

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) 182 996

A bejelentés napja: (22) 79. 12. 21.

(21)SU-1046

A bejelentés elsőbbsége:

(33)
JP

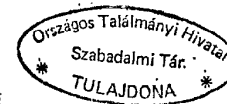
(32)
78. 12. 26.

(31)
(161 710/78)

A közzététel napja: (41) (42) 83. 07. 28.

Megjelent: (45) 86. 07. 04.

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO₃
C 08 F 10/02



Feltaláló(k): (72)

Tomura Yasushi, vegyész, Shimizu Masayuki, vegyész, Chiba-shi,
Sakuma Fujio, vegyész, Kisarazu-shi, Suzuki Seiji, vegyész,
Chiba-ken, JP

Szabadalmas: (73)

Sumitomo Chemical Company, Ltd., Osaka, JP

(54)

ELJÁRÁS POLIETILÉN ELŐÁLLÍTÁSÁRA

57 (KIVONAT)

A találmány tárgya eljárás polietilén előállítására nagy nyomáson, magas hőmérsékleten, oly módon, hogy az etilén kiindulási anyag legalább 60%-át az első, két zónára osztott autokláv első zónájába, a fennmaradó részt a második, egyzónás autoklávba vezetjük, ahol az első autokláv teljes térfogata a második autokláv térfogatának 1–6-szorosa és az első autoklávban az első reakciózónának a második reakciózónához viszonyított térfogataránya 1–6. Az első reakciózónába bevezetett etilént polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100–2500 kg/cm² nyomáson, 140–180 °C hőmérsékleten polimerizáljuk. A polimerizációval kapott reakcióelegyet az első autokláv második

zónájába vezetjük, majd ott polimerizációs iniciátor jelenlétében, 220–270 °C hőmérsékleten polimerizáljuk, a második reakciózónából elvezetett reakcióelegyet hőcserélővel legfeljebb 140 °C-ig, de az első autokláv második reakciózónájának hőmérsékleténél legalább 20 °C-kal alacsonyabb hőmérsékletre hűtjük, a lehűtött reakcióelegyet a második autoklávba vezetjük, és abban polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100–2500 kg/cm² nyomáson, 215–275 °C hőmérsékleten polimerizáljuk. A találmány szerinti eljárással a polimerizációs iniciátor hatékonysága megnövelhető.

A találmány tárgya javított eljárás kis sűrűségű polietilén előállítására. Közelebről, a találmány tárgya javított, nagynyomású polimerizációs eljárás polietilén előállítására, két reaktorból álló berendezésben, ahol az első, két zónás autokláv egy hőcserélőn keresztül van sorba kötve a második, egy reakciózónás autoklávval.

Polietilén előállítására számos ipari eljárás ismert és sokféle, eltérő, sajátos tulajdonságú polietilén van kereskedelmi forgalomban. A polietilének különféle típusait a sűrűség szerint általában kis, közepes és nagy sűrűségű polietilénekre osztják. Ezek közül kis sűrűségűnek nevezik azokat a polietiléneket, amelyek sűrűsége 0,900–0,935 g/cm³. Ezeket az anyagokat elterjedten használják burkoló- és csomagolófóliaként.

Az ezekre a célokra szolgáló polietiléneknek kiváló optikai tulajdonságokkal és merevséggel kell rendelkezniük, és kezelhetőségük is megfelelő kell hogy legyen. Ilyen kis sűrűségű polietilének előállítására két reakciózónás autoklávokat használnak, ahol a polimerizációt az első és a második zónában eltérő hőmérsékleten hajtják végre. Ilyen rendszert ismertetnek például a 3 536 693. és 3 875 128. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírások.

A 3 875 128. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás szerinti, két-zónás polimerizációs eljárás végrehajtásakor azonban a következő nehézségek mutatkoznak.

Mint jól ismert, ha a reagáltatást ipari méretekben végezzük, a polietilén kitermelését (a megtermelt polimer súlya a reaktorba betáplált monomer egységnyi súlyának %-ában kifejezve) a reaktor következő hőegyensúlyja határozza meg:

A regenerált polimerizációs hő mennyisége (polimerizációs hő reakció-kitermelés x etilén betáplálási sebesség)

= Etilén betáplálási sebessége x A környezetből különbség az érezhető hőben + elvont hőmennyiség

A reakció kitermelése tehát az érezhető hőben mutatkozó különbség és a környezetből elvont hő mennyiségével arányosan nő.

A fenti, két-zónás polimerizációs eljárásban az etilént az első és a második reakciózónában eltérő hőmérsékleten, nagy nyomáson polimerizálják, és így kiváló optikai tulajdonságú és jól feldolgozható polietilént kapnak. Az első reakciózóna hőmérséklete általában 140–200 °C.

A 3 875 128. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett eljárásban meghatározzuk az érezhető hőben mutatkozó különbséget, ha megadjuk az etilén betáplálási hőmérsékletét a reaktor bevezetésénél és a reakcióelegy hőmérsékletét a reaktor kivezetésénél. A környezetből elvont hő mennyisége azonban az első autokláv reaktorban uralkodó reakció-hőmérséklet és a hőcserélővel lehűtött reakcióelegy hőmérséklete különbségével arányos. A fenti két-zónás eljárás kivitelezése során az első autokláv reaktorban uralkodó reakció-hőmérséklet rendszerint a fent megadott alacsony tartományban mozog, és a reakcióelegy hőmérséklete a hőcserélővel történő lehűtés után nem lehet 120 °C-nál alacsonyabb, így a környezetből elvont hőmennyiség igen kicsi és a polietilén kitermelése is kicsi,

ami az említett két-zónás polimerizációs eljárás komoly hátránya.

Saját korábbi, a 4 123 600. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban tárgyalt eljárásunk lehetőségét teremt e hátrány kiküszöbölésére; Az eljárást két vagy több két-két zónára osztott autoklávban hajtjuk végre, amelyek hőcserélőn keresztül vannak sorbakötve.

Egy olyan reaktorban, amelyre jó megközelítéssel alkalmazható a teljes keveredési modell, a polimerizáció iniciátorának hatékonyságát (az 1 mól polimerizációs iniciátorral polimerizált etilén móljainak száma) jól leírja a következő egyenlet; ahol

$$\eta \alpha e^{-\frac{1}{RT}(2E_p - E_i)} \quad (1)$$

Θ az átlagos tartózkodási idő a reakcióterben,

R egyetemes gázállandó,

T reakció-hőmérséklet (abszolút hőmérséklet, K),

E_p a növekedés aktivációs energiája a polimerizációban és

E_i a polimerizáció befejezésének aktivációs energiája.

A fenti megközelítő összefüggés független a polimerizációs iniciátor típusától.

Az egyenletről következik, hogy minél alacsonyabb a reakció-hőmérséklet, annál alacsonyabb a polimerizációs iniciátor hatékonysága.

A 4 123 600. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban foglalt eljárás hátránya, hogy az első reakciózónában kicsi a polimerizációs iniciátor hatékonysága, mert – mint már említettük – az első zónában a reakció-hőmérséklet csak 140–200 °C.

A találmány szerinti eljárással az iniciátor hatékonysága nagymértékben megnövelhető.

A találmány szerint magas hőmérsékleten, nagy nyomáson, két, egy hőcserélőn keresztül, sorba kötött autoklávban állítunk elő polietilént. Az eljárást az jellemzi, hogy az első autokláv két reakciózónára oszlik, míg a második autoklávban egy reakciózónája van. A kiindulási etilénmennyiség legnagyobb részét az első autokláv első reakciózónájába tápláljuk, a fennmaradó etilénmennyiséget pedig közvetlenül a második autoklávba vezetjük, az első autokláv első zónájába bevezetett etilént polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100–2500 kg/cm² nyomáson, 140–180 °C hőmérsékleten polimerizáljuk, az így kapott reakcióelegyet az első autokláv második zónájába vezetjük, a reakcióelegyet polimerizációs iniciátor jelenlétében, 220–270 °C hőmérsékleten tovább polimerizáljuk, az első autokláv második zónájából távozó reakcióelegyet hőcserélővel 140 °C-nál nem alacsonyabb, és az első autokláv második zónájának hőmérsékleténél legalább 20 °C-kal alacsonyabb hőmérsékletre hűtjük, a lehűtött elegyet a következő autoklávba vezetjük és abban polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100–2500 kg/cm² nyomáson, 215–275 °C hőmérsékleten polimerizáljuk.

A találmány szerinti eljárás szerint a második autokláv hőmérséklete 220–270 °C, ami magasabb, mint a 4 123 600. számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett berendezés második reaktora első reakciózónájában uralkodó 140–180 °C-os hőmérséklet, így a találmány szerinti eljárás lehetővé teszi, hogy a polimerizációs iniciátor jobb hatásfokkal működjön.

A találmány szerinti eljárással elérhető megnövekedett iniciátor-hatékonyság következtében csökken a

használt iniciátor mennyisége, és ez gazdasági és kereskedelmi szempontból igen nagy eredmény.

A csatolt 1., 2. és 3. ábrák a találmány szerinti reaktor előnyös kiviteli módjának sematikus diagramjai, míg a 4. ábrán egy ismert reaktor vázlatos felépítését mutatjuk be összehasonlítás céljából. Az ábrákon a következő jelöléseket alkalmazzuk:

- 1, 2 autokláv reaktor,
- 3, 20 az 1 reaktor első reakciózónája,
- 4, 21 az 1 reaktor második reakciózónája,
- 5 a 2 reaktor reakciózónája,
- 6, 8 nyomásszabályozó szelep
- 7 hőkicsérélő
- 9, 10, 11, 12 csővezeték a kiindulási etilén adagolására.
- 13, 14, 15, 16, 17, 22, 23 csővezeték a polimerizáció iniciátor adagolására.
- 18, 19 terelőlemez.

A találmány szerint az etilént az első és a második reakciózónában különböző hőmérsékleten polimerizáljuk. A reakciózónákat úgy hozzuk létre, hogy az első autokláv reaktort terelőlapáttal (osztó lemezzel) vagy bármely más módon két részre osztjuk.

Az első reaktorban az első reakciózóna és a második reakciózóna térfogatarányának nem kell szükségképpen 1-nek lennie (azaz az első és második zónának nem kell azonos térfogatúnak lennie).

Az (1) reakcióegyenlet értelmében, ha az etilén átlagos tartózkodási ideje az első reakciózónában megnő, és ugyanakkor az etilén betáplálási sebességét a polimerizációs iniciátor hatékonyságának megnövelése érdekében állandó értéken tartjuk, a polimerizációs iniciátor hatékonysága csaknem az átlagos tartózkodási idő arányában nő.

Az (1) egyenlethől következik az is, hogy a fenti térfogatarány 1-nél nagyobb is lehet.

A térfogatarányunk azonban természetesen van egy felső határa, és gyakorlatilag lehetetlen 6-nál nagyobb térfogatarány beállítása. Ez a következőképpen magyarázható. Általában az etilén polimerizációja körülbelül 800 cal/g hőt fejleszt, és az autokláv típusú reaktort vagy reaktorokat tartalmazó polimerizációs rendszerekben a polimerizációs hő elvezetése a reaktorból távozó reakcióelegy és a kiindulási anyagként betáplált hideg etilén közötti érzékelhető hőkülönbség segítségével történik úgy, hogy az első reakciózónának a másodikhoz viszonyított térfogatarányát túlságosan megnöveljük, miközben az etilén betáplálási sebességét állandó értéken tartjuk, az átlagos tartózkodási idő alatt termelődött polimerizációs hő kisebb lesz, mint az a hőmennyiség, ami ahhoz szükséges, hogy a második zónába betáplált etilén hőmérsékletét a második (pontosabban az első zónában reagáltatott reakcióelegy 140–280 °C-os hőmérsékletét) a második zóna kívánt hőmérsékletére emelje, és így lehetetlenné válik, hogy a második zóna hőmérséklete megfelelő értékre álljon be.

Amint az előző tárgyalásból nyilvánvaló, a térfogatarány felső határa a második reaktorzóna hőmérsékletének, az iniciátor típusának, a reaktor kapacitásának és az etilén betáplálási sebességnek függvénye, de ha felteesszük, hogy az etilén betáplálási sebessége és az autokláv reaktorok kapacitása megfelelő a polietilén előállítására általában használt paramétereknek, az adódik, hogy a térfogatarány felső határa körülbelül 6.

Az első autokláv reaktor teljes térfogata (az első és a második reakciózóna térfogatának összege) nagyobb lehet, mint a második autokláv reaktor térfogata. Ugyanabból az okból, amiért az első reakciózónának a második reakciózónához viszonyított térfogataránya 1–6 kell hogy legyen, az első reaktor teljes térfogata is legfeljebb 1–6-szorosa lehet a második reaktor térfogatának.

A találmány szerint a kiindulási anyagként felhasznált etilén túlnyomó részét az első reaktor első reakciózónájába tápláljuk. A „túlnyomó rész” kifejezés alatt legalább 60%-ot, előnyösen 70–90%-ot értünk.

Ha az első reakciózónába betáplált etilén mennyisége kisebb, mint a teljes mennyiség 60%-a, erősen romlik a kapott polietilén minősége.

A kapott polietilén minőségét a reakciónyomás és a reakció-hőmérséklet is jelentősen befolyásolja.

A nyomást 1000 és 2800 kg/cm² között, előnyösen 1100 és 2500 kg/cm² között kell megválasztani.

Az az érték, amelyet úgy kapunk, hogy az első és a második reaktort összekötő csővezetékben bekövetkező nyomásvesztéséget levonjuk az első reaktorban uralkodó nyomás értékéből, egyenlő a második reaktor maximális nyomásával. Ezt az értéket könnyen beállíthatjuk a fent megadott tartományba az első reaktor kivezetéséhez csatlakoztatott nyomásbeállító szeleppel.

A reakció-hőmérséklet 130–200 °C, előnyösen 140–180 °C az első reakciózónában és 210–280 °C, előnyösen 220–270 °C a második reakciózónában.

A második reaktorban 210–280 °C, előnyösen 215–275 °C a hőmérséklet.

Tovább javítja a kapott polietilén optikai tulajdonságait és feldolgozhatóságát, ha az etilént és az iniciátort is két-két vagy több, a reaktor hosszában elhelyezett bevezetőjén juttatjuk az első reaktor első reakciózónájába.

Az iniciátor a kiindulási etilénnel egy nyíláson vagy külön bevezető nyíláson egyaránt bevezethető.

Az etilén és az iniciátor bevezető nyílásai számos különböző változatban és elrendezésben helyezhetők el az első reaktor első reakciózónájában. Annak érdekében azonban, hogy kiváló optikai tulajdonságú és jól feldolgozható polietilént kapjunk, a nyílásokat úgy kell elhelyezni, hogy az első reaktor első reakciózónájában a lehető legegyszerűsebb legyen a hőmérséklet-eloszlás. A megfelelő elrendezés megválasztása szakember számára nem jelenthet problémát.

A találmány szerint az első reaktor második reakciózónájából elvezetett reakcióelegyet a második reaktorba való bevezetés előtt hőcserélővel lehűtjük. A hűtést 120 °C-nál nem alacsonyabb, de az első reaktor második reakciózónájának hőmérsékleténél legalább 20 °C-al alacsonyabb hőmérsékletig végezzük. A lehűtött elegyet vezetjük be a második reaktorba.

A második reaktorban a lehűtött elegyet és a fennmaradó, a teljes mennyiség legfeljebb 40%-ának, előnyösen 10–30%-ának megfelelő etilént polimerizációs iniciátor jelenlétében polimerizáljuk.

A második reaktor hőmérséklete 210–280 °C, előnyösen 215–275 °C. A reakcióelegy természetétől és a fennmaradó etilénmennyiség és az iniciátor levezetésére szolgáló nyílások elrendezésétől függően a reaktor alján a hőmérséklet 0–70 °C-nál magasabb lehet, mint a reaktor felső részén.

A reaktor felső és alsó része között mutakozó hőmérséklet-különbség azonban nem rontja a kapott polietilén-film optikai tulajdonságait.

Az első reakciózónában használt polimerizációs iniciátor olyan anyag, amelynek bomlási hőmérséklete 40–80 °C és felezési ideje 10 óra. Ilyen iniciátor például a peroxi-dikarbonsav-diizopropil-észter, peroxi-dikarbonsav-di-2-etil-hexil-észter, peroxi-pivalinsav-terc.-butil-észter, 3,5,5-trimetilhexanoil-peroxid, oktanoil-peroxid, dekanoil-peroxid, lauroil-peroxid, propionil-peroxid, peroxi-2-etil-hexánsav-terc.-butil-észter, peroxi-izovajsav-terc.-butil-észter.

Az első reaktor első zónájában a polimerizációs iniciátort általában az etilén 1 000 000 súlyrésznyi mennyiségére számítva 50–1000 súlyrész mennyiségben használjuk.

Az első reaktor második reakciózónájában és a második reaktorban használt iniciátor bomlási hőmérséklete 70–140 °C, felezési ideje 10 óra. Ilyen iniciátor például a peroxi-2-etil-hexánsav-terc.-butil-észter, peroxi-izovajsav-terc.-butil-észter, peroxi-laurinsav-terc.-butil-észter, peroxi-izopropil-karbonsav-terc.-butil-észter, peroxi-ecetsav-terc.-butil-észter, peroxi-benzoészter-terc.-butil-észter, dikumil-peroxid, terc.-butil-hidrogén-peroxid, di-terc.-butil-peroxid.

Az első reaktor második zónájában és a második reaktorban az iniciátort általában az etilén 1 000 000 súlyrésznyi mennyiségére számítva 5–500 súlyrész mennyiségben használjuk.

Az első reaktor első zónájában és az első reaktor második zónájában, illetve a második reaktorban használt polimerizációs iniciátor egyaránt lehet egy anyag vagy több iniciátor elegye.

A kiindulási anyagként használt etilén tartalmazhat egy ismert láncátvivő anyagot is, általában az etilénre számítva 0,1–10 súly% mennyiségben.

Ilyen láncátvivő anyag lehet például egy paraffin, így etán, propán, bután, pentán, hexán vagy heptán; α -olefin, így propilén, butén-1, hexén-1 vagy 3-metil-pentén-1; aldehid, így formaldehid, acetaldehid vagy propion-aldehid, keton, így acetone, metil-etil-keton, dietil-keton és ciklohexanon; aromás szénhidrogén, így benzol, toluol vagy xilol. Ezek bármelyike felhasználható önmagában vagy egy vagy több egyéb fenti vegyülettel kombinálva.

A találmány szerinti eljárással javítható a polimerizációs iniciátor hatékonysága, és ezen felül nagy kereskedelmi értékű, kiváló optikai tulajdonságú és jól feldolgozható polietilén állítható elő.

Találmányunk további részleteit a következő példákkal szemléltetjük, a korlátozás szándéka nélkül.

1. példa

Az 1. ábra szerinti berendezésben láncátvivőként 0,8 térfogat% etilént tartalmazó, 1,88 kg/óra mennyiségű 1300 kg/cm² nyomású etánt a 9 csővezetékkel a 10 és 11 bevezető csőveken keresztül az 1 első reaktor 3 első reakciózónájába táplálunk, a 10 bevezetésen 22 kg/óra és a 11 bevezetésen 44 kg/óra sebességgel. A fennmaradó, 22 kg/óra mennyiségű etilént a 12 vezetéken keresztül a második autoklávba vezetjük.

Az 1 első reaktort a 18 terelőlemezzel egy 3 első reakciózónára és egy 4 második reakciózónára osztjuk úgy, hogy az első reakciózóna és a második reakciózóna térfogataránya 1 legyen.

Az első reaktor teljes térfogata megegyezik a második reaktor térfogatával.

Mindegyik reaktor tartalmaz egy a reakcióelegy keverésére szolgáló keverőberendezést, amit nem mutatunk az ábrán, és amelyhez a terelőlapát kapcsolódik.

Az első 3 reakciózónába polimerizációs iniciátorként a 13 és 14 bevezetésekön keresztül 33,4 g/óra sebességgel oktanoil-peroxidot táplálunk, és az etilén polimerizációját 1300 kg/cm² nyomáson, 170 °C hőmérsékleten végezzük.

A 3 első reakciózónából a reakcióelegyet átvezetjük a 4 második reakciózónába, és abban 260 °C hőmérsékleten, 2,1 g/óra mennyiségű di-terc.-butil-peroxid betáplálása mellett (a 15 vezetéken keresztül) polimerizáljuk. Az elegyet az 1 első reaktor alján vezetjük ki, átvezetjük egy 6 nyomásszabályozó szelepen, és bevezetjük a 7 hőcserélőbe.

A reakcióelegyet a 7 hőcserélőben lehűtjük 140 °C-ra, majd bevezetjük a 2 autokláv reaktorba.

A 2 második reaktor 5 reakciózónájába polimerizációs iniciátorként a 16 és 17 csővezetékeken keresztül 3,0 g/óra sebességgel terc.-butil-peroxi-benzoátot és 1,7 g/óra di-terc.-butil-peroxidot adunk. Az iniciátort a hőkicsérélőn keresztül bevezetett reakcióelegy és a 12 nyíláson keresztül betáplált új etilén elegybe vezetjük. A polimerizálást 1200 kg/cm² nyomáson, az 5 reakciózóna felső részében 230 °C, alsó részében 260 °C hőmérsékleten végezzük.

A reakcióelegyet eltávolítjuk a 2 második autokláv reaktorból, a 8 nyomásszabályozó szeleppel dekomprimáljuk normál atmoszférikus nyomásra, és szétválasztjuk a keletkezett polietilént az el nem reagált etiléntől.

Az el nem reagált etilént ismét a reakciónyomásra komprimáljuk, majd visszavezetjük a reaktorba.

A keletkezett polietilén mennyisége 19,4 kg/óra és a polietilén kitermelés 22,1%. A kapott polietilén sűrűsége 0,922 g/cm³ az ASTM D–1505 szerint mérve és az olvadási index a g/10 perc az ASTM D–1238 szerint meghatározva.

A polietilén film zavarossága 2,9% és fényessége 130%, az ASTM D–1003, ASTM D–523, illetve D–2103 szerint meghatározva. Amint a következő 1. összehasonlító példából látható, ezek az adatok összevethetők az ott kapott értékekkel.

A polietilén feldolgozhatóságát vékony filmmé azzal a minimális rétegvastagsággal jellemezhetjük, amelyet a polietilén 160 °C-os gyanta hőmérséklet melletti feldolgozásával el lehet érni. Ez a filmvastagság a jelen esetben 13 μ .

1. Összehasonlító példa (4 123 600. sz. amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás)

Az összehasonlító kísérletet lényegében az 1. példa szerinti módon, de a 4. ábrán bemutatott reaktorban hajtottuk végre. Az eljárás a következő fő vonásokban tér el az 1. példában leírt eljárástól.

A kiindulási anyagként használt etilén etán-tartalma 1,5 térfogat% volt.

A 2 második autokláv reaktort a 19 terelőlapát egy 20 első reakciózónára és egy 21 második reakciózónára osztotta.

A második reaktor 21 második reakciózónájában a hőcserélőn keresztül bevezetett reakcióelegyet összekevertük egy olyan reakcióeleggyel, amelyet úgy kapunk, hogy a 22 csővezetékön keresztül 6,8 g/óra okta-

65

Táblázat

	1. példa	1. összehasonlító példa			
A reaktort szemléltető ábra	1. ábra	4. ábra			
Az 1 reaktor teljes térfogata (a 2 reaktor térfogata)	2/2	2/2			
Az 1 reaktorban az első reakciózóna/ a második reakciózóna térfogataránya	1/1	1/1			
A 2 reaktorban az első reakciózóna/ a második reakciózóna térfogataránya	—	1/1			
A kiindulási anyagként betáplált etilén mennyisége (kg/óra)					
10 vezetéken át	22	22			
11 vezetéken át	44	44			
12 vezetéken át	22	22			
Láncátvivő reagens: típus	etán	etán			
koncentráció (térf.%)	0,8	1,5			
Reakciónyomás (kg/cm ²) 1 reaktor	1300	1300			
2 reaktor	1200	1200			
Reakció-hőmérséklet (°C)					
felső reakciózóna/második reakciózóna az 1 reaktorban	170/260	170/260			
felső reakciózóna/alsó reakció- zóna a 2 reaktorban	230/260	—			
első reakciózóna/második reakció- zóna a 2 reaktorban	—	170/260			
2. példa	3. példa	4. példa	5. példa	6. példa	7. példa
1. ábra	2. ábra	3. ábra	1. ábra	2. ábra	1. ábra
2/2	4/2	2/2	2/2	4/2	2/2
1/1	2/2	1/1	2/1	3/1	1/1
22	22	77	33	33	22
44	44	—	44	44	44
22	22	11	11	11	22
etán	etán	propilén	propán	propán	propilén
0,3	0,9	2,1	3,3	1,3	2,8
1300	1300	2400	1200	1500	1800
1200	1200	2200	1100	1300	1300
170/260	170/260	175/250	160/250	165/230	160/220
260/260	230/260	220/250	220/260	240/270	240/250
A 7 hőcserélő kimeneti hőmérséklete (°C)				140	140
polimerizációs iniciátor (óra: mól/óra)					
13,14 vezetéken át				A 33,4	A 33,4
15 vezetéken át				B 2,1	B 2,1
16 vezetéken át				D 3,0(0,015)	—
17 vezetéken át				B 1,7(0,012)	—
22 vezetéken át				—	A 6,8(0,024)
23 vezetéken át				—	B 4,6(0,032)
A polietilén kitermelés (%)				22,1	22,1
sűrűség (g/cm ³)				0,922	0,922
olvadék index (g/10 perc)				2	2
Optikai tulajdonságok				2,9	2,8
zavarosság (%)				130	130
fényesség (%)				13	13
A film feldolgozhatósága				150	150
140	140	150	140	150	150
A 33,4	A 20,0	C 7,0	A 32,3	A 8,5	A 19,6
B 2,1	B 1,3	D 0,3	D 4,1	D 1,4	D 1,5
B 3,2	B 3,2	D 0,9	D 7,3	D 2,3	D 1,1
B	B	D	D	B 1,2	D
—	—	—	—	—	—
22,0	22,1	21,3	22,5	22,4	20,2
0,922	0,922	0,925	0,922	0,922	0,923
2	2	2	2	2	2
3,5	2,8	4,5	2,8	5,3	6,8
120	130	100	130	100	90
13	12	12	13	13	11

Megjegyzés: A: Oktanoil-peroxid
 B: Di-terc.-butil-peroxid
 C: 3,5,5-trimetil-hexanoil-peroxid
 D: terc.-butil-peroxi-benzoát

noil-peroxid iniciátort vezetünk a 20 első reakciózónába vezetett etilénbe, és polimerizáltunk 1200 kg/cm² nyomáson, 170 °C hőmérsékleten. Ehhez a 23 vezetéken át 4,6 g/óra di-terc.-butil-peroxid polimerizációs iniciátort adtunk és a kapott elegyet 260 °C hőmérsékleten polimerizáltuk.

Ebben az összehasonlító példában 19,4 kg/óra poli-etilént kaptunk, és a polietilén-kitermelés 22,1% volt. A polietilén sűrűsége 0,922 g/cm³ volt, és az olvadék index 2 g/10 percnél adódott. A kapott film zavarossága 2,8% és fényessége 130% volt, és feldolgozhatósága 13 µ rétegvastagságnak felelt meg.

2-7. példák

A 2-7. példákban az 1. példa szerint dolgoztunk. Az 1-7. példák és az összehasonlító példa eredményeit a következő táblázatban foglaljuk össze.

Összehasonlítva az 1. vagy 2. példát az 1. összehasonlító példával, rögtön látható, hogy a találmány szerinti eljárással kapott polietilén film optikai tulajdonságait és feldolgozhatóságát tekintve egyenértékű az összehasonlító példa szerinti polietilénnel, ugyanakkor a találmány szerinti eljáráshoz kevesebb polimerizációs iniciátorra van szükség. Az eredmények igazolják a találmány szerinti eljárás előnyösebb voltát.

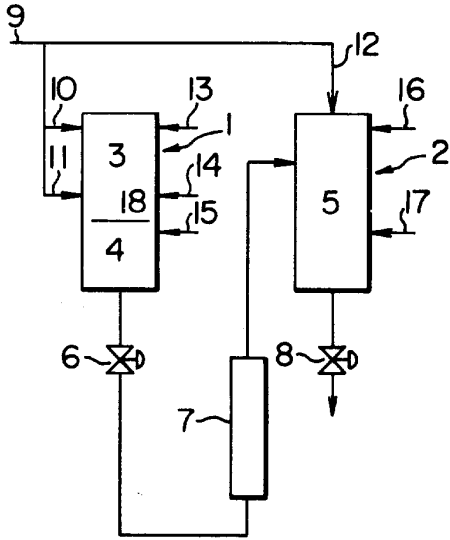
Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás polietilén előállítására nagy nyomáson, magas hőmérsékleten, azzal *jellemezve*, hogy az etilén kiindulási anyag legalább 60%-át az első, két zónára osztott autokláv első zónájába, a fennmaradó részt a második, egy-zónás autoklávba vezetjük – *mimellett* az első autokláv teljes térfogata a második autokláv térfogatának 1-6-szorosa és az első autoklávban az első reakciózóna és a második reakciózóna térfogataránya 1-6 – az első reakciózónába bevezetett etilént ismert polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100-2500 kg/cm² nyomáson, 140-180 °C hőmérsékleten polimerizáljuk, a polimerizációval kapott reakcióelegyet az első autokláv második zónájába vezetjük, majd ott ismert polimerizációs iniciátor jelenlétében, 220-270 °C hőmérsékleten polimerizáljuk, a második reakciózónából elvezetett reakcióelegyet hőcserélővel legfeljebb 140 °C-ig, de az első autokláv második reakciózónájának hőmérsékleténél legalább 20 °C-al alacsonyabb hőmérsékletre hűtjük, a lehűtött reakcióelegyet a második autoklávba vezetjük, és abban polimerizációs iniciátor jelenlétében, 1100-2500 kg/cm² nyomáson, 215-275 °C hőmérsékleten polimerizáljuk.

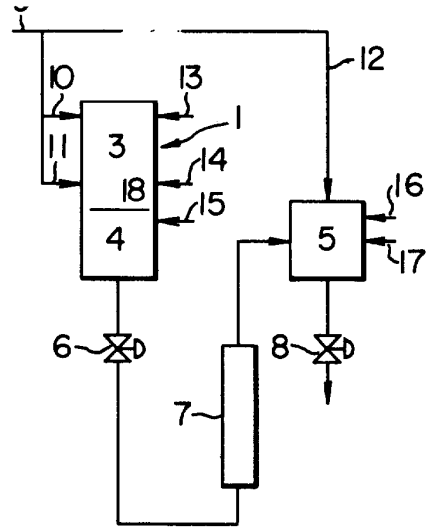
25

(1 db ábra)

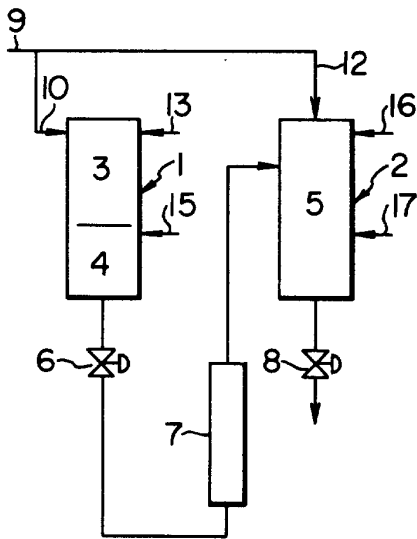
1. ábra



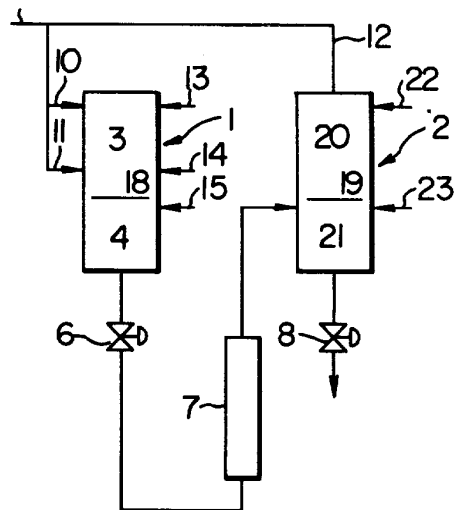
2. ábra



4. ábra



3. ábra



Megjelent a Műszaki Könyvkiadó gondozásában
A kiadásért felel: Himer Zoltán osztályvezető

Zöldért Nyomda – Miskolc