بنزين (TCB) مع 250 مللي جرام/ L، 2، 6 - ثنائي تيرت بيوتي-4-ميثيل-فينول). يعمل نظام التخلل اللوني عند 10 درجة حرارة 160 درجة مئوية و عند معدل تدفق ثابت بقيمة 1 لتر لكل دقيقة. 200 ميكرو لتر من محلول العينة تم حقنة للتخليل. تم تجميع البيانات باستخدام برمجيات Agilent Cirrus نسخة 3.3 أو برمجيات التحكم PolymerChar GPC-IR.

تم معايرة مجموعة الاعمدة باستخدام المعايرة العامة (بناء على ISO 16014-2:2003) مع 15 19 بولي استيرين MWD محدد في نطاق 0.5 كيلوجرام/مول الى 500 كيو جرام/مول. البولي استيرين القياسي تم اذابته عند درجة حرارة الغرفة خلال ساعات. التحول للقيمة القصوى للوزن الجزيئي للبولي استيرين الى بولي اولفين يتم باستخدام معادلة Mark Houwink و ثوابتها:

$$\alpha_{PS} = 0.655 K_{PS} = 19 \times 10^{-3} \text{ mL/g,}$$

$$K_{PE} = 39 \times 10^{-3} \text{ mL/g, } \alpha_{PE} = 0.725$$

$$\alpha_{PP} = 0.725 K_{PP} = 19 \times 10^{-3} \text{ mL/g,}$$

20

تم استخدام تقريب متعددة الحدود درجة ثلاثة لتقريب بيانات المعايرة. تم تحضير جميع العينات بنطاق تركيز 0، 5-1 جرام/ملي لتر و اذابته عند 160 درجة مئوية مدة 2.5 ساعة بالنسبة الى PP لمدة 3 ساعات بالنسبة الى PE في ظل رج مستمر .

مسار الدوامة

اختبار الدوامة يتم باستخدام جهاز حقن cc90 Engel ES330/65 قاب دوامة و ضغط 1000 بار،

قطر اللولب 35 مللي متر،

5 اقصى ازاحة للمكبس 150 سم مربع،

شكل الأداة: بيبضاوي من Axxicon، سُمك 2 مللي، عمق 5 مللي متر،

درجة الحرارة بكل غرفة و قالب 220 درجة مئوية

درجة الحرارة بالمنطقة 2/ المنطقة 3/ المنطقة 4/ المنطقة 5: 220 مئوية، 230، 225، 200 مئوية.

10 دورة الحقن: زمن حقن يشمل التوقف: 15 ثانية

زمن التبريد: 15 ثانية

ضغط الحقن: يعتمد على طول محدد لمادة الاختبار

ضغط السكون = ضغط الحقن

سرعة اللف 30 لفة بالدقيقة

15 ضغط النظام 160 بار

مسار القياس:

يلزم ضبط شوط القياس لتوقف اللولب 20 مللي متر قبل الموضع النهائي بنهاية ضغط الحمل.

درجة حرارة الأداة 40 درجة مئوية

20 طول مسار الدوامة يمكن تحديده بعد عملية الحقن.

خصائص الشد

تم قياس خصائص الشد على قالب الحقن بناء على ISO 527-2، نوع قضيب متعدد

الاعراض A1، سُمك 4 مللي متر. تم قياس معامل الشد بسرعة 1 مللي متر/دقيقة. تم اعداد

العينة بناء على ISO 1872-2

25 مقاومة تصدع الاجهاد البيئي

قد تتم قياس مقاومة تصدعات الاجهاد البيئي (ESCR) بناء على طريقة اختبار زحف التصدع الكلي (FNCT) بناء على ISO/DIS 16770 عند 50 درجة مئوية بعمق 1 مللي متر و ابعاد عينة 6 مللي متر * 6مللي متر * 90 مللي متر. المذيب المستخدم 2% من الوزن Arcopal N110 المياة الغير ايونية. تم استخدام عينات مصبوبة بالضغط -ISO 1872 (2)، معدل التبريد عند الصب بالضغط: 15 كيلو بالدقيقة. زمن الانهيار (t_f) تم قياسها عند 4 5 مستويات اجهاد مختلفة (σ) بين 5 - 7 ميجا بسكال. رسم $\log(t_f)$ في مقابل $\log(\sigma)$ تم تهيئته مع الخط المستقيم و معادلة $\log(t_f) = A \log(\sigma) + B$. بعد ذلك تم حساب قيمة FCNT عند 6 ميجا بسكال اعتمادا على استيفاء غير خطي اعتمادا على المعادلة.

مقاومة تصدع الاجهاد البيئي

10 تم تحديد مقاومة تصدع الاجهاد البيئي (ESCR) بناء على ASTM 1693 والظرف B في 50 درجة مئوية وباستخدام 10% من Igepal co-630.

التجربة

توفير البوليمرات بالاختراع.

اعداد العامل الحفاز

15 الاعداد المعقد
تم اضافة 87 كيلو من التيولين للمفاعل. بعد ذلك 45.5 كيلو بوماج ا في هيبتان تم اضافته ايضاً الى المفاعل. 161 كيلو 99.8% -2 ايثيل -1 هيكسانول تم ادخالها الى المفاعل بمعدل تدفق 24 - 40 كيلو/بالساعة. النسبة بين BOMAG-A و -2 ايثيل -1 هيكسانول هي 1:1.83.

20 اعداد العامل الحفاز الصلب

275 كيلو من السيلكا (ES747JR من Crossfield، لها متوسط حجم جسيم 20 مللي متر) يتم تفعيلها عند 600 مئوية في النيتروجين تم شحنها في مفاعل اعداد العامل الحفاز. بعد ذلك، 411 كيلو 2% EAC (2.0 مللي مول/جرام سيلكا) تُخفف في 555 لتر بنتان تم اضافتها الى المفاعل عند درجة حرارة الغرفة خلال ساعة واحدة. بعد ذلك تزيد درجة الحرارة الى 35 مئوية مع رج السيلكا المعالجة لساعة واحدة. تم تجفيف السيلكا عند 50 25 مئوية لمدة 8.5 ساعة. بعد ذلك يتم تحضير 655 كيلو جرام من المركب كما وصف

بالاعلى (2 Mg/جرام سيلكا) تم اضافتها عند 23 مئوية خلال عشر دقائق.تم اضافة 86 كيلو جرام بنتان الى المفاعل عند 22 مئوية خلال عشر دقائق.تم رج الطمي لمدة 8 ساعات عند 50 مئوية.اخيراً تم اضافة 52 كيلو $TiCl_4$ خلال 0.5 ساعة عند 45 مئوية.تم رج الطمي عند 40 مئوية لخمس ساعات.بعد ذلك تم تجفيف العامل الحفاز بالنيتروجين. تم تحضير البوليمرات كما بجدول 1 في عملية Borstar باستخدام العامل الحفاز السابق و 5 :TEAL

جدول 1

المثال 6	المثال 5	المثال 4	المثال 3	المثال 2	المثال 1	
						بلمرة قبلية
70	70	70	70	70	70	درجة الحرارة بالمئوية
6130	6122	6120	6123	6115	6120	الضغط كيلو بسكال
2	2	2	2	2	2	تغذية الايثيلين كيلو بالساعة
5	5	5	5	5	5	تغذية الهيدروجين جرام بالساعة
47.3	47.2	47.3	47.1	47.1	47.1	تغذية البروبان كيلو بالساعة
14.6	14.5	14.2	15	15.1	14.7	تغذية العامل الحفاز جرام بالساعة
4.1	4.1	4.3	4.3	4.3	4.3	تغذية العامل الحفاز المتحد جرام بالساعة
5	5	5	5	5	5	عامل مقاوم للاستاتيك (ppm)
1.8	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	معدل الإنتاج (kg/h)
						المفاعل الاول حلقي
95	95	95	95	95	95	درجة الحرارة (°C)
5778.1	5779.4	5778.4	5779.4	5780.6	5778.3	الضغط (kPa)
5.7	5.7	5.8	6.3	6.3	5.7	تركيز الايثيلين (مول-%)
4.1	4.1	4.3	4.3	4.3	4.3	تغذية المحفز المتحد (g/h)
476	483.2	489.6	447.4	464.5	479.5	نسبة H_2/C_2 (مول/كيلومول)
0.3	0.5	0	0	0	0	نسبة C_4/C_2 (مول/ كيلومول)

9.7	10.3	11	10.5	10.4	10.7	نسبة Al/Ti (مول/مول)
37.5	37.6	38.2	37.9	37.9	38.4	معدل الإنتاج (كيلوجرام/ ساعة)
43	38.3	43.3	48.7	48.5	47.4	نسبة الانقسام
						مفاعل 2 غازي
85	85	85	85	85	85	درجة الحرارة (م°)
1999.9	2000	2000.1	2000	1999.5	2000	ضغط (كيلوباسكال)
11.2	15.5	10.6	8.6	8.1	8.2	تركيز الاثليلين (%- مول)
52.1	103	88	62.4	60.7	70.4	نسبة H2/C2 (مول/كيلومول)
54.7	44.5	50.9	53.3	65.7	100.4	نسبة C4/C2 (مول/ كيلومول)
48.6	58.5	48.2	38.5	38.5	40.8	معدل الإنتاج (كيلوجرام/ ساعة)
54.9	59.9	54.7	49.1	49.2	50.4	نسبة الفصل %
0.35	0.89	0.88	0.8	0.86	1.35	MFR ₂ (جرام/10 دقيقة)
954.5	955.6	956.4	956.8	956.1	954.2	الكثافة النهائية (كيلوجرام/م ³)
135000	117000	117000	119000	118000	114000	Mw النهائي (جرام/مول)

تم جدولة النتائج بالجدول 2 الى 8

جدول 2

MFR 21	MFR 5	MFR 2,16	الكثافة	
جرام/10 دقيقة	جرام/10 دقيقة	جرام/10 دقيقة	كيلوجرام/ متر مكعب	
	4.94	1.35	954.2	المتال 1
	3.35	0.86	956.1	المتال 2
56.8	3.06	0.8	956.8	المتال 3
52.02	3.15	0.88	956.4	المتال 4
43.46	3.03	0.89	955.6	المتال 5
	1.27	0.35	954.5	المتال 6

جدول 3

محتوى الغير متبلر المتحد [مول%]	مسار الدوامة عند 1000bar ،190C	مسار الدوامة عند 1000bar ،220C	معامل الشد	
	mm	mm	MPa	
0.55	389	439	916	المثال 1
0.37	364	411	957.6	المثال 2
0.33	360	412	972.6	المثال 3
0.31	333	386	955.6	المثال 4
0.22	303	352	931.8	المثال 5
0.26	270	320	937	المثال 6

جدول 4

Mz/Mw	Mw/Mn	Mv	Mz	Mw	Mn	العينة
5.5	16.3	84000	624000	114000	7000	المثال 1
4.7	16.9	88000	553000	118000	7000	المثال 2
4.5	14.9	89000	535000	119000	8000	المثال 3
4.5	14.6	89000	528000	117000	8000	المثال 4
4.3	13.0	91000	499000	117000	9000	المثال 5
4.1	16.9	104000	548000	135000	8000	المثال 6

جدول 5

FNCT (6.0 MPa/50 °C)	معامل الشد				
الساعات	MPa	$(Mw)^2/(Mn Mz)$	Mz/Mw	$0.29(Mw/Mn) + 0.8$	العينة
56.8	916	3.0	5.5	5.52	المثال 1
51.9	957.6	3.6	4.7	5.69	المثال 2
52.3	972.6	3.3	4.5	5.11	المثال 3
36.8	955.6	3.2	4.5	5.04	المثال 4

35.4	931.8	3.0	4.3	4.57	المثال 5
109.6	937	4.2	4.1	5.69	المثال 6

صب الاغطية الحلزونية بالحقن

الصب بالحقن للاغطية الحلزونية (نوع: PE PCO1881 قصير العنق) تم بواسطة Engel 180، درجة حرارة انصهار 225 مئوية، سرعة الحقن: 180 مللي متر بالثانية، 173 سم مكعب بالثانية، زمن الحقن: 0، 35 ثانية، ضغط خلفي 1 بار. تم تجهيز القالب بنظام ترمير ساخن، درجة حرارة القالب 10 مئوية.

5

الخصائص بجدول 6

جدول 6

حجم الغطاء	ESCR-عمليات على الغطاء	العينة
mm		
29.89	جيد	المثال 1
29.82	جيد	المثال 2
29.8	جيد	المثال 3
29.76	جيد	المثال 4
29.8	جيد	المثال 5
29.7	جيد	المثال 6

تم مقارنة بوليمرات الاختراع بنطاق كبير من الاغطية و السدادات المتوفرة تجارياً

من مصنعين مختلفين.

10

جدول 7

الكتافة	Mz/Mw	Mw/Mn	Mz	Mw	Mn	الفئة	
951	4.63	5.57	461090	99660	17900	H555JA	SCG
959.1	3.06	4.13	220676	72167	17476	M40060S	سابك
956.4	3.26	3.82	156290	47900	12527	M200056	
957.3	5.75	10.75	585390	101860	9475	C430A	سامسونج

953.2	5.85	15.09	669051	114448	7583	C410A	
955.4	3.85	5.89	351027	91161	15472	ACP 5331 H	ياسل
953.1	4.63	6.33	439334	94930	15000	B4020N 1331	INEOS
953.9	4.69	10.62	416278	88765	8359	Superstress CAP508	
952.3	5.03	6.94	471630	93716	13502	80255E	Dow

جدول 8

FNCT (6.0 MPa/50)	معامل الشد	MFR2				
الساعات	MPa	جرام/10 دقائق	(Mw) ² /(Mn Mz)	Mz/Mw	0.29(Mw/Mn) + 0.8	الفئة
10	879	1.67	1.2	4.63	2.41	H555JA
6	1012	4.58	1.4	3.06	2.00	M40060S
0.6	960	21	1.2	3.26	1.91	M200056
20	1011	1.75	1.9	5.75	3.92	C430A
33.1	874	1.08	2.6	5.85	5.18	C410A
13	944	2.07	1.5	3.85	2.51	ACP 5331 H
11	903	2.14	1.4	4.63	2.64	B4020N 1331
33.1	919	1.69	2.3	4.69	3.88	Superstress CAP508
9	877	2.16	1.4	5.03	2.81	80255E

يتضح أن كل فئات فشلت بتحقيق المعادلة بعنصر الحماية I. تمتلك بوليمرات

الاختراع FNCT عالي بدون فقد معامل الشد.

عناصر الحماية

1. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط له MFR_2 0.05 الى 10.0 جرام/10 دقيقة، كثافة 940 كيلو جرام/متر مكعب أو أكثر، معامل شد 900 ميغا باسكال أو أكثر وحيث أن

$$\frac{M_z}{M_w} \leq 0.29 \left(\frac{M_w}{M_n} \right) + 0.8$$

2. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط بعنصر الحماية 1 حيث

$$\frac{M_w^2}{M_n M_z} \geq 2.8$$

3. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية له MFR_2 0.1 الى 2 الى 5 جرام/10 دقيقة.

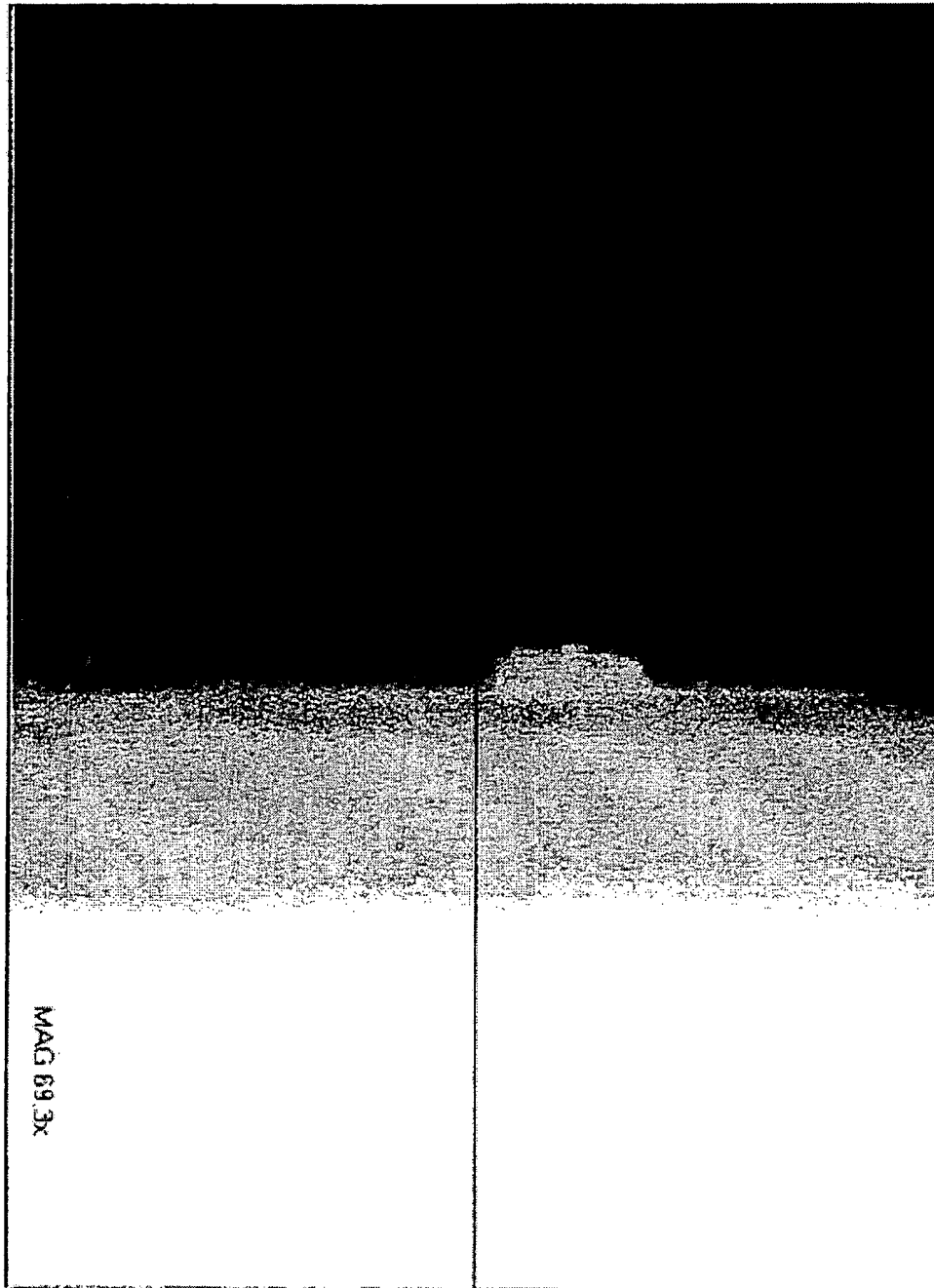
4. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية المسبقة له مكون ذي وزن جزيئي منخفض ومكون بوليمر متحد ذي وزن جزيئي أكبر حيث يكون المكون ذي الوزن الجزيئي المنخفض بوليمر أحادي أو بوليمر متحد مع محتوى مونومر متحد أقل من 0.2 مول %، بشكل مفضل أقل من 0.1 مول %، بشكل خاص أقل من 0.05 مول %.

5. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة له وزن جزيئي منخفض (LMW) لمكون بوليمر احادي متجانس ووزن جزيئي أكبر (HMW) لمكون بوليمر متحد ايثيلين، حيث يضمّ مكون البوليمر المتحد ذي الوزن الجزيئي الأكبر المذكور بشكل مفضل ألفا اوليفين C3-C12 واحد على الأقل، بشكل مفضل بوت-1-ين، هكس-1-ين وأوكت-1-ين، هكس-1-ين وأوكت-1-ين.

6. بوليمر البولي ايثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة له 48 الى 55 % من الوزن للمكون HMW (ب) و 52 الى 45 % من مكون LMW (ا).

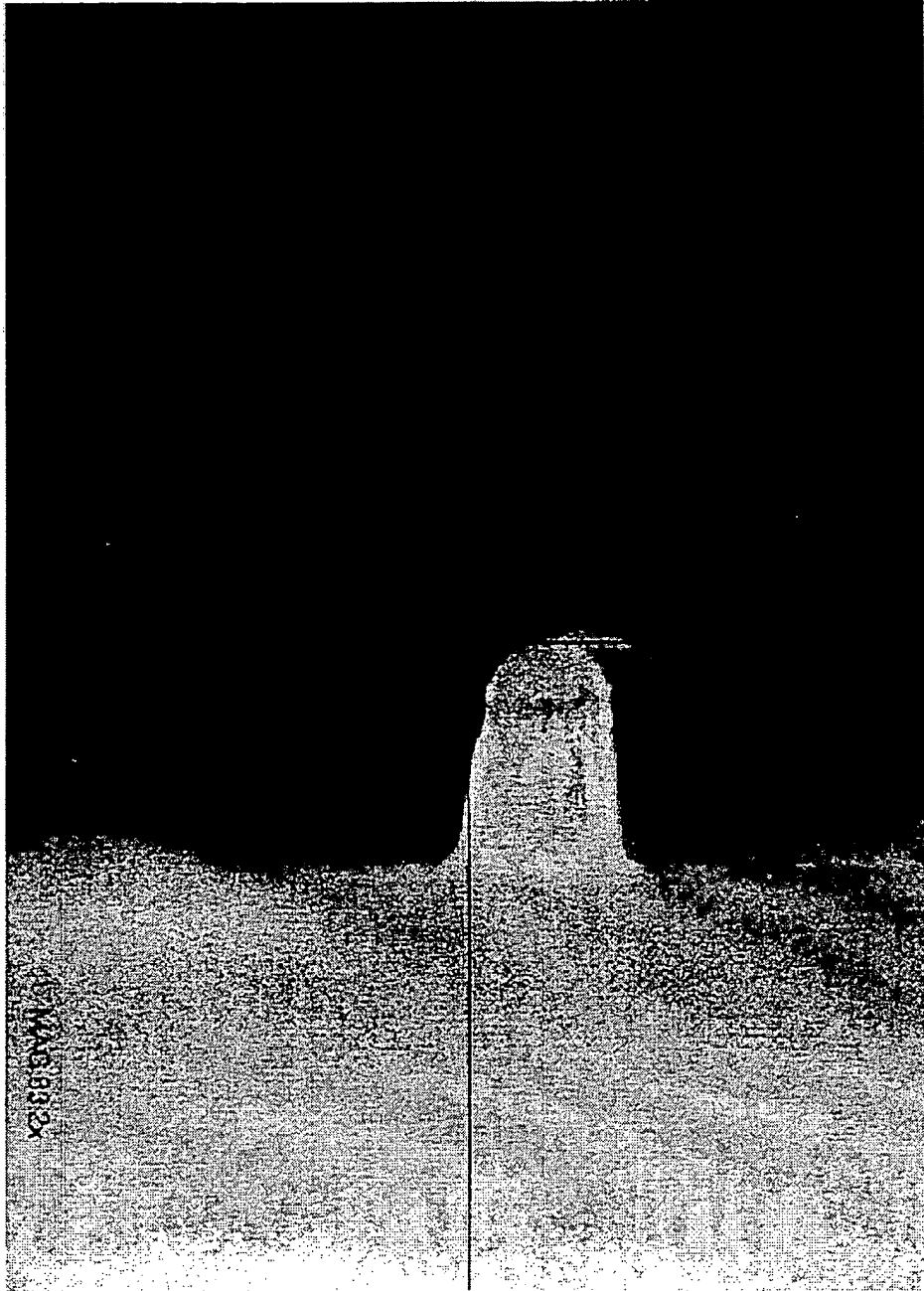
7. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة له 0.1 الى 1 مول% وحدة غير متبلرة.
8. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة حيث أن البوليمر المذكور هو بوليمر متحد مع وحدة غير متبلرة I-بيوتان.
- 5
9. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة لها FNCT اكثر من 50 ساعة.
10. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة له معامل شد 910 ميغا باسكال أو أكثر .
- 10 11. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة له كثافة 950 الى 960 كيلو جرام/متر مكعب.
12. بوليمر البولي إيثيلين متعدد الأنماط بأي من عناصر الحماية السابقة حيث Mz تتراوح بين 400 kd إلى 700 kd، مثل 450 kd إلى 600 kd.
13. أداة مصبوبة بالانضغاط أو الحقن، مثل غطاء أو سدادة تضم بوليمر كما تمت حمايتها في عنصر الحماية 1 إلى 12.
- 15
14. الأداة بعنصر الحماية 13 هي غطاء له طرف علوي ارتفاعه اقل من 0.5 مللي متر.
15. استخدام البوليمر كما تمت حمايته في إحدى عناصر الحماية 1 إلى 12 لتصنيع أداة مصبوبة بالانضغاط أو الحقن، مثل الغطاء أو السدادة.
16. عملية إعداد البولي إيثيلين كما تمت حمايته في عناصر الحماية 1 إلى 12 تضم:

بلمرة الايثيلين واختيارياً على الأقل C3-10 الفا أولفين بوليمر أحادي متحد لتكوين مكون له وزن جزيئي منخفض (A)، و
بلمرة الايثيلين واختيارياً على الأقل C3-10 ألفا أولفين بوليمر أحادي متحد في وجود مكون (A) لتكوين مكون له وزن جزيئي أعلى (ب).



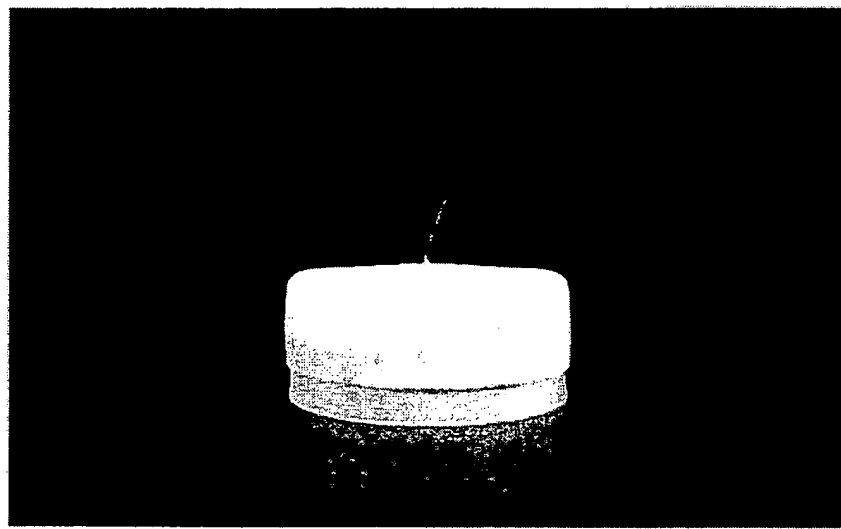
الشكل 1

^

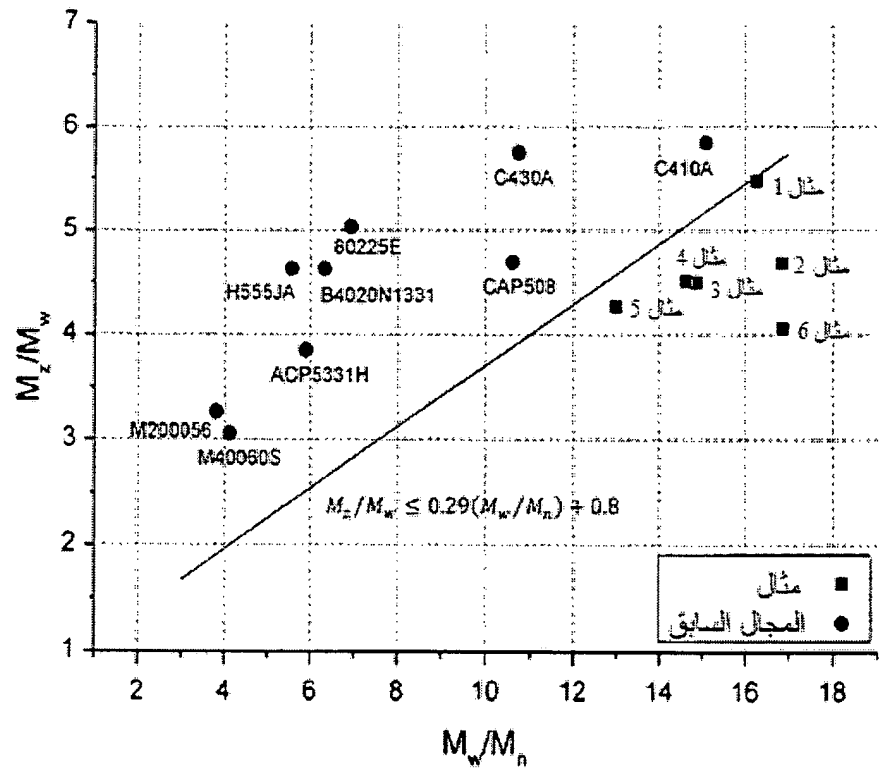


الشكل 2

Handwritten mark or signature.

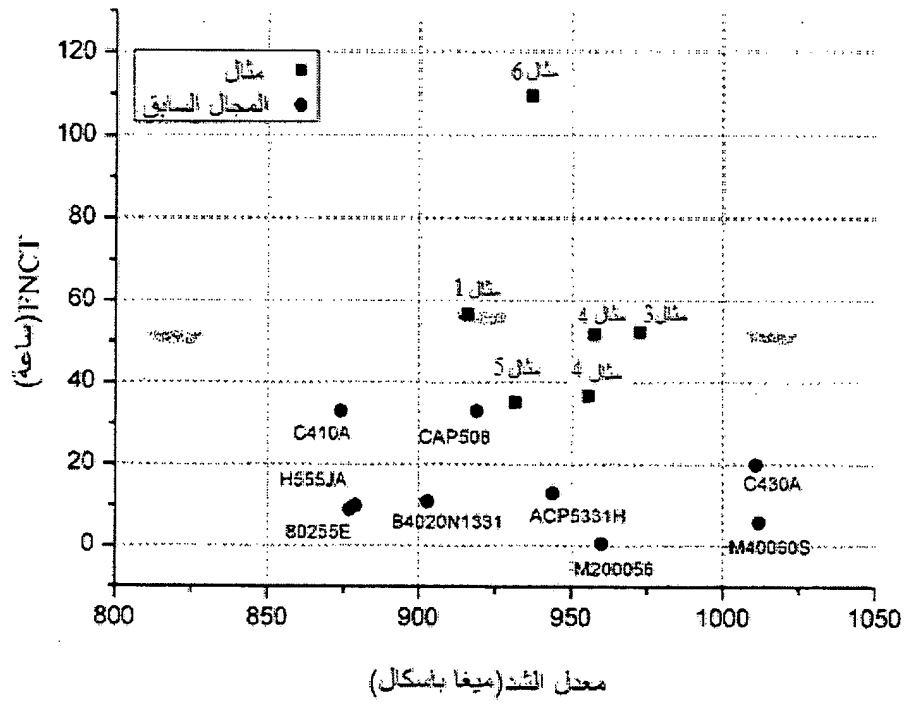


الشكل 3



الشكل 4 Mz/Mw مقابل Mw/Mn

Handwritten mark resembling a stylized 'A' or 'K'.



الشكل 5 FNCT و معدل الشد

A



**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 38644	Date de dépôt : 09/05/2014 Date d'entrée en phase nationale : 02/12/2015
Déposant : BOREALIS AG & ABU DHABI POLYMERS COMPANY LIMITED (BOROUGE) L.L.C.	Date de priorité: 09/05/2013
Intitulé de l'invention : POLYÉTHYLÈNE HAUTE DENSITÉ	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée <input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A. BRINI	Date d'établissement du rapport: 20/09/2017
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	



Partie 1 : Considérations générales		
<i>Cadre 1 : base du présent rapport</i>		
Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :		
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Description</u> 28 Pages • <u>Revendications</u> 16 • <u>Planches de dessin</u> 4 Pages 		
Partie 2 : Rapport de recherche		
Classement de l'objet de la demande :		
CIB : C08L23/06, C08L23/08		
Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :		
EPOQUE, Orbit		
Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	EP2360192A1; TOTAL PETROCHEMICALS RESEARCH FELUY [BE]; 24-08-2011 Document en entier	1-16
X	US2008033111A1; EXXONMOBIL CHEMICAL PATENTS INC [US]; 07-02-2008 Document en entier	1-16
*Catégories spéciales de documents cités :		
<p>-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs</p> <p>-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté</p>		

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité*Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle*

Nouveauté (N)	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-16	Non
Activité inventive (AI)	Revendications aucune	Oui
	Revendications 1-16	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-16	Oui
	Revendications aucune	Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1: EP2360192A1

1. Nouveauté (N) & Activité inventive (AI) :

Le document D1 divulgue des polyéthylènes bimodaux à haute densité (HDPE). Les polymères décrites ER-1, ER-2 et ER-3 ont toutes les caractéristiques telles que définies dans la revendication 1 (voir Tableau 3a de D1).

En outre, toutes les caractéristiques de procédé tel que décrit dans la revendication 16 sont divulguées dans le document D1 (voir tableau 1). Le polyéthylène du premier réacteur a un MI2 de 145 (ou 293 ou 295) dg/min, et le polyéthylène final produit dans le second réacteur a un MI2 de 2,0 (ou 2,1 ou 1,7) dg/min. Ainsi, le second polyéthylène a nécessairement un poids moléculaire supérieur comme le polymère du premier réacteur.

Par conséquent, l'objet de la revendication indépendante 1 n'est pas nouveau et n'implique pas d'activité inventive conformément aux articles 26 et 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications indépendantes 13, 15 et 16 sont des revendications correspondantes à la revendication 1 et reprennent les mêmes éléments techniques de celle-ci. Par la suite, l'objet des revendications 13, 15 et 16 n'est pas nouveau et n'implique pas d'activité inventive conformément aux articles 26 et 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications dépendantes 2-12 et 14 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elles se réfèrent, définissent un objet satisfaisant aux exigences concernant la nouveauté et l'activité inventive conformément aux articles 26 et 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, puisqu'elles sont connues de l'art antérieur D1.

2. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.