



# (12)发明专利



(10)授权公告号 CN 106471021 B

(45)授权公告日 2019.01.18

(21)申请号 201580034635.6

(22)申请日 2015.06.22

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 106471021 A

(43)申请公布日 2017.03.01

(30)优先权数据  
14173893.0 2014.06.25 EP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2016.12.26

(86)PCT国际申请的申请数据  
PCT/EP2015/063990 2015.06.22

(87)PCT国际申请的公布数据  
W02015/197558 EN 2015.12.30

(73)专利权人 巴塞尔聚烯烃股份有限公司  
地址 德国韦塞尔宁

(72)发明人 R·屈尔 R·卡瓦雅尔 G·梅尔  
E·达姆 P·佩曼

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
72001

代理人 林毅斌 李炳爱

(51)Int.Cl.  
C08F 210/16(2006.01)  
C08F 210/14(2006.01)  
C08F 210/08(2006.01)  
C08F 2/00(2006.01)  
C08F 2/14(2006.01)

审查员 于诗宇

权利要求书2页 说明书11页 附图2页

## (54)发明名称

一种用于控制乙烯聚合过程的方法

## (57)摘要

一种控制用于制备聚乙烯的淤浆聚合的方法,其中聚乙烯在包含蒸汽部分的聚合反应器中通过使齐格勒型催化剂、乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃或氢气和一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃接触而形成,其中通过调节催化剂进入聚合反应器的流速以保持乙烯分压,并且通过调节氢气和/或一种或多种共聚单体进入聚合反应器的流速以保持氢气/乙烯分压比和共聚单体/乙烯分压比。

1. 一种控制用于制备聚乙烯的淤浆聚合的方法, 其中, 所述聚乙烯在聚合反应器中通过使齐格勒型催化剂、乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃在反应器温度 $60^{\circ}\text{C}$ - $95^{\circ}\text{C}$ 和反应器压力 $0.15\text{MPa}$ - $3\text{MPa}$ 的条件下接触形成, 所述聚合反应器包括作为淤浆的颗粒状聚乙烯在悬浮介质中的悬浮液, 所述悬浮介质包括稀释剂,

其中将稀释剂、乙烯、齐格勒型催化剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃进料到所述聚合反应器中, 并将淤浆从所述聚合反应器中排出, 以及

其中所述聚合反应器具有包含淤浆的反应器淤浆部分和包含蒸汽的反应器蒸汽部分, 所述蒸汽包含乙烯、稀释剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}$   $\alpha$ -烯烃,

所述方法包括:

- a) 从所述反应器蒸汽部分排出蒸汽;
- b) 分析所述蒸汽以确定其组成; 以及
- c) 基于所述聚合反应器中的压力, 计算其乙烯分压值, 氢气与乙烯的分压比值和所述一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值;
- d) 将乙烯进入所述聚合反应器的流速保持在恒定水平;
- e) 调节所述齐格勒型催化剂进入所述聚合反应器的流速, 以将所述乙烯分压保持在目标乙烯分压; 以及
- f) 调节氢气进入所述聚合反应器的流速, 以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;

或调节所述一种或多种共聚单体进入所述聚合反应器的流速, 以将所述共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

或调节氢气进入所述聚合反应器的流速, 以将所述氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比, 并且调节所述一种或多种共聚单体进入所述聚合反应器的流速, 以将所述共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

2. 根据权利要求1所述的方法, 其中, 将氢气进料到所述聚合反应器, 并且调节氢气进入所述聚合反应器的流速以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比。

3. 根据权利要求1所述的方法, 其中, 将一种或多种共聚单体进料到所述聚合反应器, 并且调节所述共聚单体进入所述聚合反应器的流速以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

4. 根据权利要求3所述的方法, 其中, 所述共聚单体选自1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-辛烯或其混合物。

5. 根据权利要求1所述的方法, 其还包括:

- g) 将所述稀释剂进入所述聚合反应器的流速保持在恒定水平。

6. 根据权利要求1或5所述的方法, 其中, 所述稀释剂是己烷或异丁烷。

7. 根据权利要求1所述的方法, 其中, 所述从反应器蒸汽部分排出的蒸汽在被分析之前通过冷却至 $10^{\circ}\text{C}$ 或更低的温度以使其达到条件。

8. 根据权利要求7所述的方法, 其中, 所述冷却通过所述聚合反应器上方的热交换器进行, 而且在冷却期间通过所述蒸汽的部分冷凝获得的液体通过重力返回到所述聚合反应

器。

9. 根据权利要求1或5所述的方法, 其中, 所述淤浆聚合在具有第一聚合反应器和一个或多个后续聚合反应器的一系列聚合反应器中进行, 并且根据权利要求1或5所述的聚合反应器是所述一系列聚合反应器中的第一反应器, 并且将所述第一反应器排出的悬浮液进料到后续反应器, 并且在所述一个或多个后续反应器中在60℃至95℃的反应器温度和0.15MPa至3MPa的反应器压力下形成另外的聚乙烯,

其中将另外的稀释剂、乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃或氢气和一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃进料到所述一个或多个后续聚合反应器中, 并将淤浆从所述一个或多个后续聚合反应器中排出, 以及

其中所述一个或多个后续聚合反应器具有包含所述淤浆的反应器淤浆部分和包含蒸汽的反应器蒸汽部分, 所述蒸汽包含乙烯、稀释剂和氢气或一种或多种共聚单体或氢气和一种或多种共聚单体,

所述控制用于制备聚乙烯的淤浆聚合的方法还包括以下附加步骤:

h) 从所述一个或多个后续聚合反应器的反应器蒸汽部分排出蒸汽,

i) 分析所述蒸汽以确定其组成; 以及

j) 基于所述后续聚合反应器中的压力, 计算其乙烯分压值, 氢气与乙烯的分压比值和一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值;

k) 将乙烯进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速保持在恒定水平; 以及

l) 调节氢气进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速, 以将所述氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;

或调节所述一种或多种共聚单体进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速, 以将所述共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

或调节氢气进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速, 以将所述氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比, 并且调节所述一种或多种共聚单体进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速, 以将所述共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

10. 根据权利要求9所述的方法, 其还包括:

m) 将所述稀释剂进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速保持在恒定水平。

11. 根据权利要求9所述的方法, 其中, 所述一系列聚合反应器具有两个聚合反应器。

12. 根据权利要求9所述的方法, 其中, 所述一系列聚合反应器具有三个聚合反应器。

13. 根据权利要求9所述的方法, 其中, 将氢气进料到在先的聚合反应器; 从所述在先的聚合反应器中排出的淤浆在进料到所述后续反应器之前在闪蒸容器中进行闪干步骤; 以及通过调节所述闪蒸容器中的压力来调节氢气进入所述后续聚合反应器的流速, 以将所述氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比。

14. 一种在淤浆聚合中制备聚乙烯的方法, 其通过在包含稀释剂的悬浮介质中使乙烯、齐格勒型催化剂和氢气或作为共聚单体的一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃或氢气和一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> α-烯烃在反应器温度60℃-95℃和反应器压力0.15MPa-3MPa的条件下接触实现, 其中, 所述聚合由根据权利要求1-13中任一项所述的方法控制。

15. 根据权利要求14所述的方法, 其中, 所述聚合在一系列聚合反应器中进行。

## 一种用于控制乙烯聚合过程的方法

### 技术领域

[0001] 本公开涉及一种用于控制乙烯聚合过程的方法。更具体地说,本公开涉及一种通过使用反应器蒸汽的气相分析来控制乙烯淤浆聚合过程的方法。本公开还涉及在淤浆聚合中制备聚乙烯的方法。

### 背景技术

[0002] 含聚乙烯的产品的使用是已知的。可以使用各种方法来生产聚乙烯,包括气相方法、溶液方法和淤浆方法。在乙烯淤浆聚合方法中,稀释剂如己烷或异丁烷可用于溶解乙烯单体、共聚单体和氢气,并且使用催化剂使这些单体聚合。聚合后,形成的聚合物产物以悬浮在液体介质中的聚乙烯颗粒的淤浆形式存在。

[0003] 在比如W0 2005/077992 A1或W0 2012/028591 A1中所示的典型的多反应器级联工艺中,反应器可以并联或串联操作,并且单体的类型和量以及条件可以在每个反应器中变化以生产各种聚乙烯材料,包括单峰或多峰聚乙烯材料。这种多峰组合物用于多种应用;比如W0 2012/069400 A1公开了用于吹塑制品的三峰聚乙烯组合物。

[0004] 在生产聚乙烯的方法中,将共聚单体和氢气以及乙烯作为主要单体进料加入允许使所得乙烯聚合物的性能适应所需值。添加共聚单体降低了聚乙烯的密度,并且对刚度、韧性和耐应力开裂性具有显著影响。添加氢气降低了分子量,并且因此对加工性能具有显著影响。在每个反应器中具有不同聚合条件的多反应器方法中,聚合物性质的甚至更有针对性的适应是可能的。虽然在多反应器方法中,将共聚单体和氢气与乙烯一起进料到一个聚合反应器也是常见的,但是当仅将氢气与乙烯和/或仅共聚单体和乙烯一起进料到多反应器聚合方法的一个或多个反应器时,仍然存在生产具有突出性能组合的聚乙烯的许多可能性。

[0005] 需要有效控制用于生产聚烯烃的多个反应器系统。已经使用各种方法来控制聚合工厂中的连续制造过程。EP 0 318609 A1公开了一种生产丙烯共聚物的方法,其中控制气相产生的共聚物的分数。EP 2 336 200 A1公开了在一系列两个聚合反应器的悬浮液中制备烯烃聚合物的方法。

[0006] 然而,仍然需要一种更有效的控制淤浆聚合以制备聚乙烯的方法。特别是对于串联反应器的操作以产生双峰或多峰聚乙烯,需要更精确地控制每个反应器以提供对最终粉末的聚合物性质的更好控制。

### 发明内容

[0007] 本公开提供了用于控制乙烯的淤浆聚合以制备聚乙烯的方法。

[0008] 本公开提供了用于控制淤浆聚合以制备聚乙烯的方法,其中聚乙烯在聚合反应器中通过使齐格勒型催化剂、乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃在反应器温度 $60^{\circ}C-95^{\circ}C$ 和反应器压力 $0.15MPa-3MPa$ 下接触形成,该聚合反应器包含作为淤浆的颗粒状聚乙烯在悬浮介质中的悬浮液,该悬浮介质包括

稀释剂,

[0009] 其中将稀释剂、乙烯、齐格勒型催化剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃进料到聚合反应器中,并将淤浆从所述聚合反应器中排出,以及

[0010] 其中,所述聚合反应器具有包含淤浆的反应器淤浆部分和包含蒸汽的反应器蒸汽部分,蒸汽包含乙烯、稀释剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃,

[0011] 所述方法包括:

[0012] a) 从所述反应器蒸汽部分排出蒸汽;

[0013] b) 分析所述蒸汽以确定其组成;以及

[0014] c) 基于聚合反应器内的压力,计算其乙烯分压值,氢气与乙烯的分压比值和一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值;

[0015] d) 将乙烯进入所述聚合反应器的流速保持在恒定水平;

[0016] e) 调节所述齐格勒型催化剂进入所述聚合反应器的流速,以将所述乙烯分压保持在目标乙烯分压;以及

[0017] f) 调节氢气进入所述聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;

[0018] 或调节一种或多种共聚单体进入所述聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

[0019] 或调节氢气进入所述聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比,并且调节一种或多种共聚单体进入所述聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

[0020] 在一些实施例中,将氢气进料到聚合反应器中,并且调节氢气进入聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比。

[0021] 在一些实施例中,将一种或多种共聚单体进料到聚合反应器中,并且调节共聚单体进入聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

[0022] 在一些实施例中,其中所述共聚单体选自1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-辛烯或其混合物。

[0023] 在一些实施例中,所述方法还包括:

[0024] g) 将稀释剂进入所述聚合反应器的流速保持在恒定水平。

[0025] 在一些实施例中,所述稀释剂是己烷或异丁烷。

[0026] 在一些实施例中,从反应器蒸汽部分排出的蒸汽在被进行分析之前通过冷却至10℃或更低的温度以使其达到条件。

[0027] 在一些实施例中,所述冷却通过位于聚合反应器上方的热交换器的方式进行,并且在冷却期间通过蒸汽的部分冷凝所获得的液体通过重力返回该聚合反应器。

[0028] 在一些实施例中,本公开提供了控制用于制备聚乙烯的淤浆聚合的方法,其在具有第一聚合反应器和一个或多个后续聚合反应器的一系列聚合反应器中进行,其中所述聚乙烯在所述聚合反应器中使齐格勒型催化剂、乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃在反应器温度60℃-95℃和反应器压力0.15MPa-3MPa下接触形成,所述聚合反应器包含作为淤浆的颗粒状聚乙烯在悬浮介质中的

悬浮液,该悬浮介质包括稀释剂,

[0029] 其中将齐格勒型催化剂进料到第一聚合反应器,以及将稀释剂、乙烯和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃进料到每个聚合反应器,并将淤浆从每个聚合反应器中排出,以及

[0030] 其中所述聚合反应器各自具有包含淤浆的反应器淤浆部分和包含蒸汽的反应器蒸汽部分,该蒸汽包含乙烯、稀释剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃,

[0031] 所述方法包括:

[0032] a) 从所述第一聚合反应器的反应器蒸汽部分排出蒸汽;

[0033] b) 分析所述蒸汽以确定其组成;以及

[0034] c) 基于所述第一聚合反应器内的压力,计算其乙烯分压值,氢气与乙烯的分压比值和一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值;

[0035] d) 将乙烯进入所述第一聚合反应器的流速保持在恒定水平;

[0036] e) 调节所述齐格勒型催化剂进入所述第一聚合反应器的流速,以将所述乙烯分压保持在目标乙烯分压;

[0037] f) 调节氢气进入所述第一聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;

[0038] 或调节一种或多种共聚单体进入所述第一聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

[0039] 或调节氢气进入所述第一聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比,并且调节一种或多种共聚单体进入所述第一聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

[0040] h) 从所述一个或多个后续聚合反应器的反应器蒸汽部分排出蒸汽,

[0041] i) 分析所述蒸汽以确定其组成;以及

[0042] j) 基于所述后续聚合反应器内的压力,计算其乙烯分压值,氢气与乙烯的分压比值和一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值;

[0043] k) 将乙烯进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速保持在恒定水平;以及

[0044] l) 调节氢气进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;

[0045] 或调节一种或多种共聚单体进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;

[0046] 或调节氢气进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比,并且调节一种或多种共聚单体进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

[0047] 在一些实施例中,所述方法还包括:

[0048] m) 将稀释剂进入所述一个或多个后续聚合反应器的流速保持在恒定水平。

[0049] 在一些实施例中,该系列聚合反应器具有两个聚合反应器。

[0050] 在一些实施例中,该系列聚合反应器具有三个聚合反应器。

[0051] 在一些实施例中,将氢气进料到在先的聚合反应器中;从在先的聚合反应器中排

出的淤浆在被进料到后续的反应器之前在闪蒸容器中进行闪干步骤;以及通过调节闪蒸容器中的压力来调节氢气进入后续聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比。

[0052] 在一些实施例中,本公开提供了在淤浆聚合中制备聚乙烯的方法,其通过使悬浮介质中的稀释剂、乙烯、齐格勒型催化剂和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃在反应器温度 $60^{\circ}C-95^{\circ}C$ 和反应器压力 $0.15MPa-3MPa$ 下接触实现,该悬浮介质包括稀释剂、乙烯、齐格勒型催化剂和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃。

[0053] 在一些实施例中,聚合在一系列聚合反应器中进行。

## 附图说明

[0054] 为了帮助相关领域的普通技术人员制造和使用该主题,参考附图,其中:

[0055] 图1a是具有以串联即级联模式工作的多个反应器的乙烯淤浆聚合方法的流程图。

[0056] 图1b是具有以并联模式工作的多个反应器的乙烯淤浆聚合方法的流程图。

[0057] 图2是具有以串联工作的多个反应器的乙烯淤浆聚合方法的流程图,示出了用于操作聚合方法的控制回路。

## 具体实施方式

[0058] 申请人目前认为,对乙烯淤浆聚合方法的更有效的控制可从以下步骤实现:从聚合反应器获得蒸汽样品,分析该样品以确定其组合物的组成,然后通过以下方式控制聚合反应器中组分的组成:通过基于气体样品分析,调节齐格勒型催化剂的进料速率和氢气和共聚单体的进料速率以及保持乙烯的进料速率。

[0059] 本公开的生产聚乙烯的方法包括在齐格勒型催化剂、稀释剂例如己烷或异丁烷和任选氢存在下,乙烯和任选的一种或多种共聚单体的淤浆聚合。聚合在颗粒状聚乙烯在悬浮介质中的悬浮液中进行,该悬浮介质包括稀释剂、未反应的乙烯和任选的一种或多种共聚单体。通过本公开中描述的方法获得的聚乙烯聚合物可以是乙烯均聚物或乙烯的共聚物,其含有至多40wt.%,更优选为0.1~10wt.%的衍生自 $C_3-C_{10}\alpha$ -1烯烃的重复单元。优选地,共聚单体选自丙烯、1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-辛烯或其混合物。淤浆聚合在 $60^{\circ}C$ 至 $95^{\circ}C$ ,优选 $65^{\circ}C$ 至 $90^{\circ}C$ ,更优选 $70^{\circ}C$ 至 $85^{\circ}C$ 的反应器温度和 $0.15MPa$ 至 $3MPa$ ,优选 $0.2MPa$ 至 $2MPa$ ,更优选 $0.25MPa$ 至 $1.5MPa$ 的反应器压力下进行。

[0060] 优选地,通过聚合工艺生产的聚乙烯聚合物是优选具有 $0.935g/cm^3$ 至 $0.970g/cm^3$ 范围内密度的高密度聚乙烯树脂。更优选地,该密度在 $0.940g/cm^3$ 至 $0.970g/cm^3$ 的范围内。最优选地,该密度在 $0.945g/cm^3$ 至 $0.965g/cm^3$ 的范围内。根据DIN EN ISO 1183-1:2004(方法A(浸渍)具有使用限定的热历程制备的2mm厚度的压塑板:在 $180^{\circ}C$ 、 $20MPa$ 下压制8分钟,随后在沸水中结晶30分钟)来测量密度。

[0061] 优选地,通过该聚合工艺制备的聚乙烯聚合物具有 $1dg/min$ 至 $300dg/min$ ,更优选地 $1.5dg/min$ 至 $50dg/min$ ,最优选地 $2dg/min$ 至 $35dg/min$ 的熔体指数( $MI_{21.6}$ )。根据DIN EN ISO 1133:2005(条件G在 $190^{\circ}C$ 的温度和21.6kg的负荷下)测量该 $MI_{21.6}$ 。

[0062] 催化剂

[0063] 聚合优选使用齐格勒型催化剂进行,即有时也称为齐格勒-纳塔催化剂的齐格勒型催化剂,其包含钛或钒的化合物,镁的化合物和任选的颗粒状无机氧化物作为载体。

[0064] 钛化合物优选地选自三价或四价钛的卤化物或醇化物,具有钛烷氧基卤素化合物或各种钛化合物的混合物。合适的钛化合物的示例是 $\text{TiBr}_3$ 、 $\text{TiBr}_4$ 、 $\text{TiCl}_3$ 、 $\text{TiCl}_4$ 、 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)\text{Cl}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{Cl}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{O}-i\text{-C}_3\text{H}_7)\text{Cl}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{O}-n\text{-C}_4\text{H}_9)\text{Cl}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Br}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{O}-n\text{-C}_4\text{H}_9)_2\text{Br}_3$ 、 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Ti}(\text{O}-n\text{-C}_4\text{H}_9)_2\text{Cl}_2$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{Br}_2$ 、 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_3\text{Cl}$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3\text{Cl}$ 、 $\text{Ti}(\text{O}-n\text{-C}_4\text{H}_9)_3\text{Cl}$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3\text{Br}$ 、 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$ 、 $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 或 $\text{Ti}(\text{O}-n\text{-C}_4\text{H}_9)_4$ 。优选使用包含氯作为卤素的钛化合物。同样优选除了钛之外仅包含卤素的卤化钛,并且其中尤其是氯化钛,特别是四氯化钛。在钒化合物中,优选的是卤化钒、卤氧化钒、醇钒和乙酰丙酮钒。优选氧化态为3至5的钒化合物。

[0065] 在固体组分的制备中,优选地使用至少一种镁化合物。这种类型的合适的化合物是含卤素镁化合物,诸如卤化镁,特别是氯化物或溴化物,以及镁化合物,其中从该镁化合物中可以以常规方式(比如通过与卤化剂反应)获得卤化镁。优选地,卤素是氯、溴、碘或氟,或两种或多种卤素的混合物。更优选地,卤素是氯或溴。最优选地,卤素是氯。

[0066] 可能的含卤素的镁化合物是氯化镁或溴化镁。可以由其获得卤化物的镁化合物是例如烷基镁、芳基镁、烷氧基镁化合物或芳氧基镁化合物或格利雅化合物。合适的卤化剂是例如卤素、卤化氢、 $\text{SiCl}_4$ 或 $\text{CCl}_4$ 。优选地,氯或氯化氢是卤化剂。

[0067] 合适的无卤素镁化合物的示例是二乙基镁、二正丙基镁、二异丙基镁、二正丁基镁、二仲丁基镁、二叔丁基镁、二戊基镁、正丁基乙基镁、正丁基仲丁基镁、正丁基辛基镁、二苯基镁、二乙氧基镁、二正丙氧基镁、二异丙氧基镁、二正丁氧基镁、二仲丁氧基镁、二叔丁氧基镁、二戊氧基镁、正丁氧基乙氧基镁、正丁氧基仲丁氧基镁、正丁氧基辛氧基镁和二苯氧基镁。其中,优选使用正丁基乙基镁或正丁基辛基镁。

[0068] 格利雅化合物的示例是甲基氯化镁、乙基氯化镁、乙基溴化镁、乙基碘化镁、正丙基氯化镁、正丙基溴化镁、正丁基氯化镁、正丁基溴化镁、仲丁基氯化镁、仲丁基溴化镁、丁基氯化镁、叔丁基溴化镁、己基氯化镁、辛基氯化镁、戊基氯化镁、异戊基氯化镁、苯基氯化镁和苯基溴化镁。

[0069] 作为用于生产颗粒状固体的镁化合物,除二氯化镁或二溴化镁之外,优选使用乙( $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ -烷基)镁化合物。优选地,齐格勒型催化剂包含选自钛、锆、钒和铬的过渡金属。

[0070] 通过首先在混合罐中将催化剂与所用的稀释剂(诸如己烷)混合以形成适于泵送的淤浆,优选地将齐格勒型催化剂加入淤浆反应器中。优选地,使用容积泵(诸如膜泵)将催化剂淤浆输送到淤浆聚合反应器。

[0071] 助催化剂

[0072] 齐格勒型催化剂通常用于在助催化剂存在下的聚合。因此,本公开的淤浆聚合优选地在助催化剂的存在下进行。优选的助催化剂是元素周期表第1、2、12、13或14族的金属的有机金属化合物,特别是第13族金属的有机金属化合物,尤其是有机铝化合物。优选的有机铝化合物选自烷基铝。烷基铝优选地选自三烷基铝化合物。更优选地,烷基铝选自三甲基铝(TMA)、三乙基铝(TEAL)、三异丁基铝(TIBAL)或三正己基铝(TNHAL)。最优选地,烷基铝是TEAL。助催化剂优选地与稀释剂混溶,因此包含在悬浮介质中。

[0073] 助催化剂可以这样加入到淤浆反应器中。优选地,通过首先在混合罐中将助催化



剂与所使用的稀释剂(诸如己烷或异丁烷)混合来添加助催化剂。优选地,使用容积泵(诸如膜泵)将助催化剂输送到淤浆聚合反应器。

[0074] 聚乙烯淤浆制备方法在至少一个聚合反应器中进行。其可以包括在独立的聚合反应器中的聚合,或者其可以包括在多反应器系统的聚合反应器中的聚合。这种多反应器系统可以并联或串联工作。可以将两个、三个或多个聚合反应器并联工作。优选地,多反应器系统的聚合反应器串联工作;即反应器排列成级联。这种系列的聚合反应器具有第一聚合反应器和一个,两个或多个后续聚合反应器。更优选地,聚乙烯淤浆制备方法在一系列三个聚合反应器中进行。

[0075] 淤浆聚合通过使齐格勒型催化剂(通常与助催化剂结合)与乙烯和氢气或作为共聚单体的一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃在聚合反应器接触来实现。由于聚合反应的结果,聚乙烯在催化剂颗粒周围形成,使得催化剂成为聚合物本身的一部分。所得淤浆是颗粒状聚乙烯在液体悬浮介质中的悬浮液。

[0076] 当串联工作时,稀释剂、催化剂体系即齐格勒型催化剂和通常的助催化剂、乙烯和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃被进料到第一聚合反应器。当淤浆从第一聚合反应器的聚合物中排出并进料到一系列聚合反应器的后续反应器时,催化剂在聚乙烯颗粒内保持活性。进料到后续的聚合反应器的淤浆不仅含有颗粒聚乙烯,而且含有稀释剂,未反应的乙烯,并且当进料时,还含有未反应的共聚单体和氢气。另外的催化剂和助催化剂通常不进料到后续的任一反应器中。相反,在先反应器中使用的催化剂和助催化剂与淤浆一起流入后续的反应器。这个顺序可以重复,直到达到使用中的反应器的总数。对于该系列中的最终聚合反应器,将所产生的淤浆进料至分离系统,在其中液体与聚合物分离。主要由稀释剂组成的液体再循环回到反应器中。然后将聚合物干燥,与添加剂混合并复合。共聚单体可以以任何组合进料到所有聚合反应器,不进料到任何一个聚合反应器或进料到部分聚合反应器。优选地,没有共聚单体被进料到第一聚合反应器,从而产生乙烯均聚物。优选地,将共聚单体与乙烯一起进料到后续的聚合反应器中。通过改变在每个聚合反应器中生产的乙烯聚合物的类型,可以在最终聚合物中获得宽范围的性能。

[0077] 当以并联模式工作时,催化剂,通常为助催化剂、稀释剂和氢气或一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃或氢气和一种或多种 $C_3-C_{10}\alpha$ -烯烃被进料到每个聚合反应器。将所得产物淤浆进料至分离装置,在其中液体与聚合物分离。主要由稀释剂组成的液体再循环回到聚合反应器中。然后将聚乙烯干燥,与添加剂混合并复合。

[0078] 聚合反应器包括圆柱形壁、底部和顶部反应器头部,以及用于混合具有内部反应器体积的内含物的搅拌器。在运行期间,反应器还包括反应器淤浆部分和反应器蒸汽部分。反应器淤浆部分是包含颗粒聚乙烯在悬浮介质中的悬浮液的反应器的体积,并且从反应器的底部头部延伸到反应器中的淤浆水平。反应器蒸汽部分是从反应器的液位上方延伸到顶部的反应器部分。在工作温度和压力下,反应器蒸汽部分中的蒸汽与反应器淤浆部分中的悬浮介质基本上平衡。

[0079] 根据本公开的控制方法可以在具有反应器蒸汽部分的淤浆的任何聚合反应器中进行聚乙烯的制备,其中齐格勒型催化剂被进料到该聚合反应器中。这样的聚合反应器可以是独立的聚合反应器;这样的聚合反应器可以是并联工作的多反应器系统的所有反应器;或者这样的聚合反应器可以是串联工作的多反应器系统的第一反应器。对于串联工作

的多反应器系统,根据本公开的控制方法可以包括另外的步骤,用于另外控制在没有加入新鲜齐格勒型催化剂,仅有包含活性催化剂的聚乙烯颗粒的淤浆的后续聚合反应器中的聚合。

#### [0080] 反应器控制

[0081] 由于其多相组成,对淤浆组成进行直接测量是非常困难的。然而,通过确定反应器蒸汽中组分的浓度,可以估计悬浮介质中组分的浓度。因此,本公开的方法包括:作为步骤a)的从反应器蒸汽部分中排出蒸汽。因此,在反应器或反应器头部上提供用于取得反应器蒸汽样品的取样点。

[0082] 在步骤b)中,分析蒸汽以确定其组成。因此,反应器蒸汽样品被从反应器输送到用于测量蒸汽组分的分析器。蒸汽的组成可以根据公知的方法来确定。可以在一次测量中确定组成。优选地,可以根据不同的方法进行不同的测量,以检查蒸汽的不同组分。

[0083] 在步骤c)中,基于所确定的蒸汽组成和聚合反应器内的压力,计算乙烯分压值,氢气与乙烯的分压比值和一种或多种共聚单体与乙烯的分压比值。

[0084] 根据本公开的一个实施例,从反应器蒸汽部分排出的蒸汽在被分析之前首先被冷却至10°C或更低的温度,更优选地被冷却至0°C至10°C的温度以使其达到条件。通过将反应器蒸汽冷却至10°C或更低的温度,部分蒸汽(主要是稀释剂,如己烷)的冷凝和分析可以在具有较低稀释剂含量的冷却蒸汽上进行。因此,避免了稀释剂在进入分析器的管线中的冷凝,这可能导致错误的结果,并且蒸汽的分析总是在相同的条件(即相同的温度)下进行。通常,基于反应器蒸汽样品的重量,从反应器蒸汽部分排出的蒸汽中的稀释剂的量在冷却之前为50wt.%~80wt.%。基于反应器蒸汽样品的重量,达到了条件的反应器蒸汽中的稀释剂的量优选为0wt.%~10wt.%,更优选为5wt.%~10wt.%。

[0085] 优选地,反应器蒸汽的冷却在其被排出的聚合反应器附近,以返回到聚合反应器的蒸汽的冷凝组分的方式进行。因此,在优选实施例中,通过位于聚合反应器上方的热交换器的方式进行冷却,在冷却期间通过蒸汽的部分冷凝获得的液体通过重力的方式返回到聚合反应器。热交换器优选使用冷却的己烷冷却。

[0086] 根据本公开的控制方法以如下方式配置:步骤d) 乙烯进入聚合反应器的流速被保持在恒定水平。进入聚合反应器的乙烯流速的目标值是恒定的;然而,对于生产不同聚乙烯等级的不同淤浆聚合,每次向单个聚合反应器进料的乙烯的量可以不同;对于生产相同聚乙烯等级的不同聚合,如果生产相同聚乙烯等级的不同聚合在目标生产速率方面不同,则每次向单个聚合反应器进料的乙烯的量甚至可以是不同的,因为乙烯进入单个聚合反应器的流速决定了该聚合反应器的生产速率。进入聚合反应器的乙烯进料速率对应于该反应器中的聚乙烯生产速率。

[0087] 在供给齐格勒型催化剂的乙烯淤浆聚合反应器中,在达到了条件的反应器蒸汽中测量乙烯分压被用来调节催化剂的注入速率。随着催化剂注入速率的增加,乙烯聚合速率相应增加,乙烯浓度相应降低,因此乙烯分压降低。当催化剂注入速率降低时,会发生相反的情况。因此,在步骤e)中,调节齐格勒型催化剂进入聚合反应器的流速,以将乙烯分压保持在目标乙烯分压。

[0088] 为了使生产的聚乙烯的性能适应具体应用的需要,通常将氢气或作为共聚单体的一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>α-烯烃或氢气和一种或多种C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>α-烯烃进料到聚合反应器。为了确保维

持目标性能组合,需要控制氢气/乙烯分压比和共聚单体/乙烯分压比。因此,本公开的方法包括:步骤f) 调节氢气进入聚合反应器的流速以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比;或调节一种或多种共聚单体进入聚合反应器的流速,以将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比;或者调节氢气和一种或多种共聚单体进入聚合反应器的流速,以将氢气/乙烯分压比保持在目标氢气/乙烯分压比,并将共聚单体/乙烯分压比保持在目标共聚单体/乙烯分压比。

[0089] 在本公开的优选实施例中,所述方法包括步骤g),将稀释剂进入聚合反应器的流速保持在恒定水平。

[0090] 优选地,本发明的方法是串联进行的,即在聚合反应器的级联中进行,并且还包括另外的步骤h)至l),用于另外控制在没有加入新的齐格勒型催化剂的后续聚合反应器中的聚合。这些另外的步骤可以在一些或所有后续聚合反应器中进行。优选地,这些进一步的步骤h)至l)在所有后续的聚合反应器中进行。在后续一个聚合反应器中控制聚合的方法类似于在后续多个聚合反应器中控制聚合的方法,其中齐格勒型催化剂被进料,但不包括齐格勒型催化剂进入聚合反应器的流速被调节的步骤。因此,步骤h)、i)和j)与步骤a)、b)和c)相同;步骤k)与步骤d)相同;以及步骤l)与步骤f)相同。

[0091] 在达到了条件的反应器蒸汽中的共聚单体和乙烯分压的测量和共聚单体/乙烯比的相应计算被用于调节进入每个反应器的共聚单体进料速率。所产生的聚合物中共聚单体的量影响其性能,使得靶向特定的共聚单体/乙烯比将产生具有特定性质的聚乙烯。这样,通过靶向共聚单体/乙烯比,当乙烯流速变化时,例如由于目标聚乙烯生产速率的变化,共聚单体流速也将自动改变。

[0092] 可能的是,所需的聚乙烯产品将需要具有不同共聚单体含量的乙烯聚合物组分的组合。这要求不同聚合反应器中的聚合以不同的目标共聚单体/乙烯比进行。此外,聚合物组分的所需组合需要根本不含共聚单体的乙烯聚合物组分。在这种情况下,各自聚合反应器中的目标共聚单体/乙烯比将为零。优选地,不将共聚单体进料至第一反应器,使得产生乙烯均聚物,而将共聚单体进料至后续反应器以制备乙烯共聚单体。

[0093] 反应器蒸汽中的氢气和乙烯分压的测量和相应的氢气/乙烯比的计算被用于调节进入每个反应器的氢气进料速率。反应器中的氢气水平影响发生的氢转移反应的量,这又决定了所产生的乙烯聚合物的分子量、熔体指数和分子量分布。这样,通过靶向氢气/乙烯比,当乙烯流速变化时,氢气流速也将自动改变。

[0094] 在第一反应器中,调节氢气流的控制阀以保持目标氢气/乙烯比。在后续反应器中,在被进料到随后的反应器中之前还可以通过使从前述聚合反应器中排出的淤浆在闪蒸容器例如闪蒸罐中进行闪干步骤,以及调节闪蒸容器上控制闪蒸容器中的压力的阀的位置来保持比率。该阀基本上控制从前一个聚合反应器转移到随后的聚合反应器的氢气的量。当两个控制阀都用于控制氢气/乙烯比时,氢气流上的控制阀可以被配置为当闪蒸容器上的阀关闭时打开,以防止控制回路中的冲突。

[0095] 在本公开的优选实施例中,所述方法包括:步骤m),将稀释剂进入聚合反应器的流速保持在恒定水平。

[0096] 现在参考图1a和图1b,其示出了乙烯淤浆聚合方法,其中乙烯淤浆聚合反应器串联和并联工作。图1a示出了乙烯淤浆聚合方法,其中反应器串联工作,即级联工作。将单体,

即乙烯和共聚单体,稀释剂,催化剂和氢气进料到淤浆聚合反应器100中。来自反应器100的产物通过管线106流入闪蒸罐103。气体通过管线108流出闪蒸罐103。淤浆通过管线107流出闪蒸罐103进入反应器101。将另外的单体,即乙烯或优选地,乙烯和共聚单体,和氢气进料至反应器101。来自反应器101的产物通过管线109流入闪蒸罐104。气体通过管线111流出闪蒸罐104。淤浆经由管线110流出闪蒸罐104进入反应器102。将另外的单体,即乙烯或优选乙烯和共聚单体,以及氢气进料到反应器102中。来自反应器102的产物通过管线112流入闪蒸罐105。气体通过管线113流出闪蒸罐105。淤浆通过管线114流出闪蒸罐105流入分离系统115,在其中将稀释剂流116与聚物流117分离。稀释剂流116优选直接再循环进入反应器中或加工以除去蜡和低沸点杂质,然后再循环。通常将聚合物流117进一步干燥,然后与添加剂复合。

[0097] 图1b示出了乙烯淤浆聚合方法,其中反应器并联工作。将氢气、单体,即乙烯和共聚单体,稀释剂和催化剂分别进料至淤浆聚合反应器200、201和202。来自反应器200、201和202的产物分别通过管线206、209和212离开反应器,并且被输送到闪蒸罐203、204和205。气体通过管线208、211和213流出闪蒸罐203、204和205。淤浆分别通过管线207、210和214离开闪蒸罐203、204和205,并且被输送至分离系统215,在其中稀释剂流216与聚物流217分离。稀释剂流216或者直接再循环到反应器中或者加工以除去蜡和低沸点杂质,然后再循环。聚合物流217被进一步干燥,然后与添加剂复合。

[0098] 现在参考图2,其示出了串联(级联)工作的乙烯淤浆聚合反应器300A、300B和300C的控制方案。反应器300A、300B和300C中的每一个都具有反应器淤浆部分301A、301B和301C以及反应器蒸汽部分302A、302B和302C。为了图2的目的,除非另有说明,否则在相同的三位数字后面附加后缀“A”、“B”和“C”是指与不同反应器相关联的相同元件。

[0099] 淤浆通过管线303A、303B和303C离开反应器300A、300B和300C,并流向闪蒸罐304A、304B和304C。蒸汽通过管线305A、305B和305C离开闪蒸罐304A、304B和304C。来自闪蒸罐304A的淤浆经由管线306A进入反应器300B。来自闪蒸罐304B的淤浆经由管线306B进入反应器300C。来自闪蒸罐304C的淤浆以管线306C传输以进行进一步处理以将液体悬浮介质与聚合物颗粒分离。

[0100] 用于反应器300A、300B和300C中的淤浆聚合的齐格勒型催化剂通过管线307、催化剂泵308和管线309进入反应器300A。在反应器300B和300C中的聚合和与主要包含在聚乙烯颗粒内的淤浆一起转移的催化剂一起从反应器300A转移到反应器300B,然后从反应器300B转移到反应器300C。无附加催化剂被进料到反应器300B和300C中。

[0101] 乙烯进料控制

[0102] 乙烯进料控制被配置成使乙烯以恒定的目标流量进入乙烯淤浆聚合反应器中;然而,对于生产不同聚乙烯等级的不同淤浆聚合,每次向单个聚合反应器进料的乙烯的量可以不同;对于生产相同聚乙烯等级的不同聚合,如果生产相同聚乙烯等级的不同聚合在目标生产速率方面不同,则每次向单个聚合反应器进料的乙烯的量甚至可以是不同的,因为乙烯到单个聚合反应器的流速决定了该聚合反应器的生产速率。

[0103] 反应器300A、300B和300C的乙烯通过管线311A、311B和311C被输送到控制阀312A、312B和312C。流量计313A、313B和313C产生流量信号401A、401B和401C,其表示管线314A、314B和314C中的乙烯的流量。流量控制器402A、402B和402C接收流量信号401A、401B和401C

以及表示乙烯在管线314A、314B和314C中流动的期望流量的设定值(SP)。流量控制器402A、402B和402C提供输出信号403A、403B和403C,其对信号401A、401B和401C之间的差以及各乙烯流的设定值作出响应。控制阀312A、312B和312C响应于信号403A、403B和403C被操纵,以将管线314A、314B和314C中的乙烯流量调节到乙烯的期望流量。

[0104] 本领域技术人员将认识到,控制器可以使用任何所使用的公知算法,诸如比例、比例积分、比例微分或比例积分微分。

[0105] 为了控制淤浆聚合,将反应器蒸汽从反应器蒸汽部分302A、302B和302C中排出,并经由管线315A、315B和315C进料到热交换器316A、316B和316C,其中反应器蒸汽通过使用冷冻己烷被冷却至3℃至10℃的温度以使其达到条件。发生冷凝的部分反应器蒸汽(主要是稀释剂)和所获得的液体通过管线315A、315B和315C向下流动返回到反应器中。达到了条件的反应器蒸汽通过管线317A、317B和317C被进料到分析换能器318A、318B和318C,分析换能器318A、318B和318C适于确定达到了条件的反应器蒸汽的组成,并将表示蒸汽组成的信号404A、404B和404C传输到计算器400A、400B和400C。计算器400A、400B和400C基于信号404A、404B和404C计算反应器蒸汽部分302A、302B和302C中氢气和乙烯以及共聚单体和乙烯的分压比。当提供关于反应器300A、300B和300C(未示出反应器300B和300C)中的绝对压力的信息时,计算器400A、400B和400C也能够计算乙烯、氢气和共聚单体在反应器蒸汽部分302A、302B和302C的绝对分压。

[0106] 催化剂进料控制

[0107] 进料到反应器300A的催化剂被配置为通过调节催化剂泵308的泵送速率将反应器蒸汽部分302A中的乙烯分压保持在目标水平。压力换能器319产生代表反应器300A的压力的压力信号405。计算器400A接收代表达到了条件的反应器蒸汽的组成的信号405和信号404A,并且产生代表反应器蒸汽部分302A中的乙烯分压,以及因此代表反应器300A的淤浆中的乙烯浓度的信号406。控制器407接收信号406以及表示反应器蒸汽部分302A中所需乙烯分压的设定值(SP)。控制器407提供输出信号408,其对信号406和乙烯分压的设定值之间的差作出响应。催化剂泵308的泵速度被调节来响应信号408来控制通过管线309的催化剂流,以实现保持反应器蒸汽部分302A中的目标乙烯分压。

[0108] 共聚单体进料控制

[0109] 共聚单体进料控制被配置成通过调节进入反应器的共聚单体流速来靶向反应器蒸汽部分302A、302B和302C中的共聚单体/乙烯分压比。反应器300A、300B和300C的共聚单体通过管线320A、320B和320C被输送到控制阀321A、321B和321C。如果共聚单体被进料到反应器300A,则较小量的共聚单体以淤浆的形式从反应器300A转移到反应器300B,如果共聚单体被进料到反应器300B,则以淤浆的形式从反应器300B转移到反应器300C。

[0110] 计算器400A、400B和400C接收表示达到了条件的反应器蒸汽组成的信号404A、404B和404C,并产生表示反应器蒸汽部分302A、302B和302C中的共聚单体/乙烯分压比的信号409A、409B和409C。控制器410A、410B和410C接收信号409A、409B和409C以及表示反应器蒸汽部分302A、302B和302C中所需共聚单体/乙烯分压比的设定值(SP)。控制器410A、410B和410C提供输出信号411A、411B和411C,其对信号409A、409B和409C之间的差以及共聚单体/乙烯分压比的设定值作出响应。控制阀321A、321B和321C响应于信号411A、411B和411C被操纵,来调节管线322A、322B和322C中的共聚单体流,以使反应器蒸汽部分302A、302B和

302C保持目标共聚单体/乙烯分压比。

[0111] 氢气进料控制

[0112] 氢气进料控制被配置成通过调节进入反应器的氢气流速来靶向反应器蒸汽部分302A、302B和302C中的氢气/乙烯分压比。反应器300A、300B和300C的氢气通过管线323A、323B和323C输送到控制阀324A、324B和324C。如果氢气被进料到反应器300A,则一定量的氢共聚单体以淤浆的形式从反应器300A转移到反应器300B,如果氢气被进料到反应器300B,则以淤浆的形式从反应器300B转移到反应器300C。

[0113] 计算器400A、400B和400C接收表示达到了条件的反应器蒸汽组成的信号404A、404B和404C,并产生表示反应器蒸汽部分302A、302B和302C中的氢气/乙烯分压比的信号412A、412B和412C。控制器413A、413B和413C接收信号412A、412B和412C以及表示反应器蒸汽部分302A、302B和302C中所需氢气/乙烯分压比的设定值(SP)。控制器413A、413B和413C提供输出信号414A、414B和414C,其对信号412A、412B和412C之间的差和氢气/乙烯分压比的设定值作出响应。控制阀324A、324B和324C响应于信号414A、414B和414C被操纵,来调节管线325A、325B和325C中的氢气流,以使反应器蒸汽部分302A、302B和302C保持目标氢气/乙烯分压比。

[0114] 当在比前面的反应器300A和300B更低的氢分压的反应器300B和300C中聚合时,通过转移大于需要量的淤浆以在反应器300B和300C中保持目标氢气/乙烯分压比的方式来使得更多的氢气被输送到反应器300B和300C中。对于这样的聚合,很少或不通过管线323B和323C输送氢气,并且通过除去经淤浆转移而进入反应器300B和300C的氢气来调节进入反应器300B和300C的氢气流量。经管线305A和305B从闪蒸罐304A和304B中的淤浆中排出的气体越多,即闪蒸罐304A和304B中的压力越小,则经管线306A和306B的淤浆转移而进料到反应器300B和300C的氢气量越少。闪蒸罐304A和304B中的压力,因此也是氢气的排出量,可以由控制阀326A和326B调节,以调整通过管线327A和327B的气体流量。

[0115] 因此,控制器413B和413C提供附加的输出信号415B和415C,它们也响应于信号412B和412C之间的差以及氢气/乙烯分压比的设定值。控制阀326A和326B响应于信号415B和415C被操纵,来调节管线327A和327B中的气流,以使反应器蒸汽部分302A、302B和302C保持目标氢气/乙烯分压比。控制阀326A和326B以及324B和324C的详细配置使得控制阀326A和326B将在控制阀324B和324C关闭时打开,即所有氢气是通过从反应器300A转移到反应器300B或从反应器300B转移到反应器300C来输送的。

[0116] 本公开的控制方法在图2中通过使用一种共聚单体的淤浆聚合的方式来说明。然而,对于本领域技术人员而言,以 $\alpha$ -烯烃的混合物进料作为共聚单体或者以采用具有用于两个或多个共聚单体的聚合的附加的控制步骤的一个或多个附加的进料单元的方案是显而易见的。类似地,对于有经验的读者来说,图2所示的乙烯淤浆聚合还包括将稀释剂和助催化剂进料到所有聚合反应器中,并且除此之外还包括将诸如抗静电剂的添加剂进料到反应器中,但是为了提高附图的可理解性,这些在图2中未示出。

[0117] 在阅读前述公开内容之后,本文所公开的主题的其它特征、优点和实施例对于那些实施普通技术的人员而言将是显而易见的。在这点上,虽然已经相当详细地描述了本主题的具体实施例,但是在不脱离所描述和要求保护的本主题的精神和范围的情况下,可以实现这些实施例的变化和修改。

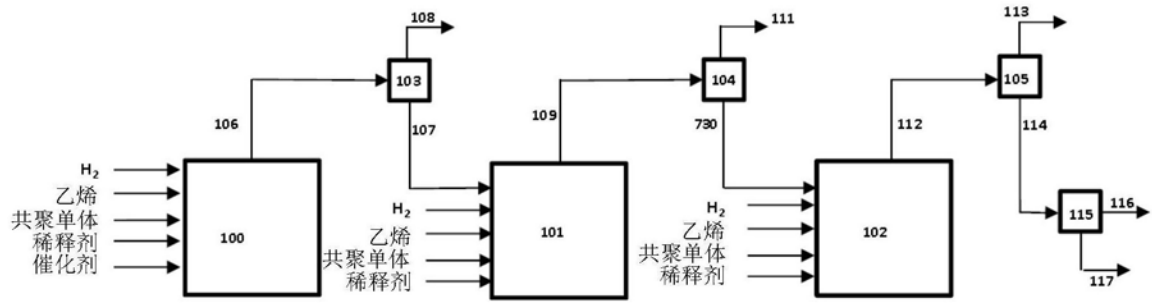


图1a

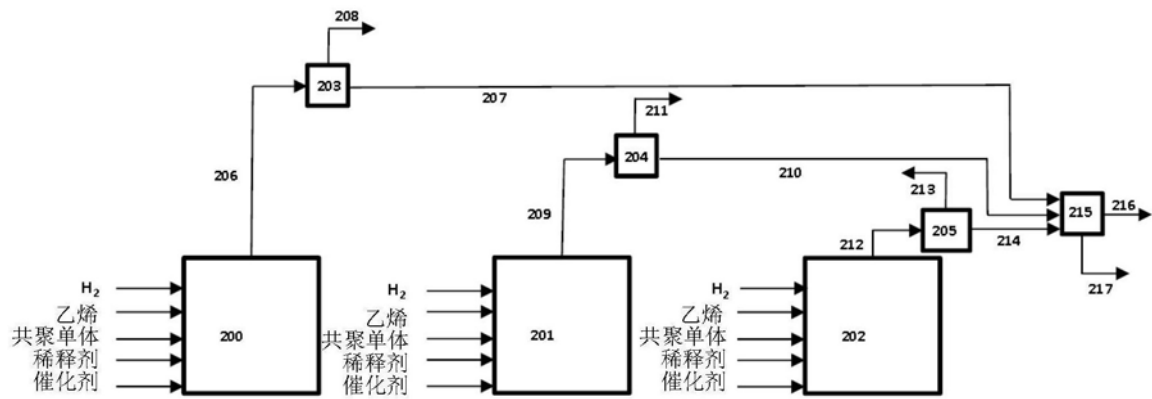


图1b

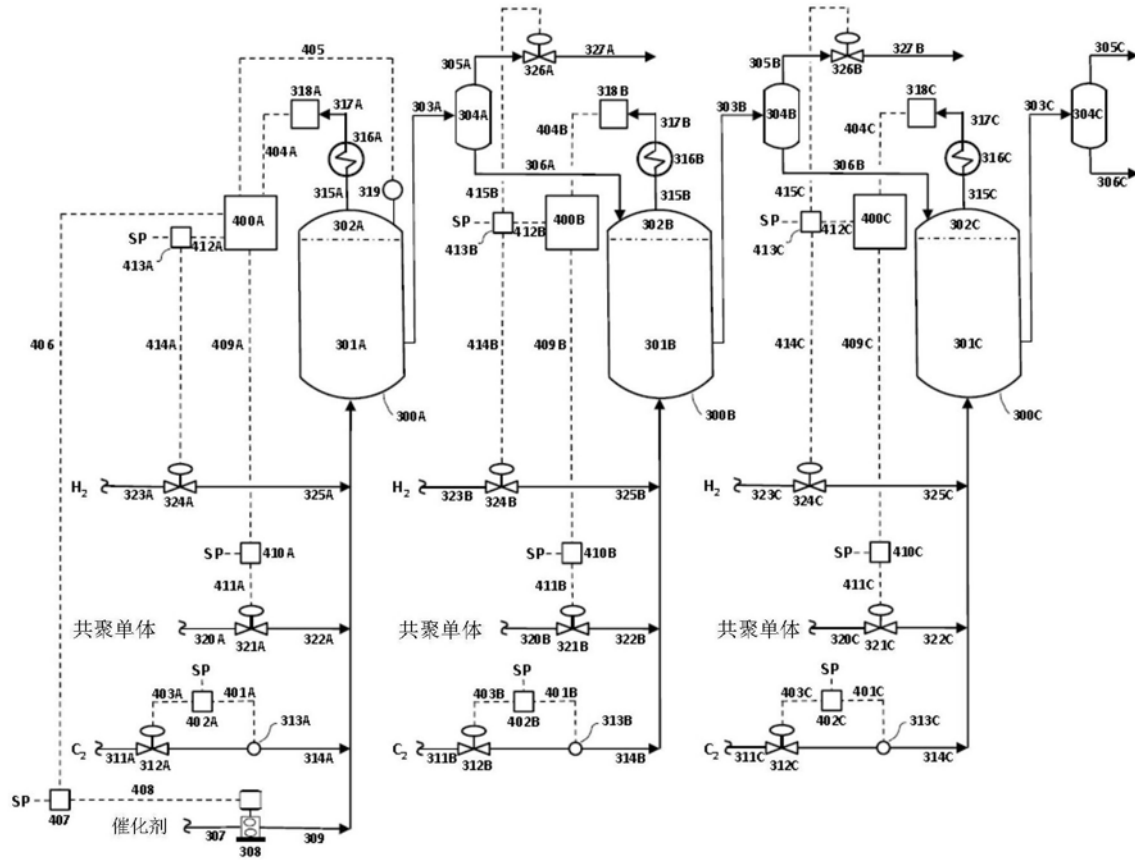


图2