

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
C08F 10/02
C08F 2/34



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02822988.6

[43] 公开日 2005 年 3 月 2 日

[11] 公开号 CN 1589286A

[22] 申请日 2002. 10. 22 [21] 申请号 02822988. 6
[30] 优先权
[32] 2001. 11. 19 [33] EP [31] 01430034. 7
[86] 国际申请 PCT/GB2002/004779 2002. 10. 22
[87] 国际公布 WO2003/044064 英 2003. 5. 30
[85] 进入国家阶段日期 2004. 5. 19
[71] 申请人 英国石油化学有限公司
地址 英国英格兰伦敦
[72] 发明人 S · 于歇特 P · 莱尼
F · R · M · M · 莫尔特罗尔

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 赵苏林 谭明胜

权利要求书 2 页 说明书 9 页

[54] 发明名称 聚合控制方法
[57] 摘要

本发明涉及一种控制流化床反应器中烯烃气相共聚的方法。 本发明进一步涉及在聚合催化剂存在下，流化床反应器中烯烃的连续气相(共)聚合方法，其中，在整个聚合过程中，将离开反应器的聚合物粉末颗粒的密度跨度(密度 SPAN)保持在低于一定数值。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 控制连续流化床反应器（共）聚合过程的方法，其包括：

（i）由反应器取出含有主要单体和至少另一种未反应反应物的热循环物流，

5 （ii）冷却部分或全部由所述反应器中取出的所述循环物流，和

（iii）在聚合催化剂存在下，在反应条件下，使部分或全部含有主要单体和未反应反应物的已冷却循环物流循环通过所述反应器的聚合区域，

其特征在于所述控制方法包括控制聚合物粉末颗粒的密度跨度。

10 2. 根据权利要求1的方法，其中聚合物粉末颗粒的密度跨度表示密度差的绝对值，单位 g/cm^3 ，该差值为，颗粒大小大于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒大小分布的 $X\%$ 累积体积的物料的平均密度与流出反应器的全部所述（聚集体）聚合物颗粒的平均密度的差值， X 为 51-99，优选 80-99，更优选 90-99， Y 为 49-1，优选 20-1，更优选 10-1。

3. 根据权利要求1的方法，其中聚合物粉末颗粒的密度跨度表示密度差值的绝对值，单位 g/cm^3 ，该差值为，颗粒大小小于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒大小分布的 $Y\%$ 累积体积的物料的平均密度与流出反应器的全部所述（聚集体）聚合物颗粒的平均密度的差值， X 为 51-99，为 80-99，更优选 90-99， Y 为 49-1，优选 20-1，更优选 10-1。

4. 根据权利要求1的方法，其中聚合物粉末颗粒的密度跨度表示密度差值的绝对值，单位 g/cm^3 ，该差值为，颗粒大小大于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒粒度分布的 $X\%$ 累积体积的物料的平均密度与，颗粒大小小于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒粒度分布的 $Y\%$ 累积体积值的物料的平均密度的差值， X 为 51-99，优选 80-99，更优选 90-99， Y 为 49-1，优选 20-1，更优选 10-1。

5. 根据前述权利要求中任一项的方法，其中使聚合物粉末颗粒密度跨度保持低于 0.0028，优选低于 0.0025，更优选低于 0.0023。

6. 根据前述权利要求中任一项的方法，其中所用催化剂在如下聚合条件制得的聚合物粉末颗粒的密度跨度大于 0.0035，优选大于

0.004:

- a. 连续气相流化床反应器内的乙烯-己烯-1共聚物生产
- b. 聚合操作温度 72℃
- c. 聚合操作压力 20 巴
- 5 d. 无冷凝率
- e. 生成的聚合物的熔体指数 (2.16) 等于 1.2, 根据 ASTM-D-1238/方法 B 测定
- f. 生成的聚合物的密度等于 0.918g/cm³, 已退火/根据 ASTM-D-2839 测定。
- 10 7. 根据前述权利要求中任一项的方法, 其中催化剂为茂金属。
- 8. 根据前述权利要求中任一项的方法, 其中聚合生产速率等于或大于 100kg 聚合物/小时, 优选大于 150kg/小时。
- 9. 根据前述权利要求中任一项的方法, 其中通过控制冷凝速率和/或聚合温度而获得对密度跨度的控制。
- 15 10. 根据权利要求 9 的方法, 其中密度跨度的减小是通过提高冷凝速率和/或升高聚合温度而获得的。
- 11. 根据前述权利要求中任一项的方法, 其中主要单体为乙烯或丙烯, 优选乙烯。

聚合控制方法

本发明涉及一种控制流化床反应器中烯烃气相共聚的方法。本发明进一步涉及在聚合催化剂存在下，流化床反应器中烯烃的连续气相（共）聚合方法，其中，在整个聚合过程中，将离开反应器的聚合物粉末颗粒的密度跨度（密度 SPAN）保持在低于一定数值。

本领域公知烯烃的气相共聚方法。这种方法可以，例如，通过将气态单体和共聚单体引入含有聚烯烃和聚合用催化剂的搅拌床和/或气体流化床来进行。

对于烯烃的气体流化床聚合，该聚合在流化床反应器中进行，其中，通过含有气态反应单体的上升气流使聚合物颗粒床保持流化状态。通常使用与希望生产的聚合物相类似的聚合物颗粒床来引发这种聚合。聚合过程中，通过单体的催化聚合产生新制聚合物，并取出聚合物产物以尽量将床层保持在恒定体积。工业上有利的方法是使用流化分配栅将流化气体分配至床层，并在停止供给气体时作为床层的支撑。通常经位于反应器较低部分、且位于流化分配栅附近的排出管线将所得聚合物取出反应器。流化床含有不断增长的聚合物颗粒床层。通过自流化气体反应器基部向上的连续气流而使该床层保持在流化条件下。

烯烃的聚合是放热反应，因此需要采取冷却方式以除去聚合反应的热量。不进行这种冷却，床层温度会升高并且，例如，催化剂失活或床层开始熔化。在烯烃的流化床聚合中，除去聚合热的优选方法是给聚合反应器提供一种气体，即流化气体，其温度低于希望的聚合温度，使该气体通过流化床从而带走聚合热，将该气体移出反应器并由经过的外部热交换器管道冷却，再将其循环至床层。可以在热交换器内对循环气温度进行调节，以使流化床保持在所希望的聚合温度。在 α -烯烃的此聚合方法中，循环气通常包含单体和共聚单体烯烃，其任选与，例如，惰性稀释气体如氮气，或气态链转移试剂如氢混和。因此，循环气用于将单体供至床层，用于流化床层，并用于使床层保持在所希望的温度。通常以加入到聚合区域或反应系统的补充气体或液体来代替聚合反应中消耗的单体。

通常对气体流化床聚合反应器进行控制,以获得希望的熔体指数和密度,从而使聚合物处于最佳生产和最佳温度。

5 申请人现已发现,使用较苛刻的操作条件或新的聚合催化剂系统会导致聚合操作上的问题,尤其对于高时空收率聚合方法。遇到的一个主要且经常性的问题就是聚合物附聚物的形成。申请人认为控制聚合物粉末颗粒的密度跨度能成功地解决这些问题。

聚合物烧结温度随聚合物性质而变化,且对密度尤其敏感。已发现,本发明由于对聚合区域内任何一点生成的聚合物密度的立即控制而带来改进,在优化最终产物性质的研究中也非常有效。

10 因此,根据本发明,提供了一种控制连续流化床反应器(共)聚合过程的方法,其包括:

1. 由反应器取出含有主要单体和至少另一种未反应反应物的热循环物流,

2. 冷却部分或全部由所述反应器中取出的所述循环物流,和

15 3. 在聚合催化剂存在下,在反应条件下,使部分或全部含有主要单体和未反应反应物的冷却循环物流循环通过所述反应器的聚合区域,其特征在于所述控制方法包括控制聚合物粉末颗粒的密度跨度。

根据本发明的一个优选实施方案,将聚合物粉末颗粒的密度跨度保持在低于 0.0028,优选低于 0.0025,更优选低于 0.0023。

20 根据本发明的另一个优选实施方案,已发现,所要求的控制,即,保持密度跨度低于一定值,对于在下列聚合条件下生成密度跨度大于 0.0035,优选大于 0.004 的聚合物粉末颗粒的那些催化剂是非常重要的:

25 a. 连续气相流化床反应器内的乙烯-己烯-1 共聚物生产

b. 聚合操作温度 72℃

c. 聚合操作压力 20 巴

d. 无冷凝率

e. 生成的聚合物的熔体指数(2.16)等于 1.2(根据 ASTM-D-1238/方法 B 测定)

30 f. 生成的聚合物的密度等于 0.918g/cm³(已退火/根据 ASTM-D-2839 测定)

根据本发明的进一步优选实施方案,已发现,所要求的控制,即,

保持密度跨度低于一定值，对于茂金属催化剂是非常重要的。

根据本发明的又一个优选并且尤其适当的实施方案，已发现，在获得高聚合生产速率时，如速率等于或大于 100kg 聚合物/小时，优选大于 150kg/小时，所要求的控制，即，保持密度跨度低于一定值尤其重要。

虽然不希望受任何理论限制，但申请人认为本发明的优点与较小规模的操作不太相关，该优点不是由于如以下所阐述的较小装置所带来的更有效的混和和除热能力。流化领域公知，较小规模的流化床可由直径可比于反应器的大鼓泡来完全搅拌。这种行为在文献中描述为腾涌 (slug) 方式，其特征不在于这些相当于反应器直径大小的大气泡有效刮落器壁上的任何粘性粉末沉积物。还已知，无论反应器直径，只要大于最大气泡直径，则气泡达到最大直径，之后气泡都破裂为较小的气泡。因此，在较大反应器中，气泡趋于聚集在反应器中间，而夹带在气泡尾流 (wake) 中的粉末在反应器壁处向下流动回去：文献中已知其为芯-环隙模型。根据此模型，气泡有效刮落器壁上的粘性粉末沉积物的可能性非常低。

本发明的又一个实施方案是获得上述控制方法，从而使生成的聚合物颗粒得到恒定的熔体指数。

本发明的又一个实施方案是通过控制冷凝速率而获得上述控制方法。

本发明的又一个实施方案是通过控制聚合温度而获得上述控制方法。

本发明的又一个实施方案是获得上述控制方法，其中主要单体是乙烯或丙烯，优选乙烯。

密度可以根据 ASTM-D-2839 进行测定。

对于本发明和所附的权利要求，聚合物粉末颗粒的密度跨度为密度差值的绝对值，单位 g/cm^3 ，该差值分别为

A. 颗粒大小大于流出反应器的 (聚集体) 聚合物颗粒的体积/颗粒大小分布的 X% 累积体积值的物料的平均密度与流出反应器的全部所述 (聚集体) 聚合物颗粒的平均密度的差值，或

B. 颗粒大小小于流出反应器的 (聚集体) 聚合物颗粒的体积/颗粒大小分布的 Y% 累积体积值的物料的平均密度与流出反应器的全

部所述（聚集体）聚合物颗粒的平均密度的差值，或

- C. 颗粒大小大于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒大小分布的 X% 累积体积值的物料的平均密度与，颗粒大小小于流出反应器的（聚集体）聚合物颗粒的体积/颗粒粒度分布的 Y% 累积体积值平均密度的差值，

X 包括 51-99，优选 80-99，更优选 90-99，Y 包括 49-1，优选 20-1，更优选 10-1。

任何传统方法，例如 Malvern 或网筛技术可测定该体积/颗粒大小分布。

- 10 对于本发明和所附的权利要求，体积/颗粒大小分布是根据 ASTM-D-1921 筛分技术进行测定。

- 对于本发明和所附的权利要求，聚合区表示由流化床（其中大部分固体进行很好的混合）组成的反应区，及（如果有）流化床之上的区域，其由粉末脱离区和/或速度减缓区（其中固体通常进行不是很好的混合）组成。

由反应器取出的热循环物流含有未反应气态（共聚）单体，及任选的惰性烃、惰性气体如氮气、反应活化剂或调节剂如氢，以及夹带的催化剂和/或聚合物颗粒。

- 加入反应器的已冷却循环物流还含有补充反应物（气态或液态）以代替在聚合区已聚合的那些反应物。

本发明的方法尤其适于在连续气体流化床方法中制造聚合物。

可根据本发明生产的聚合物的例子如下：

- SBR（丁二烯和苯乙烯共聚的聚合物），
ABS（丙烯腈、丁二烯和苯乙烯聚合物），
25 腈（丁二烯与丙烯腈共聚的聚合物），
丁基合成橡胶（butyl）（异丁烯与异戊二烯共聚的聚合物），
EPR（乙烯和丙烯聚合物），
EPDM（乙烯与丙烯和二烯，如己二烯、二环戊二烯或亚乙基降冰片烯共聚的聚合物），
30 乙烯和乙烯基三甲氧基硅烷共聚物，乙烯与丙烯腈、马来酸酯、醋酸乙烯酯、丙烯酸和甲基丙烯酸酯等中的一种或多种的共聚物。

本发明的一个有利实施方案中，聚合物为聚烯烃，优选乙烯和/或

丙烯和/或丁烯的共聚物。本发明的方法中，优选与乙烯和/或丙烯和/或丁烯联合使用的 α -烯烃是具有4-8个碳原子的那些物质。但是，如果希望，也可使用少量具有8个以上碳原子，例如9-40个碳原子的 α -烯烃（如共轭二烯）。因此可以生产乙烯和/或丙烯和/或丁烯与一个或多个 C_4-C_8 α -烯烃的共聚物。优选 α -烯烃为1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯和丁二烯。可以与低级的乙烯和/或丙烯单体共聚，或部分替代 C_4-C_8 单体的较高级烯烃例如为1-癸烯和亚乙基降冰片烯。根据优选实施方案，本发明的方法优选通过气相中乙烯与1-丁烯和/或1-己烯和/或4MP-1的共聚来制备聚烯烃。

本发明的方法可用于制备各种聚合物产物，如聚丙烯，基于乙烯与1-丁烯、4-甲基-1-戊烯或1-己烯共聚物的直链低密度聚乙烯（LLDPE），以及高密度聚乙烯（HDPE），其可为，例如，乙烯与少量较高级 α -烯烃如1-丁烯、1-戊烯、1-己烯或4-甲基-1-戊烯的共聚物。

本发明的方法在制备密度为 $0.880-0.925\text{g/cm}^3$ 的乙烯共聚物中特别有用。

当液体由气态循环物流中冷凝出来时，其为可冷凝单体，例如作为共聚单体的1-丁烯、1-己烯、4-甲基-1-戊烯或辛烯，和/或任选的惰性可冷凝液体，如惰性烃，例如 C_4-C_8 烷烃或环烷烃，尤其丁烷、戊烷或己烷。

该方法尤其适合在 $0.5-6\text{MPa}$ 的绝对压力和 $30^\circ\text{C}-50^\circ\text{C}$ 的温度下聚合烯烃。例如生产LLDPE，温度适宜在 $75-100^\circ\text{C}$ 范围内，而对于HDPE，取决于所用催化剂活性及希望的聚合物性质，温度通常为 $80-115^\circ\text{C}$ 。

根据其自身及对于装置所已知的技术，如欧洲专利EP-0855411，法国专利No. 2, 207, 145或法国专利No. 2, 335, 526中所进行的描述，优选聚合反应在垂直流化床反应器中连续进行。本发明的方法特别好地适于非常大的工业规模反应器。

该装置主要可包括：流化床聚合反应器，其包含装备了流化分配栅的垂直圆柱体并支撑分离室；循环气体混合物的管线，其连接分离室的顶部和反应器的基部，该循环导管装有至少一个热交换器、气体

压缩机以及引入 α -烯烃的管线。聚合过程中,床层含有催化剂颗粒、增长的聚合物颗粒和生成的聚合物颗粒。通过足以引起颗粒分离的流速引入流化介质并将其作为流体,从而使床层保持在流化状态。流化介质可含有单一相如气相,或两相,例如其可含有气相和液相,例如5 气体和夹带液体的混合物。假定两相流化介质的速度大到足以使液相悬浮在气体中并支撑反应器中的流体床,则这种情况下,气相中的液体量可为约1-50重量份,如10-20重量份,优选小于15重量份。通过将来自反应器的部分或全部未反应流体冷却至低于露点,并将所述两相混合物重新引入反应器,从而可形成气体和夹带液体的两相流10 化介质。或者,两相流体介质还可在反应器内形成,例如在能产生两相流体介质的条件下,通过将气体和液体分别注入,如进入流化分配栅下或直接进入流化床内来形成。将气态循环物流冷却至足以形成液体和气体的温度,并将液体从气体中分离出来,然后将气体供入反应器,例如注入至流化分配栅下,以此方式可形成单一相流化介质或基本15 上为单一相的流化介质,如气相流化介质。

或者,可将气态循环物流分为第一物流和第二物流。以传统方式将第一物流直接注入流化分配栅下,将第二物流冷却并将其分离为气体和液体物流。气体物流可返回第一物流并重新引入反应器床层下,例如,如果使用流化分配栅则将其引入流化分配栅下。

20 流化介质可含有未反应气态单体;用来代替聚合反应中所消耗单体的补充单体;以及任选的惰性烃,如乙烷、丁烷、异丁烷或异戊烷;惰性气体,如氮气;反应活化剂或调节剂,如氢。

位于循环点上的流化分配栅确保将流化介质合理分配至床层,并在停止供入气体时作为床层的支撑。

25 聚合反应可在Ziegler-Natta型催化剂系统存在下进行,所述催化剂主要含有过渡金属化合物。

多年来已经已知高活性催化剂系统,其在较短时间内能制备大量聚合物,因此就可以避免由聚合物中除去催化剂残渣的步骤。这些高活性催化剂系统通常含有固体催化剂,该固体催化剂主要由过渡金属30 原子(优选钛和/或钒和/或锆)、镁原子和卤素原子组成。

可直接或以预聚合物形式使用Ziegler-Natta型催化剂。通常使催化剂与一或多种 α -烯烃接触从而转化为预聚合物,该 α -烯烃的

量使每克预聚合物含有 0.002 - 10mmol 过渡金属。

还可有利地将助催化剂与 Ziegler - Natta 型催化剂一起使用, 如元素周期表的第 I、II 或 III 族金属的有机金属化合物, 尤其是有机铝化合物。

5 该方法还尤其适合使用二氧化硅担载的 Ziegler 催化剂。本发明中优选使用的催化剂为 W09309147, W09513873, W09534380 和 W09905187 中公开的那些物质, 其内容在此处一并引为参考。

 还可使用茂金属型催化剂进行聚合反应, 如 EP0129368, EP0206794, EP0420436 和 EP0416815 中描述的那些物质, 其内容在此
10 处一并引为参考。

 还可以使用后过渡金属, 如铂或钯, 催化剂配合物, 如 W09623010 中描述的那些物质, 其内容在此处一并引为参考。

 该方法还可使用铁和 / 或钴配合物催化剂, 如 W098/27124 或 W099/12981 中公开的那些化合物。

15 还可以使用主要含有氧化铬的高活性催化剂, 该氧化铬通过热处理进行活化, 并与基于耐火氧化物的粒状或微球状载体缔合。可以通过钛和铝的氯化物的存在对这种高活性铬催化剂进行改性。

 可以以预聚合物粉末的形式适当地使用该催化剂, 该预聚合粉末是使用上述催化剂在预聚合阶段提前制好的。可以使用任何适当方法
20 进行该预聚合反应, 例如, 在液态烃稀释剂中或在气相中使用间歇法、半连续法或连续法进行聚合。

 预聚合反应的详细描述见美国专利 4, 923, 833、5, 283, 278 和 4, 921, 825 以及 EP-B-0279863, 所有文献的全部内容在此处一并引为参考。

25 本发明的另一个实施方案中, 发明的催化剂系统包括抗静电剂, 例如, 美国专利 5, 283, 278 中描述的那些试剂, 其全部内容在此处一并引为参考。抗静电剂的非限制性例子包括醇、硫醇、硅烷醇、二醇、酯、酮、醛、酸、胺和醚化合物。优选叔胺、乙氧化胺和聚醚化合物。可以在形成本发明担载催化剂系统的任何阶段加入抗静电剂。

30 本发明的另一个实施方案中, 发明的催化剂系统包括聚烯烃蜡或增粘剂等。

 还可使催化剂作为干燥固体或可冷凝单体和 / 或任选的惰性可冷

凝液体中的悬浮物直接注入反应区域，可冷凝单体如 1-丁烯、1-己烯、4-甲基-1-戊烯、环辛烯、1-戊烯或辛烯，任选的惰性可凝液体如惰性烃，如 C4-C8 烷烃或环烷烃，尤其是丁烷、戊烷或己烷。

适合本发明使用的催化剂还可为非担载液体催化剂。

- 5 本发明的进一步优点在于改进了启动和等级过渡相关的速度 and 安全性。当改变等级时，单体组成和氢以及产物性质也会不断改变，聚合物中单体的吸收量也会由于产物性质（主要是密度）和气体组成的改变而变化。根据本发明，对于 SPAN 的控制可以改进启动和过渡的速度并使宽规格产物最小化。

10 对比例 1

- 该方法在流化床气相聚合反应器中进行，该反应器由直径 0.75m、高度 5m 的垂直圆柱体组成，其装有速度减缓室。在反应器的较低部分安装有流化分配栅，而将速度减缓室的顶部与反应器的下部连接起来的循环气用的外管线位于流化分配栅下。气体循环管线上装配有压缩机和传热装置。特别的，乙烯、戊烯、1-己烯、氢和氮气（其代表通过流化床的气体反应混合物的主要组份）的进料管线通向气体循环管线。
- 15

- 反应器的流化分配栅上含有流化床，该流化床由直链低密度聚乙烯粉末组成。在 2.4MPa 压力，75℃ 及 0.4m/s 向上的流化速度下，含有乙烯（1.2MPa）、1-己烯（0.0048MPa）、氢（0.00348MPa）、戊烷（0.2MPa）和氮气及其它少量组分的气体反应混合物通过流化床。
- 20

聚合反应器内，在流化分配栅上的 0.5m、1.0m 和 1.5m 处安装三套器壁温度指示器。

- 所用催化剂为根据 W098/27119 的实施例 17 制备的茂金属催化剂。
- 25

- 以 40g/h 的速率将催化剂注入。在这些条件下（75℃，2.4MPa，0.4m/s），反应启动一天后，以 120kg/h 的稳定输出量生产密度为 0.918，190℃、2.16kg 载荷下的熔体指数为 1.3g/10 分钟的直链低密度聚乙烯。令人注意的是，必需将己烯与乙烯的进料比提高至 0.14Kg 己烯/Kg 乙烯，以得到前面说明书中所述的产物。反应开始后 36 小时，开始出现小的附聚物：其形状不规则，直径为几厘米。它们由烧结的粉末组成，其组成成分与床层差别很大：其密度为 0.914，190℃、
- 30

2.16kg 载荷下的熔体指数为 0.5g/10 分钟。随着运转的进行, 附聚物量不断增加, 以致到了堵塞产物移出的水平。附聚物的增加是由大于 1600 μm 的粗颗粒的量超过 25 % wt. 的情况显示出来的。最后, 由于附聚物在栅上聚集而引起的床层去流化使得运转停止。必需停止运转反应器以除去沉积在栅上的大块附聚物。

粉末分析显示 7 % 的部分小于 300 μm , 其密度为 0.91。筛分法测得密度跨度 (根据定义 C 测定, $X=90$ 且 $Y=10$) 为 0.008。

实施例 2

除了将温度升高至 83 $^{\circ}\text{C}$, 产率提高至 150kg/h 外, 其余重复实施例 1。

以 50g/h 的速率将催化剂注入。反应启动一天半后, 以 150kg/h 的稳定输出量生产密度为 0.918, 190 $^{\circ}\text{C}$ 、2.16kg 载荷下的熔体指数为 1.3g/10 分钟的直链低密度聚乙烯。令人注意的是, 得到上述规格的产物所需的己烯与乙烯进料比仅为 0.115Kg 己烯/Kg 乙烯。过程操作平稳, 没有任何附聚物。粉末分析显示低于 300 μm 的粉末部分少于 3 %, 且其密度大于 0.916。大于 1600 μm 的粗颗粒部分少于 2 % wt.。筛分法测得密度跨度为 0.004。

实施例 3

除了制定更高的产率, 且反应器内的冷凝水平为循环气的 8 % wt. 外, 其余重复实施例 2。

以 80g/h 的速率将催化剂注入。反应启动两天后, 以 250kg/h 的稳定输出量生产密度为 0.918, 190 $^{\circ}\text{C}$ 、2.16kg 载荷下的熔体指数为 1.3g/10 分钟的直链低密度聚乙烯。过程操作平稳, 没有任何附聚物。粉末分析显示低于 300 μm 的粉末部分少于 3 %, 且其密度大于 0.916。大于 1600 μm 的粗颗粒部分少于 2 % wt.。筛分法测得密度跨度为 0.0025。