

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 9387/2022 (51) Int. Cl.: **C08F 110/06** (2006.01)
(86) PCT-Anmeldenummer: PCT/CN22135817 **C08L 23/12** (2006.01)
(22) Anmeldetag: 01.12.2022
(43) Veröffentlicht am: 15.08.2024

(30) Priorität:
30.12.2021 CN 202111660076.3 beansprucht.
02.09.2022 CN 202211069952.X beansprucht.

(71) Patentanmelder:
PetroChina Company Limited
100007 Beijing (CN)

(72) Erfinder:
Liu Qiang
100724 Beijing (CN)
Wang Fushan
100724 Beijing (CN)
Li Guangquan
100724 Beijing (CN)
Gao Yan
100724 Beijing (CN)
Huang Anping
100724 Beijing (CN)
Wang Xia
100724 Beijing (CN)
Song Bin
100724 Beijing (CN)
Song Sainan
100724 Beijing (CN)
Peng Wei
100724 Beijing (CN)
Ye Pengbo
100724 Beijing (CN)

(74) Vertreter:
Anwälte Burger und Partner Rechtsanwalt
GmbH
4580 Windischgarsten (AT)

(54) **Polypropylenharz und Verfahren zu seiner Herstellung**

(57) Polypropylenharz und ein Herstellungsverfahren dafür, wobei das Verfahren umfasst: Propylen-Vorpolymerisation, Flüssigphasen-Massenpolymerisation, Gasphasen-Polymerisation, Trocknung von Polypropylen, Reinigung und Extrusionsgranulation. Gemäß dem Verfahren wird Propylen zunächst vorpolymerisiert, und eine Vorpolymeraufschlämmung wird dann in zwei in Reihe geschaltete Tankreaktoren für die Flüssigphasen-Massenpolymerisation und in einen Wirbelschichtreaktor für die Gasphasen-Polymerisation eingeführt. Das Polypropylen-Grundmaterial wird mit einem komplexen Lösungsmittel gewaschen, das aus Kohlenwasserstoff- und Alkohollösungsmitteln bereitet wird, um Katalysatorrückstände und amorphes Polypropylen zu

entfernen, und ein aschearmes, lang wirkendes Antioxidans-Kompositmittel wird verwendet, um eine sekundäre Verschmutzung des Polypropylenprodukts durch Verunreinigungen zu verhindern, wodurch eine ultrareine industrielle Polypropylenproduktion erreicht wird.

ABSTRACT

Polypropylenharz und ein Herstellungsverfahren dafür, wobei das Verfahren umfasst: Vorpolymerisation von Propylen, Massopolymerisation in flüssiger Phase, Gasphasenpolymerisation, Trocknung von Polypropylen, Reinigung und Extrusionsgranulation. Gemäß dem Verfahren wird Propylen zunächst vorpolymerisiert, und eine Vorpolymeraufschlammung wird dann in zwei in Reihe geschaltete Tankreaktoren für die Flüssigphasen-Polymerisation und in einen Wirbelschichtreaktor für die Gasphasen-Polymerisation eingespritzt. Das Polypropylen-Grundmaterial wird mit einem komplexen Lösungsmittel gewaschen, das aus Kohlenwasserstoff- und Alkohollösungsmitteln hergestellt wird, um Katalysatorrückstände und amorphes Polypropylen zu entfernen, und ein aschearmes, lang wirkendes Antioxidationsmittel wird verwendet, um eine sekundäre Verschmutzung des Polypropylenprodukts durch Verunreinigungen zu verhindern, wodurch eine ultra-saubere industrielle Polypropylenproduktion erreicht wird.

POLYPROPYLENHARZ UND VERFAHREN ZU SEINER HERSTELLUNG

Bereich der Erfindung

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Polymerharze, insbesondere bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein ultra-reines Polypropylenharz und ein Herstellungsverfahren dafür. Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung ein ultrasauberes Polypropylenharz und ein Verfahren zu dessen Herstellung.

Hintergrund der Erfindung

Polypropylen, abgekürzt PP, ist ein farbloser, geruchloser, ungiftiger, durchscheinender Feststoff. Polypropylen ist ein thermoplastisches Kunstharz mit hervorragenden Eigenschaften und ist ein farbloser, halbtransparenter, leichter thermoplastischer Allzweckkunststoff. Polypropylen ist chemikalienbeständig, hitzebeständig, elektrisch isolierend, hat hochfeste mechanische Eigenschaften und lässt sich gut abriebfest verarbeiten, was zu einer raschen Entwicklung und Anwendung von Polypropylen in einer Vielzahl von Bereichen geführt hat, darunter Maschinen, Automobile, Elektronik und Elektrogeräte, Bauwesen, Textilien, Verpackungen, Land-, Forst- und Fischereiwirtschaft sowie die Lebensmittelindustrie seit seiner Einführung. In den letzten Jahren hat Polypropylen mit der raschen Entwicklung der Verpackungs-, Elektronik-, Automobil- und anderer Industrien erheblich zur Entwicklung der Industrie beigetragen.

Polypropylen wird für die Herstellung von isolierten Gehäusen für Haushaltsgeräte und Waschmaschinenauskleidungen verwendet und wird häufig als Isoliermaterial für Drähte und Kabel und andere elektrische Geräte eingesetzt. Bei der Herstellung von Barrierefolien können diese durch ein traditionelles Folienherstellungsverfahren produziert werden, das einfacher und billiger in der Herstellung ist.

Das chinesische Patent 201310519301.0 offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines speziellen Materials für eine homopolymerisierte Polypropylen-Barrierefolie für Lithium-Ionen-Batterien. In dieser Erfindung wird ein Propylenpolymerisationskatalysator mit hoher Aktivität und mäßiger Empfindlichkeit gegenüber Wasserstoffregulierung verwendet, wobei Triethylaluminium als Propylenpolymerisationsaktivator in einer Menge von 7,0 l/h oder weniger zugesetzt wird. Als externe Elektronendonatoren werden Bicyclopentylmethoxysilan und Tetraethoxysilan in einem molaren Verhältnis von 1:1-1:8 verwendet. Der Grad der Produktisometrie liegt bei mehr als 98 %, die Schmelzflussrate beträgt 2,6-3,0 g/10 min, der Aschegehalt liegt bei 50-100 ppm, und der Aschegehalt-Index kann die Anforderungen von High-End-Elektroanwendungen nicht erfüllen.

Das chinesische Patent 201080045745.X offenbart eine Katalysatorkomponente für die Olefinpolymerisation unter Verwendung interner Elektronendonatoren vom Typ Diolester und Diethylether sowie ein Verfahren zur Herstellung der Katalysatorkomponente, einen Katalysator, der die Katalysatorkomponente umfasst, und ein Verfahren zur Olefinpolymerisation unter Verwendung des Katalysators zur Herstellung eines aschearmen Polypropylenprodukts. Das mit dieser Technologie hergestellte Produkt hat einen Aschegehalt von nur 30 ppm, kann aber immer noch nicht den Bedarf an hochwertigen trockenen Leistungselektronikkondensatoren decken.

Zusammenfassung der Erfindung

Mit Blick auf das oben genannte Problem der bestehenden Technologie, dass der Aschegehalt des Produkts aufgrund der direkten Polymerisation unter ausschließlicher Verwendung eines hochaktiven Katalysators immer noch hoch ist, zielt die vorliegende Erfindung darauf ab, ein Verfahren zur Herstellung eines ultrareinen Polypropylenharzes bereitzustellen.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines ultra-reinen Polypropylenharzes.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, ein Herstellungsverfahren für Polypropylenharz bereitzustellen.

Ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Polypropylenharzes.

Um das oben genannte Ziel zu erreichen, stellt die vorliegende Erfindung einerseits ein Herstellungsverfahren für ultrareines Polypropylenharz zur Verfügung, das Folgendes umfasst: Vorpolymerisation von Propylen, Massenvpolymerisation in flüssiger Phase, Polymerisation in der Gasphase, Trocknen und Reinigen von Polypropylen und Granulierung durch Extrusion;

Vorpolymerisation von Propylen:

in einem Vorpolymerisationsreaktor wird eine Katalysatoraufschlämmung formuliert, die einen Primärkatalysator, einen Cokatalysator und ein Lösungsmittel umfasst; anschließend wird Propylen zur Durchführung einer Vorpolymerisationsreaktion eingeführt, um eine Vorpolymeraufschlämmung zu erhalten;

Massenvpolymerisation in flüssiger Phase:

eine Polypropylen-Rohproduktaufschlämmung durch Polymerisation von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlämmung, des Co-Katalysators, eines externen Elektronendonors und Wasserstoff erhalten wird; der externe Elektronendonator ist 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoren;

Gasphasenvpolymerisation:

der durch die Flüssigphasenvpolymerisation erhaltene Polypropylen-Rohproduktschlamm wird zur Polymerisation in einen Gasphasenv-Wirbelschichtreaktor geleitet;

Trocknung aus Polypropylen:

Das Material am Ausgang des Gasphasenv-Wirbelschichtreaktors wird zunächst einer Gas-Feststoff-Trennung unterzogen, und die feste Komponente gelangt zur Trocknung in einen Trockner, um ein Polypropylenpulver zu erhalten;

Säuberung:

Das getrocknete Polypropylenpulver wird mit einem komplexen Lösungsmittel zu einer Aufschlämmung formuliert und zur Reinigung gerührt; die Aufschlämmung wird dann einer Fest-Flüssig-Trennung unterzogen, um ein feuchtes Polypropylenpulver zu erhalten, das getrocknet wird, um ein ultrareines Polypropylenpulver zu erhalten;

Extrusionsgranulierung;

Das gereinigte ultrareine Polypropylenpulver wird mit einem Antioxidationsmittel gemischt und dann extrudiert und granuliert, um das ultrareine Polypropylenharz zu erhalten.

Nachfolgend wird jedes Verfahren für die Propylenvorpolymerisation, die Flüssigphasenvpolymerisation, die Gasphasenvpolymerisation, die Polypropylen-trocknung, die Reinigung und die Extrusionsgranulierung im Detail beschrieben:

I. Vorpolymerisation von Propylen: In einem Vorpolymerisationsreaktor wird eine Katalysatoraufschlämmung formuliert, die einen Primärkatalysator, einen Cokatalysator und

ein Lösungsmittel enthält; anschließend wird Propylen eingeführt, um eine Vorpolymerisationsreaktion durchzuführen und eine Vorpolymeraufschlammung zu erhalten.

Während der Vorpolymerisation bildet sich eine dünne Polypropylenschicht auf der Oberfläche der Katalysatorteilchen.

Vorzugsweise beträgt bei der Vorpolymerisation das Massenverhältnis von Propylen zum Primärkatalysator 2,5 bis 10 kg/kg und das Massenverhältnis des Co-Katalysators zum Primärkatalysator 0,027 bis 0,075 kg/kg.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Vorpolymerisationsreaktion vorzugsweise zwei Stufen: Während der ersten Stufe liegt die Vorpolymerisationstemperatur bei -5°C bis 15°C , die Propylenzuführungsrate beträgt 10 bis 45 kg/h, und die Vorpolymerisationszeit beträgt 0.5 bis 3 Stunden; und während der zweiten Stufe beträgt die Vorpolymerisationstemperatur 5°C bis 35°C und die Propylenzufuhr rate 15 bis 55 kg/h, bis das gesamte Propylen für die Vorpolymerisation dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt wird.

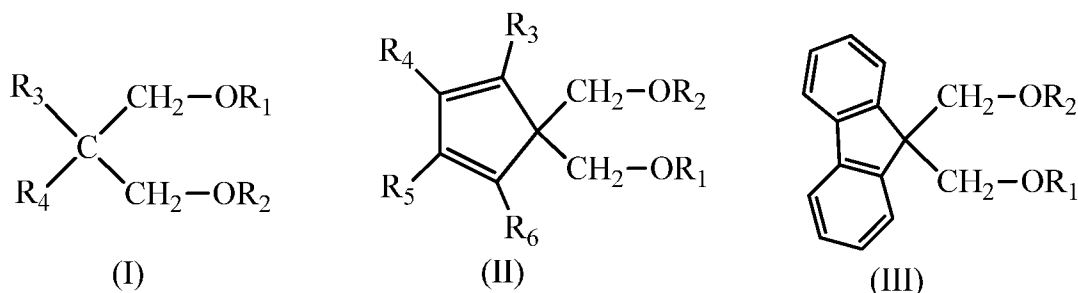
Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird das Lösungsmittel in der Katalysatoraufschlammung vorzugsweise aus Alkanen mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 4 bis 10 ausgewählt. Noch bevorzugter ist das Alkan mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 4 bis 10 ausgewählt aus einem oder mehreren von Butan, Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan; am meisten bevorzugt Hexan.

Der in der vorliegenden Erfindung beschriebene Primärkatalysator ist im chinesischen Patent 201080045745.X offenbart, das in die vorliegende Erfindung einbezogen ist; er kann auch kommerziell erworben werden. Das heißt, solange der Primärkatalysator der vorliegenden Erfindung die Aktivitätsanforderungen erfüllt, hat der Primärkatalysator eine Aktivität von mindestens 100.000 mal; die Katalysatoraktivität wird speziell als das Verhältnis der Masse des Polymers, das aus der katalytischen Propylenpolymerisation, die durch den Katalysator katalysiert wird, erhalten wird, zur Masse des Katalysators pro Zeiteinheit berechnet.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist der Primärkatalysator vorzugsweise ein Katalysator der Z-N-Reihe, der einen MgCl_2 -Träger, ein TiCl_4 -Aktivzentrum und einen internen Elektronendonator umfasst; der interne Elektronendonator ist ausgewählt aus einem oder mehreren alkylsubstituierten 1,3-Diethern, arylsubstituierten 1,3-Diethern, Butandioatestern, Propandioatestern und Diolestern.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Arylgruppe der arylsubstituierten 1,3-Diether vorzugsweise aus monocyclischen oder polycyclischen C_{4-16} Arylgruppen ausgewählt. Insbesondere ist die Arylgruppe der arylsubstituierten 1,3-Diether ausgewählt aus Cyclopentadienyl, Indenyl, Fluorenyl und Derivaten davon.

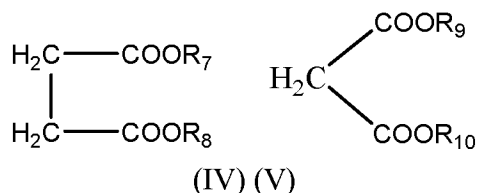
Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Struktur der alkylsubstituierten 1,3-Diether vorzugsweise in der folgenden Formel (I) und die Struktur der arylsubstituierten 1,3-Diether in der folgenden Formel (II) oder Formel (III) dargestellt:



worin R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆, die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig voneinander ein geradkettiges oder verzweigtes C₁₋₁₀ Alkyl sind.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind vorzugsweise R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆, die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind die Strukturen der Butandioatester und Propandioatester vorzugsweise in den folgenden Formeln (IV) bzw. (V) dargestellt:



worin R₇, R₈, R₉ und R₁₀, die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig voneinander ein geradkettiges oder verzweigtes C₁₋₁₀-Alkyl sind; vorzugsweise sind R₇, R₈, R₉ und R₁₀ jeweils unabhängig voneinander Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist der Cokatalysator vorzugsweise eine Alkylaluminiumverbindung; noch bevorzugter ist der Cokatalysator ausgewählt aus einem oder mehreren Trialkylaluminium, Alkylaluminoxanen, einer Kombination von Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhalogenid oder einer Kombination von Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhydrid; am meisten bevorzugt ist Triethylaluminium.

II . Massenpolymerisation in flüssiger Phase: Eine Polypropylen-Rohproduktaufschlämmung wird durch Polymerisation von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlämmung, des Co-Katalysators, eines externen Elektronendonors und von Wasserstoff erhalten; der externe Elektronendonator ist 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoren.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Flüssigphasen-Polymerisation vorzugsweise die folgenden Schritte:

Propylen, die Vorpolymeraufschlämmung, der Co-Katalysator, der externe Elektronendonator und Wasserstoff in einen ersten Reaktor gegeben werden und die Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa durchgeführt wird, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlämmung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im ersten Reaktor 1000 bis 3000 ppm beträgt; und dann wird die Reaktionsaufschlämmung unter Einleiten von Wasserstoffgas in einen zweiten

Reaktor gegeben, und die Polymerisationsreaktion wird bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa durchgeführt wird, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlämmung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Ausgang des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1000 bis 2000 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt während des Flüssigphasen-Polymerisationsverfahrens in Masse vorzugsweise das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t; das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu Propylen 0,015 bis 0,0225 kg/t; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonors zum Co-Katalysator 0 bis 0,015 kg/kg, ausgenommen 0.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind vorzugsweise sowohl der erste Reaktor als auch der zweite Reaktor Polymerisationsreaktoren vom Kesseltyp, die in Reihe geschaltet sind (um ein Tandempolymerisationsverfahren mit vollständig gemischtem Durchfluss zu bilden).

III. Gasphasenpolymerisation: Der bei der Flüssigphasen-Polymerisation gewonnene Polypropylen-Rohproduktschlamm wird zur Polymerisation in einen Gasphasen-Wirbelschichtreaktor geleitet.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt vorzugsweise während des Gasphasenpolymerisationsverfahrens die Polymerisationstemperatur 75 bis 85°C, der Polymerisationsdruck 1,5 bis 2,0 MPa, die Schmelzflussrate des Polypropylenpulvers am Auslass des Gasphasenwirbelschichtreaktors 2,8 bis 3,2 g/10 min, der Aschegehalt weniger als 30 ppm und der Isotaktizitätsgrad mehr als 98,5%.

IV . Polypropylen-Trocknung: Das Material am Ausgang des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wird zunächst einer Gas-Feststoff-Trennung unterzogen, und die feste Komponente (Polypropylenpulver) (der abgetrennte Gasphasenanteil wird zur Wiederverwertung in ein Rückgewinnungssystem geleitet) gelangt zur Trocknung in einen Trockner, um ein Polypropylenpulver zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die feste Komponente vorzugsweise in einem Trockner durch konvektives Stickstoffgas getrocknet, und die Trocknung erfolgt bei einer Temperatur von 100 bis 110 °C.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die Trocknung vorzugsweise bei einer Temperatur von 95 bis 115°C, vorzugsweise 100 bis 110°C, durchgeführt.

V . Reinigung: Getrocknetes Polypropylenpulver wird mit einem komplexen Lösungsmittel zu einer Aufschlämmung formuliert und zur Reinigung gerührt; die Aufschlämmung wird dann einer Fest-Flüssig-Trennung unterzogen, um ein feuchtes Polypropylenpulver zu erhalten, das getrocknet wird, um ein ultrareines Polypropylenpulver zu erhalten;

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die Reinigung vorzugsweise bei einer Temperatur von 30 bis 150°C für 0,1 bis 5 Stunden durchgeführt; noch bevorzugter wird die Reinigung bei einer Temperatur von 50 bis 120°C für 0,5 bis 3 Stunden durchgeführt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt der

Lösungsmittelgehalt des Polypropylen-Nasspulvers vorzugsweise 15 bis 35 % (bezogen auf 100 % der Gesamtmasse des Polypropylenpulvers), vorzugsweise 15 bis 30 %.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt die Konzentration des Polypropylenpulvers in der formulierten Aufschlämmung während des Reinigungsprozesses vorzugsweise 10 bis 40 Massenprozent.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist das ultrareine Polypropylenpulver vorzugsweise einen Aschegehalt von weniger als 10 ppm auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung kann die Fest-Flüssig-Trennung vorzugsweise durch Zentrifugation erfolgen.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das komplexe Lösungsmittel vorzugsweise eine Kohlenwasserstoffsubstanz und einen Alkylalkohol; die Kohlenwasserstoffsubstanz ist vorzugsweise ein C₅-C₂₀ n-Alkan oder Isoalkan, beispielsweise Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan oder Decan und dergleichen; der Alkylalkohol ist vorzugsweise Methanol, Ethanol, Propanol oder Butanol und dergleichen; und das Massenverhältnis der Kohlenwasserstoffsubstanz zum Alkylalkohol beträgt vorzugsweise (2-6):1.

Vorzugsweise ist das komplexe Lösungsmittel ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1.

VI. Extrusionsgranulierung: Das gereinigte ultrareine Polypropylenpulver wird mit einem Antioxidationsmittel gemischt und dann extrudiert und granuliert, um das ultrareine Polypropylenharz zu erhalten.

Das durch die Extrusionsgranulation gewonnene ultrareine Polypropylenharz hat einen Aschegehalt von weniger als 20 ppm.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das zusammengesetzte Hilfsmittel vorzugsweise ein säureentfernendes Mittel, ein primäres Antioxidans und ein sekundäres Antioxidans.

Vorzugsweise wird das säureentfernende Mittel aus einem oder mehreren von Metallstearat und Hydrotalcit ausgewählt; vorzugsweise Zinkstearat und Calciumstearat; und das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem säureentfernenden Mittel beträgt (10.000-100.000):1.

Vorzugsweise ist das primäre Antioxidans ausgewählt aus einem oder mehreren der folgenden Stoffe:

Tetrakis[β-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionsäure]pentaerythritolester,
 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-Triketon,
 Octadecyl-β-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat,
 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol und
 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan; vorzugsweise
 Tetrakis[β-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionsäure]pentaerythritolester (d. h. e.,
 Antioxidationsmittel 1010) und
 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)triketon.

Vorzugsweise beträgt das Massenverhältnis zwischen dem ultrareinen Polypropylenpulver und dem primären Antioxidationsmittel (1.000-10.000):1.

Vorzugsweise ist das sekundäre Antioxidans ausgewählt aus einem oder mehreren der folgenden Stoffe: Dilauroylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritdiphosphit,

Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritdiphosphat; vorzugsweise Dilauroylthiodipropionat und Tris(2,4-tert-butylphenyl)-phosphit (d. h.e., Antioxidationsmittel 168).

Vorzugsweise beträgt das Massenverhältnis zwischen dem ultrareinen Polypropylenpulver und dem sekundären Antioxidans (100-10.000):1.

Ein weiterer Aspekt der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines ultrareinen Polypropylenharzes, das nach dem oben beschriebenen Verfahren hergestellt wird.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird zunächst das hochaktive Polypropylen in Segmenten katalytisch vorpolymerisiert, und dann wird eine Vorpolymeraufschlammung in zwei in Reihe geschaltete Tankreaktoren für die Flüssigphasen-Polymerisation und in einen Wirbelschichtreaktor für die Gasphasen-Polymerisation eingespritzt. Das Polypropylen-Grundmaterial wird mit einem komplexen Lösungsmittel aus Kohlenwasserstoff- und Alkohollösungsmitteln gewaschen, Katalysatorrückstände und amorphes Polypropylen werden entfernt, und ein aschearmes, lang wirkendes Antioxidationsmittel wird verwendet, um eine sekundäre Verschmutzung des Polypropylenprodukts durch Verunreinigungen zu verhindern, wodurch eine ultra-saubere industrielle Polypropylenproduktion erreicht wird.

In einem weiteren Aspekt stellt die vorliegende Erfindung ein Herstellungsverfahren für Polypropylenharz bereit, das Folgendes umfasst:

einen Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten; und

einen Schritt der Reinigung des erhaltenen Polypropylen-Rohprodukts, um das Polypropylenharz zu erhalten;

wobei die Reinigung die Zugabe des Polypropylen-Rohprodukts zu einem komplexen Lösungsmittel, das ausreichende Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel bei 30 bis 120°C zur Bildung einer Polypropylenaufschlammung, die anschließende Abtrennung des Polypropylens vom komplexen Lösungsmittel zur Gewinnung eines Polypropylenpulvers und das Trocknen des Polypropylenpulvers zur Gewinnung des Polypropylenharzes (ultrareines Polypropylenpulver) umfasst.

Im Polypropylenpulver, das durch Abtrennung des Polypropylens vom komplexen Lösungsmittel gewonnen wird, beträgt der Anteil des Lösungsmittels 15-35% (bezogen auf 100% der Gesamtmasse des Polypropylenpulvers).

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung hat das Polypropylen-Rohprodukt eine Schmelzflussrate von 0,1 bis 1000 g/10 min und eine Molekulargewichtsverteilung von 3 bis 15 (Gewichtsmittel/Zahlenmittel).

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das komplexe Lösungsmittel ein gemischtes Lösungsmittel aus mindestens einem Alkylalkohol mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 1 bis 10 und mindestens einem Alkan mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 5 bis 20, das bei Raumtemperatur flüssig ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Alkylalkohol mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 1 bis 10 aus einem oder mehreren von Methanol, Ethanol, Propanol und Butanol ausgewählt ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das bei Raumtemperatur flüssige Alkan mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 5 bis 20 ausgewählt aus einem oder mehreren von Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Massenverhältnis des Alkylalkohols mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 1 bis 10 und des Alkans mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 5 bis 20, das bei Raumtemperatur flüssig ist, 1:(2-6) beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt das Massenverhältnis des Alkylalkohols mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 1 bis 10 und des Alkans mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 5 bis 20, das bei Raumtemperatur flüssig ist, 1:4.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Reinigung die Zugabe des Polypropylen-Rohprodukts zu einem komplexen Lösungsmittel und das ausreichende Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel bei 30 bis 120°C, um eine Polypropylenaufschlammung zu bilden.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das ausreichende In-Kontakt-Bringen das In-Kontakt-Bringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel für 0,1 bis 5 Stunden (Verweilzeit der Aufschlammung im Reaktor) unter Rührbedingungen.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das ausreichende Inkontaktbringen das Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel für 0,5 bis 3 Stunden unter Rühren.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das ausreichende Inkontaktbringen das Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel unter Rührbedingungen bei einer Rührgeschwindigkeit von 10 bis 150 U/min.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist die Polypropylenaufschlammung eine Polypropylenkonzentration von 10 bis 40 Massenprozent auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist die Polypropylenaufschlammung eine Polypropylenkonzentration von 15 bis 30 Massenprozent auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Reinigung die Abtrennung von Polypropylen aus dem komplexen Lösungsmittel durch Zentrifugieren, um ein Polypropylenpulver zu erhalten, und das anschließende Trocknen des Polypropylenpulvers bei 95 bis 120 °C, um das Polypropylenharz zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Reinigung die Abtrennung von Polypropylen aus dem komplexen Lösungsmittel durch Zentrifugation, um ein Polypropylenpulver zu erhalten, und die anschließende Trocknung des Polypropylenpulvers bei 95 bis 115°C, um das Polypropylenharz zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die Trocknung 0,5 bis 2 Stunden lang durchgeführt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist das durch Trocknen des Polypropylenpulvers erhaltene Polypropylenharz einen Aschegehalt von weniger als 10 ppm auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist das durch Trocknen des Polypropylenpulvers erhaltene Polypropylenharz einen Aschegehalt von 5 bis 10 ppm auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das Verfahren ferner einen Schritt des Extrudierens und Granulierens des erhaltenen Polypropylenharzes nach dem Mischen mit dem antioxidativen Verbundhilfsmittel.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das antioxidative Verbundhilfsmittel aus einer Kombination eines säureentfernenden Mittels, eines primären Antioxidationsmittels und eines sekundären Antioxidationsmittels ausgewählt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei bezogen auf 100 % der Gesamtmasse des zusammengesetzten Antioxidationsmittels die Gehalte des säureentfernenden Mittels, des primären Antioxidationsmittels und des sekundären Antioxidationsmittels 0,1 bis 1 %, 65 bis 90 % bzw. 9,4 bis 34,4 % der Masse betragen.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das säureentfernende Mittel ausgewählt aus einem oder mehreren von Metallstearat und Hydrotalcit.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Metallstearat aus Zinkstearat und/oder Calciumstearat ausgewählt ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das primäre Antioxidans ausgewählt ist aus einem oder mehreren von Tetrakis[β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure]pentaerythritolester, 1,3,5-Tris(3,5-Di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)triketon, Octadecyl- β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol und 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das primäre Antioxidationsmittel ausgewählt aus einem oder mehreren von Tetrakis[β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionsäure]pentaerythritolester und 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)triketon.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das sekundäre Antioxidationsmittel aus einem oder mehreren der folgenden Stoffe ausgewählt ist: Dilauroylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritoldiphosphit, Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritoldiphosphat.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das sekundäre Antioxidans aus einem oder mehreren der folgenden Stoffe ausgewählt ist: Dilauroylthiodipropionat und Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt der Gehalt an antioxidativem Verbundhilfsmittel 0,2 bis 1 Masseprozent, bezogen auf 100 % der Masse des erhaltenen Polypropylenharzes.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial umfasst:

einen Propylen-Vorpolymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Polymerisationsreaktion mit einer bestimmten Menge an Propylen in Gegenwart eines primären Katalysators und eines Co-Katalysators, um eine dünne Schicht von Polypropylen auf der Oberfläche von Katalysatorteilchen zu bilden, und Erhalten einer Vorpolymeraufschlammung, wobei das Massenverhältnis von Propylen zu dem primären Katalysator für den Vorpolymerisationsschritt von 2,5 bis 10 kg/kg beträgt und das

Massenverhältnis des Co-Katalysators zu dem primären Katalysator für den Vorpolymerisationsschritt von 0,18 bis 0,5 kg/kg beträgt;

einen Polymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Polymerisationsreaktion unter Verwendung von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, eines Cokatalysators, eines externen Elektronendonors und Wasserstoff, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Propylenvorpolymerisationsschritt: in Gegenwart des Primärkatalysators und des Cokatalysators Zuführen von Propylen mit 10 bis 45 kg/h und Polymerisieren desselben bei -5°C bis 15°C für 0,5 bis 3 Stunden; und dann Zuführen von Propylen mit 15 bis 55 kg/h und Polymerisieren desselben bei 5°C bis 35°C, bis das gesamte verbleibende Propylen dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt worden ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Propylenvorpolymerisationsschritt: in Gegenwart des Primärkatalysators und des Cokatalysators Zuführen von Propylen mit 10 bis 45 kg/h und Polymerisieren bei -5°C bis 15°C für 0,5 bis 3 Stunden; und dann Zuführen von Propylen mit 15 bis 55 kg/h und Polymerisieren bei 5°C bis 35°C für 1 bis 4 Stunden.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Propylenvorpolymerisationsschritt: Zugabe des Primärkatalysators zu einem gerad- oder verzweigt-kettigen Alkan mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 4 bis 10, wobei der Primärkatalysator eine Massenkonzentration von 0,1 bis 3 % in einer Lösung des Alkans aufweist, und anschließende Zugabe von Propylen und dem Cokatalysator zur Durchführung der Polymerisationsreaktion.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die Reaktionswärme des Vorpolymerisationsschritts durch gekühltes Wasser abgeführt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei nach dem Vorpolymerisationsschritt, um die Vorpolymeraufschlammung zu erhalten, eine bestimmte Menge eines Alkans mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 4 bis 10 zugegeben wird, um die Vorpolymeraufschlammung zu verdünnen, und die Konzentration des Polymers in der verdünnten Vorpolymeraufschlammung 0,01 bis 5,5 Massenprozent beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist das Alkan mit einer Anzahl von Kohlenstoffatomen von 4 bis 10 ausgewählt aus einem oder mehreren von Butan, Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t; das Massenverhältnis des in der Polymerisationsstufe zugegebenen Co-Katalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Propylen beträgt 0,1 bis 0,15 kg/t; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonors zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Co-Katalysator beträgt 0 bis 0,1 kg/kg.

Wenn das Massenverhältnis von externem Elektronendonator zu Cokatalysator 0 ist, bedeutet dies, dass der externe Elektronendonator nicht hinzugefügt werden darf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Massenverhältnis des Cokatalysators zum Primärkatalysator, der in der Polymerisationsstufe zugesetzt wird, 3,2 bis 3,6 kg/kg beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der

Polymerisationsschritt umfasst:

einen Flüssigphasen-Bulkpolymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Flüssigphasen-Bulkpolymerisation mit Propylen als Rohmaterial bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, des Co-Katalysators, des externen Elektronendonors und von Wasserstoff;

einen Gasphasenpolymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Gasphasenpolymerisation der durch die Flüssigphasenpolymerisation erhaltenen Aufschlammung bei einer Temperatur von 75°C bis 85°C und einem Druck von 1,5 bis 2,0 MPa, um das Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Propylen-Einsatzmaterial in der Flüssigphasen-Polymerisationsstufe raffiniertes Propylen ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist das raffinierte Propylen einen Wassergehalt von 5 bis 10 mg/kg, einen Kohlenmonoxidgehalt von 0,1 bis 0,5 ml/m³ und einen Kohlendioxidgehalt von 0,1 bis 0,5 ml/m³ auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Flüssigphasen-Bulkpolymerisation: die Zugabe von Propylen, der Vorpolymeraufschlammung, des Cokatalysators, des externen Elektronendonors und von Wasserstoff in einen ersten Reaktor und die Durchführung der Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 bis 75 °C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im ersten Reaktor 1000 bis 3000 ppm beträgt; 5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor 1000 bis 3000 ppm beträgt; und dann Zugeben der Reaktionsaufschlammung in einen zweiten Reaktor unter Einleiten von Wasserstoffgas und Durchführen der Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem zweiten Reaktor 1000 bis 2000 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst die Flüssigphasen-Polymerisation die folgenden Schritte: Zugabe von Propylen, der Vorpolymeraufschlammung, des Cokatalysators, des externen Elektronendonors und von Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführung der Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 70°C und einem Druck von 3,0 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des ersten Reaktors 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor 2890 ppm beträgt; und dann Zugabe der Reaktionsaufschlammung in einen zweiten Reaktor unter Einleitung von Wasserstoffgas und Durchführung der Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 64°C und einem Druck von 2,6 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des zweiten Reaktors 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem zweiten Reaktor 1300 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Flüssigphasen-Polymerisation in der Masse Folgendes umfasst: Zugabe von Propylen, der Vorpolymeraufschlammung, des Cokatalysators, des externen Elektronendonors und von

Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführung der Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 70°C und einem Druck von 3.0 MPa (Flüssigkeitsstand bei 49%) durchführt, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des ersten Reaktors 4,5 g/10 min beträgt, die Präpolymeraufschlammungszufuhrmenge 14,0 kg/h, die Propylenzufuhrmenge 5,7 t/h, die Triethylaluminiumzufuhrmenge 0,8 kg/h, die Cyclohexylmethyldimethoxysilan-Zufuhrmenge 0,07 kg/h, die Wasserstoffzufuhrmenge 4,9 Nm³ /h und die Wasserstoffkonzentration im ersten Reaktor 2890 ppm beträgt; und dann die Zugabe der Reaktionsaufschlammung in einen zweiten Reaktor unter Einführung von Wasserstoffgas mit einer Zufuhrmenge von 2.0 Nm³ /h zugeführt wird und die Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 64°C und einem Druck von 2,6 MPa (Flüssigkeitsniveau bei 44%) durchgeführt wird, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung (erhaltene Polypropylenpulverschmelze) am Auslass des zweiten Reaktors 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1300 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung sind der erste Reaktor und der zweite Reaktor in Reihe geschaltet (um ein Tandem-Polymerisationsverfahren mit vollständig gemischtem Durchfluss zu bilden).

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die Gasphasenpolymerisation in einem Gasphasenwirbelbettreaktor durchgeführt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei eine Polypropylen-Pulverschmelze nach der Gasphasenpolymerisation erhalten wird und die Fließgeschwindigkeit der Polypropylen-Pulverschmelze am Reaktorausgang der Gasphasenpolymerisation 2,8 bis 3,2 g/10 min beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Gasphasenpolymerisationsschritt das Unterziehen der durch die Flüssigphasen-Polymerisation in loser Schüttung erhaltenen Aufschlammung der Gasphasenpolymerisation bei einer Temperatur von 80°C und einem Druck von 1,8 MPa, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Aschegehalt des durch die Gasphasenpolymerisation erhaltenen Rohpolypropylens weniger als 30 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung beträgt der Aschegehalt des durch die Gasphasenpolymerisation erhaltenen rohen Polypropylens nicht mehr als 30 ppm.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Aschegehalt des durch die Gasphasenpolymerisation erhaltenen Rohpolypropylens 10 bis 30 ppm beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial ferner einen Schritt der Trocknung der nach der Polymerisationsreaktion erhaltenen festen Komponente bei 95°C bis 115°C, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung wird die nach der Polymerisationsreaktion erhaltene feste Komponente bei 105°C getrocknet.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das

Trocknen im Schritt der Polymerisation unter Verwendung von Propylen als Rohmaterial in einem Trockner unter Verwendung von konvektivem Inertgas durchgeführt wird.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Inertgas Stickstoff ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Temperatur der Trocknung in der Stufe der Polymerisation unter Verwendung von Propylen als Rohmaterial 100 bis 110°C beträgt.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst der Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial ferner einen Schritt der Gas-Feststoff-Trennung der nach der Polymerisationsreaktion erhaltenen Reaktionsaufschlämmung, um die feste Komponente zu erhalten.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial die Gas-Feststoff-Trennung unter Verwendung eines Zyklonabscheiders ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Primärkatalysator eine hohe katalytische Aktivität aufweist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei der Primärkatalysator eine katalytische Aktivität von 8 bis 120.000 mal hat.

Die Katalysatoraktivität ist das Massenverhältnis von produziertem Polypropylen zu verbrauchtem Katalysator pro Zeiteinheit.

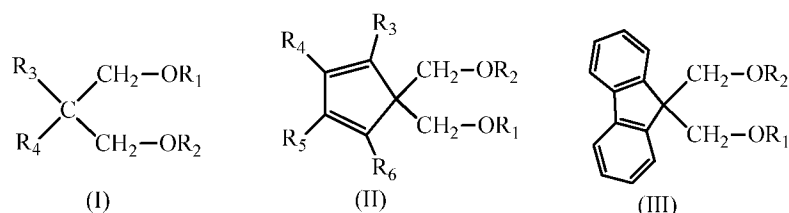
Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist der Primärkatalysator ein Katalysator der Z-N-Reihe; der Cokatalysator ist eine Alkylaluminiumverbindung; der externe Elektronendonator ist ausgewählt aus einem oder mehreren von Cyclohexyldimethoxymethylsilan, p-Dicyclopentylldimethoxysilan, Diisopropyldimethoxysilan und Diisobutyldimethoxysilan.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist der Katalysator der Z-N-Reihe einer oder mehrere der Katalysatoren mit MgCl_2 als Träger, TiCl_4 als aktivem Zentrum und einem der alkylsubstituierten 1,3-Diether, arylsubstituierten 1,3-Diether, Butandioatester, Propandioatester und Diol ester als internem Elektronendonator.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Arylgruppe der arylsubstituierten 1,3-Diether ausgewählt aus monocyclischen oder polycyclischen C_{4-16} -Arylgruppen.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Arylgruppe der arylsubstituierten 1,3-Diether ausgewählt aus Cyclopentadienyl, Indenyl, Fluorenyl und Derivaten davon.

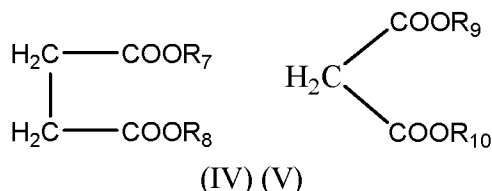
Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Struktur der alkylsubstituierten 1,3-Diether in der folgenden Formel (I) dargestellt ist und die Struktur der arylsubstituierten 1,3-Diether in der folgenden Formel (II) oder Formel (III) dargestellt ist:



worin R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig voneinander ein geradkettiges oder verzweigtes C_{1-10} Alkyl sind.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 , die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig voneinander Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl sind.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Strukturen der Butandioatester und Propandioatester in den folgenden Formeln (IV) bzw. (V) dargestellt sind:



worin R_7 , R_8 , R_9 und R_{10} , die gleich oder verschieden sind, jeweils unabhängig voneinander ein geradkettiges oder verzweigtes C_{1-10} Alkyl sind.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei R_7 , R_8 , R_9 und R_{10} jeweils unabhängig voneinander Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl sind.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist der Katalysator der Z-N-Reihe ein Beijing Aoda HA-R Katalysator.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Alkylaluminiumverbindung ausgewählt aus einem oder mehreren Trialkylaluminium, Alkylaluminoxanen, einer Kombination von Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhalogenid oder einer Kombination von Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhydrid.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Alkylgruppe der Alkylaluminiumverbindung eine gerade oder verzweigte C_{1-10} Alkylgruppe ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ist die Alkylgruppe der Alkylaluminiumverbindung Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Heptyl, Octyl, Nonyl oder Decyl.

Die Propyl-, Butyl-, Pentyl-, Heptyl-, Octyl-, Nonyl- und Decylgruppen der vorliegenden Erfindung können aus geradkettigen Strukturen der oben genannten Gruppen oder verschiedenen verzweigten Isomeren bestehen.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei die Alkylaluminiumverbindung Triethylaluminium ist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung umfasst das Verfahren zur Herstellung von Polypropylenharz:

(1) Propylenvorpolymerisation: Der Primärkatalysator wird zunächst mit Alkanen mit einer Kohlenstoffatomzahl von 4 bis 10 gemischt und verdünnt, und die Konzentration der verdünnten Aufschlämmung beträgt 0.1 bis 3 Massenprozent, und dann werden der Co-Katalysator und Propylen in den Vorpolymerisationsreaktor eingespeist und die Materialien im Reaktor gut gerührt, um eine zweistufige Vorpolymerisationsreaktion durchzuführen; während der ersten Vorpolymerisationsstufe beträgt die Temperatur -5°C bis 15°C , die Menge des zugegebenen Propylens 10 bis 45 kg/h, und die Vorpolymerisationszeit beträgt 0.5 bis 3 Stunden; während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation beträgt die Temperatur 5°C bis

35°C, die Menge des zugegebenen Propylens 15 bis 55 kg/h, die Vorpolymerisation wird durchgeführt, bis das gesamte verbleibende Propylen in den Vorpolymerisationsreaktor (einen Vorpolymerisationskessel) gegeben wurde.

(2) Massenpolymerisation in flüssiger Phase: Propylen, die Vorpolymeraufschlammung, der Cokatalysator, der externe Elektronendonator und Wasserstoff werden in einen ersten Reaktor (einen Polymerisationsreaktor vom Kesseltyp) gegeben, und die Polymerisation wird bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa durchgeführt wird, wobei die Fließgeschwindigkeit der Polypropylenpulverschmelze am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt; das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t beträgt; das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu Propylen 0,1 bis 0,15 kg/t; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonors zu dem Cokatalysator beträgt 0 bis 0,1 kg/kg; Wasserstoff wird dem ersten Reaktor in einer Konzentration von 1000 bis 3000 ppm zugesetzt; die Aufschlammung aus dem ersten Reaktor gelangt zur Polymerisationsreaktion in den zweiten Reaktor (Kesselpolymerisationsreaktor), und die Polymerisation wird bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa durchgeführt wird, wobei die Fließgeschwindigkeit der Polypropylenpulverschmelze am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,0 g/10 min beträgt; Wasserstoff wird dem zweiten Kesselpolymerisationsreaktor in einer Konzentration von 1000 bis 2000 ppm zugesetzt;

(3) Gasphasenpolymerisation: Die Aufschlammung aus dem zweiten Reaktor tritt in den Gasphasenwirbelbettreaktor ein, um die Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 75 bis 85 °C und einem Polymerisationsdruck von 1,5 bis 2,0 MPa durchzuführen, und die Fließgeschwindigkeit der Polypropylenpulverschmelze am Auslass des Gasphasenwirbelbettreaktors beträgt 2,8 bis 3,2 g/10 min;

(4) Polypropylen-Trocknung: Das Material am Auslass des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wird zunächst in einen Zyklonabscheider zur Gas-Feststoff-Trennung geleitet, und die feste Komponente (Polypropylenpulver) (der abgetrennte Gasphasenanteil gelangt zur Wiederverwertung in das Rückgewinnungssystem) gelangt in einen Trockner und wird durch Konvektion von Inertgas bei einer Trocknungstemperatur von etwa 95 bis 115°C getrocknet.

(5) Polypropylenreinigung: Die getrocknete feste Komponente wird (unter Verwendung von Transportluft) in einen Reinigungstank transportiert, und eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels wird hinzugefügt, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Aufschlammungskonzentration von 10 bis 40 % zu bilden, und das Polymerpulver wird 0,1 bis 5 Stunden lang bei 30 bis 120°C ausreichend mit dem komplexen Lösungsmittel in Kontakt gebracht.

(6) Extrusionsgranulation: Antioxidationsmittel und gereinigtes Polypropylenpulver werden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder zur Extrusionsgranulation gegeben, um das Polypropylenharz zu erhalten.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass bei der Propylenpolymerisation der vorliegenden Erfindung zwei Kesselreaktoren in Reihe für die Flüssigphasenpolymerisation und ein Fließbettreaktor für die Gasphasenpolymerisation verwendet werden. Anschließend wird das Polypropylen-Grundmaterial mit einem komplexen Lösungsmittel gewaschen, das aus Kohlenwasserstoff- und Alkohollösungsmitteln hergestellt wird, um Katalysatorrückstände und amorphes Polypropylen zu entfernen. Das antioxidative Komposit-Hilfsmittel wird verwendet, um eine sekundäre Verunreinigung des Polypropylenprodukts durch Verunreinigungen zu

vermeiden und so die industrielle Produktion von ultra-sauberem Polypropylen zu ermöglichen.

In einem weiteren Aspekt stellt die vorliegende Erfindung ferner ein Polypropylenharz bereit, das durch das in einem der vorstehenden Punkte beschriebene Herstellungsverfahren erhalten wird.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung weist das nach der Extrusionsgranulierung erhaltene Polypropylenharz einen Aschegehalt von nicht mehr als 30 ppm auf.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Polypropylenharz einen Aschegehalt von 10 bis 30 ppm aufweist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das Polypropylenharz einen Aschegehalt von 15 bis 30 ppm aufweist.

Gemäß einigen spezifischen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung, wobei das nach der Extrusionsgranulation erhaltene Polypropylenharz eine Schmelzflussrate von 3,0 bis 3,1 g/10 min aufweist.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die vorliegende Erfindung ein Polypropylenharz und ein Verfahren zu dessen Herstellung bereitstellt. Das Verfahren der vorliegenden Erfindung hat die folgenden Vorteile:

(1) Die vorliegende Erfindung kann die katalytisch aktiven Stellen innerhalb der hochaktiven Katalysatorteilchen durch zweistufige Vorpolymerisation wirksam aktivieren, um die Katalysatoraktivität zu verbessern. Das durch die vorliegende Erfindung hergestellte Polypropylen hat einen geringeren Aschegehalt im Vergleich zum Stand der Technik, und das Produkt hat eine gute elektrische Leistung, die die Anforderungen von High-End-Kondensatoren erfüllen kann.

(2) Die zweistufige Vorpolymerisation der vorliegenden Erfindung ist in der Lage, eine Polypropylenkettensegment-Umhüllungsschicht um das aktive Zentrum des Titans zu bilden, wodurch die mechanische Festigkeit der Katalysatorteilchen verbessert wird, und das durch die vorliegende Erfindung hergestellte Polypropylen hat einen geringeren Feinstoffgehalt, was dem stabilen Betrieb von Industrieanlagen förderlicher ist.

(3) Die Massenpolymerisation und das fortschrittliche Reinigungsverfahren der vorliegenden Erfindung verwendet ein organisches komplexes Lösungsmittel, um Metallverunreinigungen und Polypropylenoligomere zu entfernen, und erzeugt Harzprodukte mit einem geringeren Aschegehalt und höheren Dicken, die die Anforderungen von High-End-Kondensatoren erfüllen können.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

Die technischen Lösungen der vorliegenden Erfindung werden nachstehend in Verbindung mit Ausführungsbeispielen detailliert beschrieben, wobei der Schutzbereich der vorliegenden Erfindung dies einschließt, aber nicht darauf beschränkt ist.

Quelle von Rohstoffen oder Ausrüstung:

Propylen, bereitgestellt von der Lanzhou Petrochemical Company; Katalysator, bereitgestellt von der Beijing Aoda Catalyst Factory; Triethylaluminium, bereitgestellt von der Yingkou Xiangyang Catalyst Factory; Cyclohexylmethyldimethoxysilan, bereitgestellt von der Shandong Lujing Chemical Science and Technology Company Limited; Wasserstoff, bereitgestellt von der Lanzhou Petrochemical Company.

Bewertung von Analysemethoden:

1. Schmelzindex des Polymers: gemessen nach GB/T 3682-2000.
2. Polymer-Isotaktizität: gemessen nach GB/T 2412-2008.
3. Polymerasche: geprüft nach GB/T 9345.1-2008.

Spezifische Beispiele**Beispiel 1-1****Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlammung**

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 25 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden zugegeben und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und dann wurden 1500 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min. eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 10 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf -5°C oder weniger gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 15 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 5°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-2**Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlammung**

400 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 30 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden zugegeben und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und dann wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min. eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 45 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 15°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 55 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 35°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-3**Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlammung**

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 32,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 700 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 5°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. In der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 12°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank geleitet wurde.

Beispiel 1-4**Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlammung**

550 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 34,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 8°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. In der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 15°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-5**Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlammung**

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 35,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es

wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 10°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 40 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 20°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-6

Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlämmung

600 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 34,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 35 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 12°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 40 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 18°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-7

Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlämmung

500 kg Hexan und 7,2 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 36 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden zugegeben und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 14°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren

auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 20°C oder weniger gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymerisationsaufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 1-8

Herstellung einer Propylen-Prepolymer-Aufschlämmung

550 kg Hexan und 5 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, in dem die Konzentration der Triethylaluminiumlösung 15 Massenprozent betrug. 10 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden zugegeben und zu einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 9°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. In der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 16°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymerisationsaufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Die in Beispiel 1-1 bis Beispiel 1-8 hergestellten Katalysatoraufschlämmungen wurden bei der Herstellung von Polypropylen in Vergleichsbeispiel 1 bis Vergleichsbeispiel 8 verwendet, und geeignete Katalysatoraufschlämmungen wurden weiter untersucht.

Beispiel 2

Herstellung von Polypropylen

Massenpolymerisationsreaktion in flüssiger Phase

Die Katalysatoraufschlämmung, Propylen, der Co-Katalysator, der externe Elektronendonator und eine angemessene Menge Wasserstoff wurden in einen ersten Kesselreaktor für die Flüssigphasen-Polymerisation gegeben. Propylen in der Gasphase wurde bei einer Polymerisationstemperatur von 70°C, einem Polymerisationsdruck von 3,0 MPa und einem Flüssigkeitsstand von 49 % durch den oberen Kondensator in den Reaktor rückgeleitet. Die Beschickungsmenge der in Beispiel 1-2 hergestellten Katalysatoraufschlämmung betrug 14,0 kg/h, die Propylenbeschickungsmenge 5,7 t/h, die Triethylaluminiumbeschickungsmenge 0,8 kg/h, die Cyclohexylmethyldimethoxysilanbeschickungsmenge 0,07 kg/h und die Wasserstoffbeschickungsmenge 4,9 Nm³/h bei einer Wasserstoffkonzentration von 2890 ppm. Der Durchsatz der Reaktionssuspension am Ausgang betrug 4,5 t/h.

Der Auslassschlamm des ersten Kesselreaktors wurde in einen zweiten Kesselreaktor zur Polymerisationsreaktion eingespeist, und der zweite Polymerisationskessel hatte eine Temperatur von 64°C, einen Polymerisationsdruck von 2,6 MPa und einen Flüssigkeitsstand von 44 %. Dem zweiten Polymerisationskessel wurde Wasserstoff mit einer Wasserstoffzufuhrmenge von 2,0 Nm³/h und einer Wasserstoffkonzentration von 1300 ppm

zugeführt. Der Durchsatz des Reaktionsschlamm am Auslass betrug 4,5 t/h.

Gasphasenpolymerisation

Der Auslassschlamm des zweiten Kesselreaktors wurde in den Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Polymerisationsreaktion bei einer Polymerisationstemperatur von 80°C, einem Polymerisationsdruck von 1,8 MPa und einem Einspeisungsgrad von 51 % eingespeist.

Trocknung von Polypropylen

Das Ausgangsmaterial des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wurde zunächst in den Zyklonabscheider zur Gas-Feststoff-Trennung geleitet, und das abgeschiedene feste Polypropylenpulver wurde in einen Trockner geleitet und mit konvektivem Inertgas bei 105°C getrocknet.

Polypropylen-Reinigung

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 10 % zu bilden. Die fortgeschrittene Reinigung des Polymers erfolgte unter bestimmten Prozessbedingungen (Rührgeschwindigkeit von 50 U/min; Aufschlammungsmenge von 20 t/h), mit einer Reinigungstemperatur von 30 °C und einer Reinigungszeit von 0,1 Stunden. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Extrusionsgranulierung

Ein aschearmer, langlebiger Antioxidationsmittel-Verbundstoff (2000 mg/kg Antioxidationsmittel 1010, 1000 mg/kg Antioxidationsmittel 168, 80 mg/kg Calciumstearat) und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden (bei einer Granuliertemperatur von 225°C und einer Schneckendrehzahl von 120 U/min), um einen kapazitiven Film aus ultrareinem Polypropylenharz zu erhalten.

Beispiel 3

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 30 % zu bilden. Die weitergehende Reinigung des Polymers wurde unter bestimmten Prozessbedingungen durchgeführt, mit einer Reinigungstemperatur von 70°C und einer Reinigungszeit von 3 Stunden. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu

entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Beispiel 4

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 40 % zu bilden. Die weitergehende Reinigung des Polymers wurde unter bestimmten Prozessbedingungen durchgeführt, mit einer Reinigungstemperatur von 120°C und einer Reinigungszeit von 5 Stunden. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu entfernen, und anschließend zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Beispiel 5

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 35 % zu bilden. Die weitergehende Reinigung des Polymers wurde unter bestimmten Prozessbedingungen durchgeführt, mit einer Reinigungstemperatur von 60°C und einer Reinigungszeit von 1 Stunde. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Beispiel 6

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 40 % zu bilden. Die weitergehende Reinigung des Polymers wurde unter bestimmten Prozessbedingungen durchgeführt, mit einer Reinigungstemperatur von 60°C und einer Reinigungszeit von 1 Stunde. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu

entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Beispiel 7

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Ein aschearmer, langlebiger Antioxidationsmittel-Verbundstoff (5000 mg/kg Antioxidationsmittel 1010, 1600 mg/kg Antioxidationsmittel 168, 40 mg/kg Calciumstearat) und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden (bei einer Granuliertemperatur von 225°C und einer Schneckendrehzahl von 120 U/min), um einen kapazitiven Film aus ultrareinem Polypropylenharz zu erhalten.

Beispiel 8

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 2, mit der Ausnahme, dass:

Ein aschearmer, langlebiger Antioxidationsmittel-Verbundstoff (10000 mg/kg Antioxidationsmittel 1010, 1200 mg/kg Antioxidationsmittel 168, 30 mg/kg Calciumstearat) und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden (bei einer Granuliertemperatur von 225°C und einer Schneckendrehzahl von 120 U/min), um einen kapazitiven Film aus ultrareinem Polypropylenharz zu erhalten.

Die Eigenschaften der in den Beispielen 2 bis 8 hergestellten Polypropylenharze wurden getestet, und die Ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 Eigenschaften von Polypropylenharzen

	Schmelzflussrate/g/10 min	Aschegehalt/ppm	Isotaktizität/%
Beispiel 2	3.1	20	99.0
Beispiel 3	3.1	21	99.2
Beispiel 4	3.0	19	99.2
Beispiel 5	3.1	25	99.3
Beispiel 6	3.0	29	99.3
Beispiel 7	3.1	22	99.0
Beispiel 8	3.1	23	99.0

Beispiel 9

Vorpolymerisation von Propylen:

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium (in einer Konzentration von 15 Massenprozent in einem Hexan-Lösungsmittel) wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 25 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1500 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 10 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet,

die Temperatur des Formulierungstanks auf -5°C oder weniger gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 15 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 5°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Massenpolymerisation in flüssiger Phase:

Die Propylen-Prepolymer-Aufschlammung, Propylen, Co-Katalysator, externer Elektronendonator und eine angemessene Menge Wasserstoff wurden in einen ersten Kesselreaktor für die Flüssigphasen-Polymerisation gegeben. Propylen in der Gasphase wurde bei einer Polymerisationstemperatur von 70°C , einem Polymerisationsdruck von 3,0 MPa und einem Flüssigkeitsstand von 49 % durch den oberen Kondensator in den Reaktor rückgeleitet. Die Einspeisemenge der Vorpolymeraufschlammung betrug 14,0 kg/h, die Propyleneinspeisemenge 5,7 t/h, die Triethylaluminiumeinspeisemenge 0,8 kg/h, die 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoreneinspeisemenge 0,07 kg/h und die Wasserstoffeinspeisemenge $4,9 \text{ Nm}^3/\text{h}$, bei einer Wasserstoffkonzentration von 2890 ppm. Der Durchsatz des Reaktionsschlammes am Auslass betrug 4,5 t/h.

Der Auslassschlamm des ersten Kesselreaktors wurde in einen zweiten Kesselreaktor zur Polymerisationsreaktion eingespeist, und der zweite Polymerisationskessel hatte eine Temperatur von 64°C , einen Polymerisationsdruck von 2,6 MPa und einen Flüssigkeitsstand von 44 %. Dem zweiten Polymerisationskessel wurde Wasserstoff mit einer Wasserstoffzufuhrmenge von $2,0 \text{ Nm}^3/\text{h}$ und einer Wasserstoffkonzentration von 1300 ppm zugeführt. Der Durchsatz des Reaktionsschlammes am Auslass betrug 4,5 t/h.

Gasphasenpolymerisation

Der Auslassschlamm des zweiten Kesselreaktors wurde in den Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Polymerisationsreaktion bei einer Polymerisationstemperatur von 80°C , einem Polymerisationsdruck von 1,8 MPa und einem Einspeisungsgrad von 51 % eingespeist.

Trocknung von Polypropylen

Das Ausgangsmaterial des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wurde zunächst in den Zyklonabscheider zur Gas-Feststoff-Trennung geleitet, und das abgeschiedene feste Polypropylenpulver wurde in einen Trockner geleitet und mit konvektivem Inertgas bei 105°C getrocknet.

Klärung

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 30 % zu bilden. Die fortgeschrittene Reinigung des Polymers erfolgte unter bestimmten Prozessbedingungen (Rührgeschwindigkeit von 50 U/min; Aufschlammungsmenge von 20 t/h), mit einer Reinigungstemperatur von 60°C und einer Reinigungszeit von 0,5 Stunden. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer

Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Extrusionsgranulierung

Ein aschearmer, langlebiger Antioxidationsmittel-Verbundstoff (2000 mg/kg Antioxidationsmittel 1010, 1000 mg/kg Antioxidationsmittel 168, 80 mg/kg Calciumstearat) und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden (bei einer Granuliertemperatur von 225°C und einer Schneckendrehzahl von 120 U/min), um einen kapazitiven Film aus ultrareinem Polypropylenharz zu erhalten.

Beispiel 10

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass:

400 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 30 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 45 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 15°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 55 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 35°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 11

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass:

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 32,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 700 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 5°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 12°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen

Lagertank überführt wurde.

Beispiel 12

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass:

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 34,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 8°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 15°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 13

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass: 500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 35,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Träger zugegeben und zur Bildung einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 10°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 40 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 20°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 14

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass:

600 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 34,5 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der

Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 35 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 12°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 40 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 18°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 15

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass: 500 kg Hexan und 7,2 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 36 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Träger zugegeben und zur Bildung einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 14°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 20°C oder weniger gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Beispiel 16

Das Herstellungsverfahren war dasselbe wie in Beispiel 9, mit der Ausnahme, dass: 550 kg Hexan und 5 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 10 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Träger zugegeben und zur Bildung einer homogenen Suspension gerührt. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1400 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlammung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 25 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 14°C gesenkt und die Vorpolymerisation 1 Stunde lang durchgeführt. Während der zweiten Stufe der Vorpolymerisation wurde die Propylenzufuhr auf 30 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 16°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlammung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen

Lagertank überführt wurde.

Die Eigenschaften der in den Beispielen 9 bis 16 hergestellten Polypropylenharze wurden getestet, und die Ergebnisse sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2 Eigenschaften von Polypropylenharzen

	Schmelzflussrate/g/10 min	Aschegehalt/ppm	Feiner Pulveranteil ($<125\mu\text{m}$)/Gew.-%
Beispiel 9	3.0	25	0.35
Beispiel 10	3.1	27	0.45
Beispiel 11	3.0	23	0.49
Beispiel 12	3.0	26	0.43
Beispiel 13	2.9	24	0.39
Beispiel 14	2.9	27	0.40
Beispiel 15	3.1	23	0.41
Beispiel 16	3.0	22	0.42

Vergleichendes Beispiel 1

Herstellung von Polypropylen

Massenpolymerisationsreaktion in flüssiger Phase

Die Katalysatoraufschlämmung, Propylen, der Co-Katalysator, der externe Elektronendonator und eine angemessene Menge Wasserstoff wurden in einen ersten Kesselreaktor für die Flüssigphasen-Polymerisation gegeben. Propylen in der Gasphase wurde bei einer Polymerisationstemperatur von 70°C, einem Polymerisationsdruck von 3,0 MPa und einem Flüssigkeitsstand von 49 % durch den oberen Kondensator in den Reaktor rückgeleitet. Die Beschickungsmenge der in Beispiel 1-1 hergestellten Katalysatoraufschlämmung betrug 15,0 kg/h, die Propylenbeschickungsmenge 5,7 t/h, die Triethylaluminiumbeschickungsmenge 0,8 kg/h, die Cyclohexylmethyldimethoxysilanbeschickungsmenge 0,07 kg/h und die Wasserstoffbeschickungsmenge 4,9 Nm³/h bei einer Wasserstoffkonzentration von 1000 ppm.

Der Auslassschlamm des ersten Kesselreaktors wurde in einen zweiten Kesselreaktor zur Polymerisationsreaktion eingespeist, und der zweite Polymerisationskessel hatte eine Temperatur von 64°C, einen Polymerisationsdruck von 2,6 MPa und einen Flüssigkeitsstand von 44 %. Dem zweiten Kesselpolymerisationsreaktor wurde Wasserstoff mit einer Wasserstoffzufuhrmenge von 2,0 Nm³/h und einer Wasserstoffkonzentration von 1300 ppm zugeführt.

Gasphasenpolymerisation

Der Auslassschlamm des zweiten Kesselreaktors wurde in den Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Polymerisationsreaktion bei einer Polymerisationstemperatur von 80°C, einem Polymerisationsdruck von 1,8 MPa und einem Einspeisungsgrad von 51 % eingespeist.

Trocknung von Polypropylen

Das Ausgangsmaterial des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wurde zunächst in den Zyklonabscheider zur Gas-Feststoff-Trennung geleitet, und das abgeschiedene feste Polypropylenpulver wurde in einen Trockner geleitet und mit konvektivem Inertgas bei 105°C getrocknet.

Extrusionsgranulierung

Ein aschearmer, langlebiger antioxidativer Verbundwerkstoff und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden, um einen kapazitiven Film aus ultrasauberem Polypropylenharz zu erhalten.

Vergleichendes Beispiel 2

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Der in Beispiel 1-2 hergestellte Katalysatorslurry wurde verwendet, und der erste Kesselreaktor hatte eine Katalysatorslurry-Zufuhrmenge von 11,0 kg/h, eine Propylen-Zufuhrmenge von 5,7 t/h, eine Triethylaluminium-Zufuhrmenge von 0,57 kg/h und eine Wasserstoff-Zufuhrmenge von 4,9 Nm³/h, mit einer Wasserstoffkonzentration von 3000 ppm.

Vergleichendes Beispiel 3

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Die in Beispiel 1-3 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 14,5 kg/h verwendet.

Vergleichendes Beispiel 4

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Die in Beispiel 1-4 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 16,2 kg/h verwendet.

Vergleichendes Beispiel 5

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Die in Beispiel 1-5 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 16,3 kg/h verwendet.

Vergleichendes Beispiel 6

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Die in Beispiel 1-6 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 16,0 kg/h verwendet.

Vergleichendes Beispiel 7

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme,

dass:

Die in Beispiel 1-7 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 15,8 kg/h verwendet.

Vergleichendes Beispiel 8

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 1, mit der Ausnahme, dass:

Die in Beispiel 1-8 hergestellte Katalysatoraufschlämmung wurde mit einer Beschickungsmenge von 15,6 kg/h verwendet.

Die Eigenschaften der in den Vergleichsbeispielen 1 bis 8 hergestellten Polypropylenharze wurden geprüft, und die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3 Eigenschaften von Polypropylenharzen

	Schmelzflussrate/g/10 min	Aschegehalt/ppm	Isotaktizität/%
Vergleichendes Beispiel 1	3.0	38	98.4
Vergleichendes Beispiel 2	3.1	30	98.3
Vergleichendes Beispiel 3	3.0	36	98.2
Vergleichendes Beispiel 4	3.0	40	98.1
Vergleichendes Beispiel 5	2.9	45	98.2
Vergleichendes Beispiel 6	2.9	42	98.0
Vergleichendes Beispiel 7	3.1	39	98.3
Vergleichendes Beispiel 8	3.0	37	98.1

Vergleichendes Beispiel 9

Vorpolymerisation von Propylen:

500 kg Hexan und 7 kg Triethylaluminium wurden in einen Katalysatorformulierungstank gegeben, 25 kg Titankatalysator (Beijing Aoda HA-R Katalysator) mit Magnesiumchlorid als Trägerstoff wurden hinzugefügt und gerührt, um eine homogene Suspension zu bilden. Die Temperatur des Formulierungstanks wurde mit gekühlter Sole auf 5°C oder weniger gesenkt, und es wurden 1500 kg frisches Hexan zugegeben, um die Konzentration der Katalysatoraufschlämmung zu regulieren, und das Rühren wurde auf 80 U/min eingestellt. Während der ersten Stufe der Vorpolymerisation wurde das automatische Beschickungsventil für Propylen in der Gasphase geöffnet, die Propylenzufuhr auf 15 kg/h eingestellt, das Rühren auf 40 U/min eingeschaltet, die Temperatur des Formulierungstanks auf 5°C gesenkt und die Vorpolymerisation durchgeführt, bis 100 kg Propylen vollständig verbraucht waren, um eine Propylenvorpolymeraufschlämmung zu erhalten, die zur späteren Verwendung in einen Lagertank überführt wurde.

Massenpolymerisation in flüssiger Phase:

Die Propylen-Prepolymer-Aufschlämmung, Propylen, Co-Katalysator, externer Elektronendonator und eine angemessene Menge Wasserstoff wurden in einen ersten Kesselreaktor für die Flüssigphasen-Polymerisation gegeben. Propylen in der Gasphase wurde bei einer Polymerisationstemperatur von 70°C, einem Polymerisationsdruck von 3,0 MPa und einem Flüssigkeitsstand von 49 % durch den oberen Kondensator in den Reaktor rückgeleitet. Die Einspeisemenge der Vorpolymeraufschlämmung betrug 14,0 kg/h, die Propyleneinspeisemenge 5,7 t/h, die Triethylaluminiumeinspeisemenge 0,8 kg/h, die 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoreneinspeisemenge 0,07 kg/h und die Wasserstoffeinspeisemenge

4,9 Nm² /h, bei einer Wasserstoffkonzentration von 2890 ppm. Der Durchsatz des Reaktionsschlammes am Auslass betrug 4,5 t/h.

Der Auslassschlamm des ersten Kesselreaktors wurde in einen zweiten Kesselreaktor zur Polymerisationsreaktion eingespeist, und der zweite Polymerisationskessel hatte eine Temperatur von 64°C, einen Polymerisationsdruck von 2,6 MPa und einen Flüssigkeitsstand von 44 %. Dem zweiten Polymerisationskessel wurde Wasserstoff mit einer Wasserstoffzufuhrmenge von 2,0 Nm² /h und einer Wasserstoffkonzentration von 1300 ppm zugeführt. Der Durchsatz des Reaktionsschlammes am Auslass betrug 4,5 t/h.

Gasphasenpolymerisation

Der Auslassschlamm des zweiten Kesselreaktors wurde in den Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Polymerisationsreaktion bei einer Polymerisationstemperatur von 80°C, einem Polymerisationsdruck von 1,8 MPa und einem Einspeisungsgrad von 51 % eingespeist.

Polypropylen Trocknung

Das Ausgangsmaterial des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors wurde zunächst in den Zyklonabscheider zur Gas-Feststoff-Trennung geleitet, und das abgeschiedene feste Polypropylenpulver wurde in einen Trockner geleitet und mit konvektivem Inertgas bei 105°C getrocknet.

Polypropylen-Reinigung:

Das Polypropylenpulver wurde unter Inertgas getrocknet und dann in den Tank für die weitergehende Reinigung des Polymers transportiert, wo eine bestimmte Menge eines komplexen Lösungsmittels (ein komplexes Lösungsmittel aus Hexan und Ethanol in einem Massenverhältnis von 4:1) hinzugefügt wurde, um eine Polymerpulveraufschlammung mit einer Konzentration von 30 % zu bilden. Die fortgeschrittene Reinigung des Polymers erfolgte unter bestimmten Prozessbedingungen (Rührgeschwindigkeit von 50 U/min; Aufschlammungsmenge von 20 t/h), mit einer Reinigungstemperatur von 60 °C und einer Reinigungszeit von 0,5 Stunden. Nach der fortgeschrittenen Reinigung wurde die Polymeraufschlammung zentrifugiert, um das feuchte Polymerpulver mit 25 % Lösungsmittel zu erhalten. Anschließend wurde es einem mehrstufigen Trocknungsprozess (bei einer Trocknungstemperatur von 105°C) unterzogen, um flüchtige organische Verbindungen zu entfernen, und dann zu einer Extrusionsgranulieranlage transportiert, um ein ultrareines Polypropylenharz für kapazitive Folien zu erhalten.

Extrusionsgranulierung

Ein aschearmer, langlebiger Antioxidationsmittel-Verbundstoff (2000 mg/kg Antioxidationsmittel 1010, 1000 mg/kg Antioxidationsmittel 168, 80 mg/kg Calciumstearat) und getrocknetes Polypropylenpulver wurden gleichzeitig in einen Doppelschneckenextruder gegeben, um extrudiert und granuliert zu werden (bei einer Granuliertemperatur von 225°C und einer Schneckendrehzahl von 120 U/min), um einen kapazitiven Film aus ultrareinem Polypropylenharz zu erhalten.

Vergleichendes Beispiel 10

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 9, mit der Ausnahme, dass keine Propylenvorpolymerisation stattfand.

Vergleichendes Beispiel 11

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 10, mit der Ausnahme, dass:

Die Zufuhrmenge des Propylen-Prepolymer-Slurrys betrug 15,0 kg/h.

Vergleichendes Beispiel 12

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 10, mit der Ausnahme, dass:

Die Zufuhrmenge des Propylen-Prepolymer-Slurrys betrug 16,0 kg/h.

Vergleichendes Beispiel 13

Das Herstellungsverfahren war das gleiche wie in Vergleichsbeispiel 10, mit der Ausnahme, dass:

Die Zufuhrmenge des Propylen-Prepolymer-Slurrys betrug 17,0 kg/h.

Die Eigenschaften der in den Vergleichsbeispielen 9 bis 13 hergestellten Polypropylenharze wurden geprüft, und die Ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4 Eigenschaften von Polypropylenharzen

	Schmelzflussrate/g/10 min	Aschegehalt/ppm	Feiner Pulveranteil (<125 µm)/Gew.-%
Vergleichen des Beispiel 1	3.1	28	1.5
Vergleichen des Beispiel 2	3.1	30	3.0
Vergleichen des Beispiel 3	3.1	33	2.9
Vergleichen des Beispiel 4	3.0	35	3.2
Vergleichen des Beispiel 5	3.1	34	3.0

Wie aus den Tabellen 2 und 4 ersichtlich ist, wurde durch die Erhöhung der Propylenvorpolymerisation vor der Flüssigphasenpolymerisation der Aschegehalt des hergestellten Polypropylenharzes erheblich reduziert, wodurch die elektrischen Eigenschaften des Harzes verbessert wurden.

Natürlich sind die oben genannten Beispiele der vorliegenden Erfindung nur Beispiele, um die vorliegende Erfindung zu verdeutlichen, und sollen die Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung nicht einschränken. Der Fachmann kann auf der Grundlage der obigen Beschreibung andere Änderungen oder Modifikationen in verschiedenen Formen vornehmen. Es ist nicht möglich, alle Ausführungsformen hier erschöpfend aufzuzählen, und alle offensichtlichen Änderungen oder Modifikationen, die sich aus den technischen Lösungen der vorliegenden Erfindung ergeben, fallen noch in den Schutzbereich der vorliegenden Erfindung.

ANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von ultrasauberem Polypropylenharz, das die folgenden Schritte umfasst: Vorpolymerisation von Propylen, Massenvpolymerisation in flüssiger Phase, Polymerisation in der Gasphase, Trocknung von Polypropylen, Reinigung und Extrusionsgranulation;

die Vorpolymerisation von Propylen:

in einem Vorpolymerisationsreaktor eine Katalysatoraufschlämmung bereitstellt, die einen Primärkatalysator, einen Co-Katalysator und ein Lösungsmittel umfasst; dann Propylen zuführt, um eine Vorpolymerisationsreaktion durchzuführen, um eine Vorpolymeraufschlämmung zu erhalten;

die Massenvpolymerisation in flüssiger Phase:

Polymerisieren von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlämmung, des Cokatalysators, eines externen Elektronendonors und Wasserstoff, um eine Polypropylen-Rohproduktaufschlämmung zu erhalten; wobei der externe Elektronendonator 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoren ist;

die Gasphasenvpolymerisation:

Einspeisung des durch die Flüssigphasenvpolymerisation erhaltenen Polypropylen-Rohproduktschlammes in einen Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Durchführung der Polymerisation;

die Trocknung von Polypropylen:

Unterziehen des aus dem Auslass des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors erhaltenen Materials einer Gas-Feststoff-Trennung und anschließendes Einspeisen der festen Komponente in einen Trockner zur Durchführung der Trocknung, um Polypropylenpulver zu erhalten;

die Reinigung:

Formulierung des getrockneten Polypropylenpulvers zu einer Aufschlämmung mit einem komplexen Lösungsmittel und Rühren zur Reinigung; anschließende Fest-Flüssig-Trennung der Aufschlämmung, um nasses Polypropylenpulver zu erhalten, das getrocknet wird, um ultrareines Polypropylenpulver zu erhalten;

die Extrusionsgranulierung;

Mischen des gereinigten, ultrasauberen Polypropylenpulvers mit einem antioxidativen Komposit-Hilfsmittel und anschließende Extrusionsgranulierung der Mischung, um das ultrasaubere Polypropylenharz zu erhalten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorpolymerisationsreaktion zwei Stufen umfasst: Während der ersten Stufe beträgt die Vorpolymerisationstemperatur -5°C bis 15°C, die Propylenzufuhr rate 10 bis 45 kg/h und die Vorpolymerisationsdauer 0,5 bis 3 Stunden; und während der zweiten Stufe beträgt die Vorpolymerisationstemperatur 5°C bis 35°C und die Propylenzufuhr rate 15 bis 55 kg/h, bis das gesamte Propylen für die Vorpolymerisation dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass während der Propylenvorpolymerisation das Massenverhältnis von Propylen zu dem Primärkatalysator 2,5 bis 10 kg/kg beträgt und das Massenverhältnis des Cokatalysators zu dem Primärkatalysator 0,027 bis 0,075 kg/kg beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel in der Katalysatoraufschlämmung eines oder mehrere aus Butan, Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan ausgewählt ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Primärkatalysator ein Z-N-Katalysator ist, der einen MgCl_2 -Träger, ein TiCl_4 -Aktivzentrum und einen internen Elektronendonator umfasst; wobei der interne Elektronendonator einer oder mehrere ist, die aus alkylsubstituierten 1,3-Diethern, arylsubstituierten 1,3-Diethern, Butandioatestern, Propandioatestern und Diolesten ausgewählt sind;

der Co-Katalysator ist eine Alkylaluminiumverbindung.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigphasen-Polymerisation in der Masse die folgenden Schritte umfasst:

Zugeben von Propylen, der Vorpolymeraufschlämmung, dem Cokatalysator, dem externen Elektronendonator und Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 bis 75 °C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlämmung am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor 1.000 bis 3.000 ppm beträgt; und

anschließende Zugabe der Reaktionsaufschlämmung in einen zweiten Reaktor, Zuführung von Wasserstoffgas und Durchführung einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Durchflussrate der Reaktionsaufschlämmung am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1.000 bis 2.000 ppm beträgt;

während der Gasphasenpolymerisation die Polymerisationstemperatur 75 bis 85°C beträgt, der Polymerisationsdruck 1,5 bis 2,0 MPa beträgt und das Polypropylenpulver am Auslass des Gasphasenwirbelschichtreaktors eine Schmelzflussrate von 2,8 bis 3,2 g/10 min, einen Aschegehalt von weniger als 30 ppm und einen Isotaktizitätsgrad von mehr als 98,5 % aufweist.

7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass während der Flüssigphasen-Bulkpolymerisation das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t beträgt; das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu Propylen 0,015 bis 0,0225 kg/t beträgt; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonators zu dem Co-Katalysator 0 bis 0,015 kg/kg beträgt, ausgenommen 0.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reinigung bei einer Temperatur von 30 bis 150°C 0,1 bis 5 Stunden lang durchgeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass während der Reinigung die

Konzentration an Polypropylenpulver in der formulierten Aufschlämmung 10 bis 40 Massenprozent beträgt.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das komplexe Lösungsmittel eine Kohlenwasserstoffsubstanz und einen Alkylalkohol umfasst, wobei die Kohlenwasserstoffsubstanz ausgewählt ist aus Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan, der Alkylalkohol ausgewählt ist aus Methanol, Ethanol, Propanol und Butanol und das Massenverhältnis der Kohlenwasserstoffsubstanz zum Alkylalkohol (2-6):1 beträgt.

11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das durch die Extrusionsgranulation erhaltene ultrareine Polypropylenharz einen Aschegehalt von weniger als 20 ppm aufweist.

12. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das zusammengesetzte Hilfsmittel ein säureentfernendes Mittel, ein primäres Antioxidans und ein sekundäres Antioxidans umfasst;

das säureentfernende Mittel ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Metallstearat und Hydrotalcit; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem säureentfernenden Mittel ist (10.000-100.000):1;

das primäre Antioxidans eines oder mehrere ist, ausgewählt aus Pentaerythrittrakis[β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)trion, Octadecyl- β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol und 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem primären Antioxidans (1.000-10.000) beträgt:1;

das sekundäre Antioxidans eines oder mehrere ist, ausgewählt aus Dilaurylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritdiphosphit, Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritdiphosphat; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem sekundären Antioxidans (100-10.000) beträgt:1.

13. Verfahren zur Herstellung eines Polypropylenharzes, umfassend:
einen Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten; und
einen Schritt der Reinigung des erhaltenen Polypropylen-Rohprodukts, um das Polypropylenharz zu erhalten;

wobei die Reinigung die Zugabe des Polypropylen-Rohprodukts zu einem komplexen Lösungsmittel, das ausreichende Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel bei 30 bis 120°C zur Bildung einer Polypropylenaufschlämmung, die anschließende Abtrennung des Polypropylen vom komplexen Lösungsmittel zur Gewinnung von Polypropylenpulver und das Trocknen des Polypropylenpulvers zur Gewinnung des Polypropylenharzes umfasst.

14. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das komplexe Lösungsmittel ein gemischtes

Lösungsmittel ist aus

mindestens einen Alkylalkohol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen und
mindestens ein Alkan mit 5 bis 20 Kohlenstoffatomen, das bei Raumtemperatur flüssig ist.

15. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das ausreichende Inkontaktbringen das Inkontaktbringen des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel für 0,1 bis 5 Stunden unter Rühren umfasst.

16. Verfahren nach Anspruch 13, wobei die Polypropylenaufschlämmung eine Polypropylenkonzentration von 10-40 Massenprozent aufweist.

17. Verfahren nach Anspruch 13, wobei die Reinigung die Abtrennung von Polypropylen aus dem komplexen Lösungsmittel durch Zentrifugation unter Erhalt von Polypropylenpulver und die anschließende Trocknung des Polypropylenpulvers bei 95 bis 120°C unter Erhalt des Polypropylenharzes umfasst.

18. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das Verfahren ferner einen Schritt der Extrusionsgranulierung des erhaltenen Polypropylenharzes nach dem Mischen mit einem Antioxidationsmittel-Verbundhilfsmittel umfasst; wobei der Gehalt des Antioxidationsmittel-Verbundhilfsmittels 0,2 bis 1 Massenprozent beträgt, bezogen auf 100 % der Masse des erhaltenen Polypropylenharzes.

19. Verfahren nach Anspruch 18, wobei das antioxidative Verbundhilfsmittel aus einer Kombination eines säureentfernenden Mittels, eines primären Antioxidationsmittels und eines sekundären Antioxidationsmittels ausgewählt ist; das säureentfernende Mittel ist eines oder mehrere ausgewählt aus Metallstearat und Hydrotalcit; das primäre Antioxidationsmittel eines oder mehrere ist, ausgewählt aus Pentaerythrittrikakis[β -(3,5-di-tert-Butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-Butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)trion, Octadecyl- β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol, und 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan; das sekundäre Antioxidans eines oder mehrere ist, ausgewählt aus Dilaurylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritdiphosphit, Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritdiphosphat; wobei, bezogen auf 100 % der Gesamtmasse des zusammengesetzten Antioxidationsmittels, die Gehalte des säureentfernenden Mittels, des primären Antioxidationsmittels und des sekundären Antioxidationsmittels 0,1 bis 1 %, 65 bis 90 % bzw. 9,4 bis 34,4 % der Masse betragen.

20. Verfahren nach Anspruch 13, wobei der Schritt der Polymerisation von Propylen als Rohmaterial umfasst:

einen Propylen-Vorpolymerisationsschritt, umfassend: Polymerisieren einer bestimmten Menge an Propylen in Gegenwart eines primären Katalysators und eines Co-Katalysators, um eine dünne Schicht von Polypropylen auf der Oberfläche von Katalysatorteilchen zu bilden

und dadurch eine Vorpolymeraufschlammung zu erhalten, wobei ein Massenverhältnis von Propylen zu dem primären Katalysator für den Vorpolymerisationsschritt 2,5 bis 10 kg/kg beträgt und das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu dem primären Katalysator für den Vorpolymerisationsschritt 0,18 bis 0,5 kg/kg beträgt; und

einen Polymerisationsschritt, der Folgendes umfasst: Polymerisieren von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, des Co-Katalysators, eines externen Elektronendonors und von Wasserstoff, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

21. Verfahren nach Anspruch 20, wobei der Propylen-Vorpolymerisationsschritt umfasst: in Gegenwart des Primärkatalysators und des Co-Katalysators Zuführen von Propylen mit 10 bis 45 kg/h und Polymerisieren desselben bei -5°C bis 15°C für 0,5 bis 3 Stunden; und dann Zuführen von Propylen mit 15 bis 55 kg/h und Polymerisieren desselben bei 5°C bis 35°C , bis das gesamte verbleibende Propylen dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt wird.

22. Verfahren nach Anspruch 13 oder 21, wobei der Propylen-Präpolymerisationsschritt umfasst: Zugabe des primären Katalysators zu einem geraden oder verzweigten Alkan mit 4 bis 10 Kohlenstoffatomen, so dass die Lösung des primären Katalysators in dem Alkan eine Massenkonzentration von 0,1 bis 3 % aufweist, und anschließende Zugabe von Propylen und dem Co-Katalysator zur Durchführung der Polymerisationsreaktion.

23. Verfahren nach Anspruch 20, wobei das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t beträgt; das Massenverhältnis des in der Polymerisationsstufe zugegebenen Co-Katalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Propylen 0,1 bis 0,15 kg/t beträgt; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonors zu dem in der Polymerisationsstufe zugegebenen Co-Katalysator 0 bis 0,1 kg/kg beträgt.

24. Verfahren nach Anspruch 20, wobei der Polymerisationsschritt umfasst:
einen Flüssigphasen-Bulkpolymerisationsschritt, der Folgendes umfasst: Durchführen einer Flüssigphasen-Bulkpolymerisation von Propylen als Rohmaterial bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, des Co-Katalysators, des externen Elektronendonors und Wasserstoff; und

einen Gasphasenpolymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Gasphasenpolymerisation der durch die Flüssigphasenpolymerisation erhaltenen Aufschlammung bei einer Temperatur von 75°C bis 85°C und einem Druck von 1,5 bis 2,0 MPa, um das Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

25. Verfahren nach Anspruch 24, wobei der Flüssigphasen-Bulk-Polymerisationsschritt umfasst:

Zugeben von Propylen, der Vorpolymeraufschlammung, dem Cokatalysator, dem externen Elektronendonator und Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor

1.000 bis 3.000 ppm beträgt; und

anschließende Zugabe der Reaktionsaufschlämmung zu einem zweiten Reaktor, Einleiten von Wasserstoffgas und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Durchflussrate der Reaktionsaufschlämmung am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1.000 bis 2.000 ppm beträgt.

26. Verfahren nach Anspruch 13, wobei der Primärkatalysator ein Z-N-Katalysator ist; der Cokatalysator eine Alkylaluminiumverbindung ist; der externe Elektronendonator einer oder mehrere ist, ausgewählt aus Cyclohexyldimethoxymethylsilan, Dicyclopentyl dimethoxysilan, Diisopropyldimethoxysilan und Diisobutyldimethoxysilan.

27. Verfahren nach Anspruch 26, wobei der Z-N-Katalysator einer oder mehrere der Katalysatoren ist, die $MgCl_2$ als Träger, $TiCl_4$ als aktives Zentrum und einen internen Elektronendonator, ausgewählt aus alkylsubstituierten 1,3-Diethern, arylsubstituierten 1,3-Diethern, Butandioatestern und Propandioatestern, umfassen.

28. Verfahren nach Anspruch 26, wobei die Alkylaluminiumverbindung eine oder mehrere ist, ausgewählt aus Trialkylaluminium, Alkylaluminoxanen, einer Kombination aus Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhalogenid und einer Kombination aus Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhydrid.

29. Polypropylenharz, erhalten nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 oder einem der Ansprüche 13 bis 28.

ANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von ultrareinem Polypropylenharz, welches die folgenden Schritte umfasst: Propylen-Vorpolymerisation, Flüssigphasen-Massenpolymerisation, Gasphasen-Polymerisation, Trocknung von Polypropylen, Reinigung und Extrusionsgranulation; die Propylen-Vorpolymerisation:

in einem Vorpolymerisationsreaktor, Bereitstellen einer Katalysatoraufschlämmung, die einen Primärkatalysator, einen Co-Katalysator und ein Lösungsmittel umfasst; dann Zuführen von Propylen um eine Vorpolymerisationsreaktion durchzuführen, um eine Vorpolymeraufschlämmung zu erhalten;

die Flüssigphasen-Massenpolymerisation:

Polymerisieren von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlämmung, des Cokatalysators, eines externen Elektronendonors und Wasserstoffs, um eine Polypropylen-Rohproduktaufschlämmung zu erhalten; wobei der externe Elektronendonator 9,9-Bis(methoxymethyl)fluoren ist;

die Gasphasen-Polymerisation:

Einspeisung der durch die Flüssigphasen-Polymerisation erhaltenen Polypropylen-Rohproduktaufschlämmung in einen Gasphasen-Wirbelschichtreaktor zur Durchführung der Polymerisation;

die Trocknung von Polypropylen:

Unterziehen des aus dem Auslass des Gasphasen-Wirbelschichtreaktors erhaltenen Materials einer Gas-Feststoff-Trennung und anschließendes Einspeisen der festen Komponente in einen Trockner zur Durchführung der Trocknung, um Polypropylenpulver zu erhalten;

die Reinigung:

Formulierung des getrockneten Polypropylenpulvers zu einer Aufschlämmung mit einem komplexen Lösungsmittel und Rühren zur Reinigung; anschließend Unterziehen der Aufschlämmung einer Fest-Flüssig-Trennung, um nasses Polypropylenpulver zu erhalten, das getrocknet wird um ultrareines Polypropylenpulver zu erhalten;

die Extrusionsgranulierung;

Mischen des gereinigten, ultrareinen Polypropylenpulvers mit einem Antioxidans-Komposit-Hilfsmittel und anschließende Extrusionsgranulierung der Mischung, um das ultrasaubere Polypropylenharz zu erhalten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorpolymerisationsreaktion zwei Stufen umfasst: Während der ersten Stufe ist die Vorpolymerisationstemperatur -5°C bis 15°C , die Propylenzufuhr rate ist 10 bis 45 kg/h und die Vorpolymerisationsdauer ist 0.5 bis 3 Stunden; und während der zweiten Stufe ist die Vorpolymerisationstemperatur 5°C bis 35°C und die Propylenzufuhr rate ist 15 bis 55 kg/h, bis das gesamte Propylen für die Vorpolymerisation dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass während der Propylen-Vorpolymerisation das Massenverhältnis von Propylen zu dem Primärkatalysator 2,5 bis 10 kg/kg beträgt und das Massenverhältnis des Cokatalysators zu dem Primärkatalysator 0,027 bis 0,075 kg/kg beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel in der Katalysatoraufschlämmung eines oder mehrere ist, ausgewählt aus Butan, Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Primärkatalysator ein Z-N-Katalysator ist, der einen MgCl_2 -Träger, ein TiCl_4 -Aktivzentrum und einen internen Elektronendonator umfasst; wobei der interne Elektronendonator einer oder mehrere ist, die aus alkylsubstituierten 1,3-Diethern, arylsubstituierten 1,3-Diethern, Butandioatestern, Propandioatestern und Diolesten ausgewählt sind;

der Co-Katalysator ist eine Alkylaluminium-Verbindung.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigphasen-Massenpolymerisation die folgenden Schritte umfasst:

Zugeben von Propylen, der Vorpolymeraufschlämmung, dem Cokatalysator, dem externen Elektronendonator und Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 bis 75 °C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlämmung am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor 1.000 bis 3.000 ppm beträgt; und

anschließende Zugabe der Reaktionsaufschlämmung in einen zweiten Reaktor, Zuführung von Wasserstoffgas und Durchführung einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 °C bis 75 °C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Durchflussrate der Reaktionsaufschlämmung am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1.000 bis 2.000 ppm beträgt;

während der Gasphasenpolymerisation die Polymerisationstemperatur 75 bis 85°C beträgt, der Polymerisationsdruck 1,5 bis 2,0 MPa beträgt und das Polypropylenpulver am Auslass des Gasphasenwirbelschichtreaktors eine Schmelzflussrate von 2,8 bis 3,2 g/10 min, einen Aschegehalt von weniger als 30 ppm und einen Isotaktizitätsgrad von mehr als 98,5 % aufweist.

7. Verfahren nach Anspruch 1 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass während der Flüssigphasen-Massenpolymerisation das Massenverhältnis des Primär-Katalysators zu Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t beträgt; das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu Propylen 0,015 bis 0,0225 kg/t beträgt; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonators zu dem Co-Katalysator 0 bis 0,015 kg/kg beträgt, ausgenommen 0.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reinigung bei einer Temperatur von 30 bis 150°C für 0,1 bis 5 Stunden durchgeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass während der Reinigung die Konzentration an Polypropylenpulver in der formulierten Aufschlämmung 10 bis 40 Massenprozent beträgt.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das komplexe Lösungsmittel eine Kohlenwasserstoffsubstanz und einen Alkylalkohol umfasst, wobei die Kohlenwasserstoffsubstanz ausgewählt ist aus Pentan, Hexan, Heptan, Oktan, Nonan und Decan,

der Alkylalkohol ausgewählt ist aus Methanol, Ethanol, Propanol und Butanol und das Massenverhältnis der Kohlenwasserstoffsubstanz zum Alkylalkohol (2-6):1 beträgt.

11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das durch die Extrusionsgranulierung erhaltene, ultrareine Polypropylenharz einen Aschegehalt von weniger als 20 ppm aufweist.

12. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Antioxidans-Komposit-Hilfsmittel ein säureentfernendes Mittel, ein primäres Antioxidans und ein sekundäres Antioxidans umfasst;

das säureentfernende Mittel ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Metallstearat und Hydrotalcit; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem säureentfernenden Mittel ist (10.000-100.000):1;

das primäre Antioxidans ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Pentaerythrittrakis[β -(3,5-di-tert-Butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)trion, Octadecyl- β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol und 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem primären Antioxidans ist (1.000-10.000):1;

das sekundäre Antioxidans ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Dilaurylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritdiphosphit, Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritdiphosphat; das Massenverhältnis des ultrareinen Polypropylenpulvers zu dem sekundären Antioxidans ist (100-10.000):1.

13. Verfahren zur Herstellung eines Polypropylenharzes, umfassend:

einen Schritt des Polymerisierens von Propylen als Rohmaterial, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten; und

einen Schritt des Reinigens des erhaltenen Polypropylen-Rohprodukts, um das Polypropylenharz zu erhalten;

wobei das Reinigen ein Zugeben des Polypropylen-Rohprodukts zu einem komplexen Lösungsmittel ein ausreichendes Kontaktieren des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel bei 30 bis 120°C zur Bildung einer Polypropylenaufschlämmung, anschließend Abtrennen des Polypropylens vom komplexen Lösungsmittel zur Gewinnung von Polypropylenpulver und ein Trocknen des Polypropylenpulvers zur Gewinnung des Polypropylenharzes umfasst.

14. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das komplexe Lösungsmittel ein gemischtes Lösungsmittel ist aus

mindestens einem Alkylalkohol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen und

mindestens einem Alkan mit 5 bis 20 Kohlenstoffatomen, das bei Raumtemperatur flüssig ist.

15. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das ausreichende Kontaktieren ein Kontaktieren des Polypropylen-Rohprodukts mit dem komplexen Lösungsmittel für 0,1 bis 5 Stunden unter

Rühren umfasst.

16. Verfahren nach Anspruch 13, wobei die Polypropylenaufschlammung eine Polypropylenkonzentration von 10-40 Massenprozent aufweist.

17. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das Reinigen ein Abtrennen von Polypropylen aus dem komplexen Lösungsmittel durch Zentrifugieren umfasst, um Polypropylenpulver zu erhalten, und dann das Trocknen des Polypropylenpulvers bei 95 bis 120°C, um das Polypropylenharz zu erhalten.

18. Verfahren gemäß Anspruch 13, wobei das Verfahren ferner einen Schritt der Extrusionsgranulierung des erhaltenen Polypropylenharzes umfasst, nachdem es mit einem Antioxidans-Komposit-Hilfsmittel gemischt wurde; wobei der Gehalt des Antioxidans-Komposit-Hilfsmittels 0,2 bis 1 Massenprozent beträgt, bezogen auf 100 % der Masse des erhaltenen Polypropylenharzes.

19. Verfahren nach Anspruch 18, wobei das Antioxidans-Komposit-Hilfsmittel ausgewählt ist aus einer Kombination eines säureentfernenden Mittels, eines primären Antioxidans und eines sekundären Antioxidans; das säureentfernende Mittel ist eines oder mehrere ausgewählt aus Metallstearat und Hydrotalcit; das primäre Antioxidans ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Pentaerythrittrikis[β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-Tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-S-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)trion, Octadecyl- β -(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 1,3,5-Trimethyl-2,4,6-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)benzol, und 1,1,3-Tris(2-methyl-4-hydroxy-5-tert-butylphenyl)butan; das sekundäre Antioxidans ist eines oder mehrere, ausgewählt aus Dilaurylthiodipropionat, Dioctadecylthiodipropionat, Bis(tetradecyl)thiodipropionat, Trinonylphenylphosphit, Di(octadecyl)pentaerythritdiphosphit, Tris(2,4-tert-butylphenyl)phosphit und Bis(2,4-di-tert-butylphenyl)pentaerythritdiphosphat;

wobei, bezogen auf 100 % der Gesamtmasse des Antioxidans-Komposit-Hilfsmittels, die Gehalte des säureentfernenden Mittels, des primären Antioxidans und des sekundären Antioxidans 0,1 bis 1 Massen%, 65 bis 90 Massen% bzw. 9,4 bis 34,4 Massen% sind.

20. Verfahren nach Anspruch 13, wobei der Schritt des Polymerisierens von Propylen als Rohmaterial umfasst:

einen Propylen-Vorpolymerisationsschritt, umfassend: Polymerisieren einer bestimmten Menge an Propylen in Gegenwart eines Primärkatalysators und eines Co-Katalysators, um eine dünne Schicht von Polypropylen auf der Oberfläche von Katalysatorpartikeln zu bilden und dadurch eine Vorpolymeraufschlammung zu erhalten, wobei ein Massenverhältnis von Propylen zu dem Primärkatalysator für den Vorpolymerisationsschritt 2,5 bis 10 kg/kg beträgt und das Massenverhältnis des Co-Katalysators zu dem Primärkatalysator für den Vorpolymerisationsschritt 0,18 bis 0,5 kg/kg beträgt; und

einen Polymerisationsschritt, umfassend: Polymerisieren von Propylen als Rohmaterial in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, des Co-Katalysators, eines externen Elektronendonors und von Wasserstoff, um ein Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

21. Verfahren nach Anspruch 20, wobei der Propylen-Vorpolymerisationsschritt umfasst: in

Gegenwart des Primärkatalysators und des Cokatalysators Zuführen von Propylen mit 10 bis 45 kg/h und Polymerisieren desselben bei -5°C bis 15°C für 0,5 bis 3 Stunden; und dann Zuführen von Propylen mit 15 bis 55 kg/h und Polymerisieren desselben bei 5°C bis 35°C, bis das gesamte verbleibende Propylen dem Vorpolymerisationsreaktor zugeführt ist.

22. Verfahren nach Anspruch 13 oder 21, wobei der Propylen-Vorpolymerisationsschritt umfasst: Zugabe des Primärkatalysators zu einem geraden oder verzweigten Alkan mit 4 bis 10 Kohlenstoffatomen, so dass die Lösung des Primärkatalysators in dem Alkan eine Massenkonzentration von 0,1 bis 3 % aufweist, und anschließende Zugeben von Propylen und dem Co-Katalysator zur Durchführung der Polymerisationsreaktion.

23. Verfahren nach Anspruch 20, wobei das Massenverhältnis des Primärkatalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugesetzten Propylen 0,03 bis 0,05 kg/t beträgt; das Massenverhältnis des in der Polymerisationsstufe zugesetzten Co-Katalysators zu dem in der Polymerisationsstufe zugesetzten Propylen 0,1 bis 0,15 kg/t beträgt; und das Massenverhältnis des externen Elektronendonors zu dem in der Polymerisationsstufe zugesetzten Co-Katalysator 0 bis 0,1 kg/kg beträgt.

24. Verfahren nach Anspruch 20, wobei der Polymerisationsschritt umfasst:
einen Flüssigphasen-Massenpolymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Flüssigphasen-Massenpolymerisation von Propylen als Rohmaterial bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa in Gegenwart der Vorpolymeraufschlammung, des Co-Katalysators, des externen Elektronendonors und Wasserstoff; und

einen Gasphasen-Polymerisationsschritt, umfassend: Durchführen einer Gasphasen-Polymerisation der durch die Flüssigphasen-Polymerisation erhaltenen Aufschlammung bei einer Temperatur von 75°C bis 85°C und einem Druck von 1,5 bis 2,0 MPa, um das Polypropylen-Rohprodukt zu erhalten.

25. Verfahren nach Anspruch 24, wobei der Flüssigphasen-Massenpolymerisationsschritt umfasst:

Zugeben von Propylen, der Vorpolymeraufschlammung, dem Co-Katalysator, dem externen Elektronendorer und Wasserstoff in einen ersten Reaktor und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60 bis 75 °C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Fließgeschwindigkeit der Reaktionsaufschlammung am Auslass des ersten Reaktors 4,0 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration in dem ersten Reaktor 1.000 bis 3.000 ppm beträgt; und

anschließend Zugeben der Reaktionsaufschlammung zu einem zweiten Reaktor, Einleiten von Wasserstoffgas und Durchführen einer Polymerisationsreaktion bei einer Temperatur von 60°C bis 75°C und einem Druck von 2,5 bis 3,5 MPa, wobei die Durchflussrate der Reaktionsaufschlammung am Auslass des zweiten Reaktors 3,5 bis 4,5 g/10 min beträgt und die Wasserstoffkonzentration im zweiten Reaktor 1.000 bis 2.000 ppm beträgt.

26. Verfahren gemäß Anspruch 13, wobei der Primäratalysator ein Z-N-Katalysator ist; der Co-Katalysator eine Alkylaluminiumverbindung ist; der externe Elektronendorer einer oder

mehrere ist, der aus Cyclohexyldimethoxymethylsilan, Dicyclopentylmethoxysilan, Diisopropyldimethoxysilan und Diisobutyldimethoxysilan ausgewählt ist.

27. Verfahren nach Anspruch 26, wobei der Z-N-Katalysator einer oder mehrere Katalysatoren umfassend MgCl_2 als Träger, TiCl_4 als aktives Zentrum und einen internen Elektronendonator, ausgewählt aus alkylsubstituierten 1,3-Diethern, aryl-substituierten 1,3-Diethern, Butandioatestern und Propandioatestern, ist.

28. Verfahren nach Anspruch 26, wobei die Alkylaluminiumverbindung eine oder mehrere, ausgewählt aus Trialkylaluminium, Alkylaluminoxanen, einer Kombination aus Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhalogenid und einer Kombination aus Trialkylaluminium und Alkylaluminiumhydrid ist.

29. Polypropylenharz, erhalten nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 oder einem der Ansprüche 13 bis 28.