



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118988198 A

(43) 申请公布日 2024.11.22

(21) 申请号 202411156116.4

(22) 申请日 2024.08.22

(71) 申请人 璞烯晶新材料(上海)有限公司

地址 201507 上海市金山区漕泾镇雄华路  
59号2幢005室

(72)发明人 姜鹏翔 董小攀 张文龙 王艳丽

(51) Int.Cl.

B01J 19/00 (2006.01)

C08F 110/02 (2006.01)

C08F 2/01 (2006.01)

B01J 4/00 (2006.01)

B01J 19/14 (2006.01)

*B01J 19/18* (2006.01)

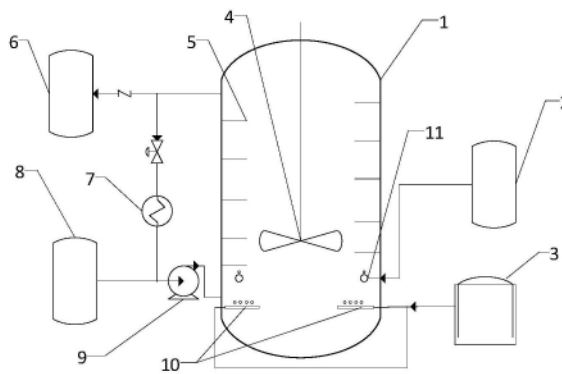
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

## (54) 发明名称

# 连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,以高长径比的立式搅拌反应釜为聚合反应装置,溶剂及催化剂浆液从反应釜底部连续进入;原料气体从反应釜底部连续进入;低温惰性气体以鼓泡形式从反应釜底部的气体导流棒连续流出并分散在溶剂中,受浮力作用自下而上移动并裹挟大量反应热;反应生成的浆液聚合物连续从反应釜上部排出,一部分进行处理制备得到所需产品,一部分回流至聚合反应装置。与现有技术相比,本发明通过在聚合反应装置底部通入惰性气体,增加反应物料湍流度,裹挟热量的气体由下往上移动,随循环回流单元移出反应器,实现高效分散撤热。



1. 一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,  
以高长径比的立式搅拌反应釜为聚合反应装置,液体溶剂及催化剂浆液从反应釜底部连续进入;

原料气体从反应釜底部连续分散进入反应釜混合液,受浮力作用自下而上移动并分散在溶剂中进行反应;

低温惰性气体以鼓泡形式从反应釜底部的气体导流棒连续流出并分散在溶剂中,受浮力作用自下而上移动并携带出反应热;

反应生成的浆液聚合物连续从反应釜上部排出,一部分进入产物后处理单元进行处理制备得到所需产品,一部分经外部循环换热单元换热后回流至所述聚合反应装置。

2. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述聚合反应装置采用长径比为3~6的立式搅拌反应釜。

3. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述外部循环换热单元包括换热机构、泵送机构以及设置在管路中的调节阀。

4. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述低温惰性气体的温度为10~40℃,优选为15~30℃,所述惰性气体的进气量是原料气体进料量的1~30%,优选为5~15%,惰性气体进料压力高于原料气体的进料压力。

5. 根据权利要求4所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述惰性气体由外部的惰性气体供给单元供料,通过管路与所述聚合反应装置的底部连接,并在管路末端连接气体导流棒,所述惰性气体随上部的浆液聚合物出料排出。

6. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述原料气体由第一反应物供给单元供料,所述第一反应物供给单元通过进料管与所述聚合反应装置连接,所述进料管以环形的分布管形式设置,并在环形分布管上布设开孔。

7. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述聚合反应装置的内壁设置多个挡板,所述挡板从上往下不规则的垂直安装于所述聚合反应装置的内壁上。

8. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,所述聚合反应装置内设置板框式搅拌器。

9. 根据权利要求1所述的一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,其特征在于,反应体系的溶剂选自小于12个碳原子的烷烃,优选为己烷;

和/或,所述原料气体包括乙烯及碳原子数大于等于3的 $\alpha$ -烯烃;

和/或,所述催化剂为茂金属催化剂或齐格勒-纳塔催化剂;

和/或,所述聚合反应温度为70~85℃,釜内聚合反应为0.2~1.5MPa。

## 连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及聚烯烃技术领域,具体涉及一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺。

### 背景技术

[0002] 聚烯烃是由乙烯、丙烯、1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-辛烯、4-甲基-1-戊烯等 $\alpha$ -烯烃以及某些环烯烃单独聚合或共聚合而得到的一类热塑性树脂的总称。聚烯烃生产过程及时撤除反应热是保证聚合顺利进行的关键工艺。现有技术中公开了各式各样的撤热手段,如中国专利CN114832736A公开了一种聚乙烯弹性体聚合撤热方法,通过将丙烷液体通入反应胶液,利用丙烷吸热升温气化带走聚合反应热,然而该方法需要将丙烷与乙烯及其他组分进行后续分离,工艺繁琐,成本较高。中国专利CN 110918018 A公开了一种釜式淤浆聚乙烯反应器组合撤热方法,公开了通过采用溶剂蒸发和淤浆外循环以及反应釜夹三种组合撤除聚合反应热,采用冷却的不凝气返回至反应釜底部,尽管该方法通过多种撤热方法的组合实现了聚乙烯反应器的撤热,但其系统结构复杂、高成本、能耗较高以及操作和维护的难度都是潜在的缺点。如何提供一种及时高效撤除反应热的淤浆法制备聚烯烃工艺仍需做进一步研究。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的就是为了解决上述问题而提供一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺。

[0004] 本发明的目的通过以下技术方案实现:

[0005] 一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,以高长径比的立式搅拌反应釜为聚合反应装置,液体溶剂及催化剂浆液从反应釜底部连续进入;

[0006] 原料气体从反应釜底部连续分散进入反应釜混合液,受浮力作用自下而上移动并分散在溶剂中进行反应;

[0007] 低温惰性气体(优选氮气)以鼓泡形式从反应釜底部的气体导流棒连续流出并分散在溶剂中,受浮力作用自下而上移动并携带出反应热;

[0008] 反应生成的浆液聚合物连续从反应釜上部排出,一部分进入产物后处理单元进行处理制备得到所需产品,一部分经外部循环换热单元换热后回流至所述聚合反应装置。

[0009] 作为本发明优选的技术方案,所述聚合反应装置采用长径比为3~6的立式搅拌反应釜。高长径比的反应釜增加物料在反应釜中的停留时间,有利于反应物质之间的混合和反应,气体物料由底部往上部转移时,有助散热,提高反应釜内传热效果。

[0010] 作为本发明优选的技术方案,所述外部循环换热单元包括换热机构、泵送机构以及设置在管路中的调节阀。一部分反应产物送至所述后处理单元,一部分反应产物经所述外部循环换热单元换热后回流至所述聚合反应装置。

[0011] 作为本发明优选的技术方案,所述低温惰性气体的温度为10~40℃,优选为15~

30℃,所述惰性气体的进气量是原料气体进料量的1~30%,优选为5~15%,惰性气体进料压力高于原料气体的进料压力。

[0012] 作为本发明优选的技术方案,所述惰性气体由外部的惰性气体供给单元供料,通过管路与所述聚合反应装置的底部连接,并在管路末端连接气体导流棒,所述惰性气体随上部的浆液聚合物出料排出。

[0013] 作为本发明优选的技术方案,所述原料气体由第一反应物供给单元供料,所述第一反应物供给单元通过进料管与所述聚合反应装置连接,所述进料管以环形的分布管形式设置,并在环形分布管上布设开孔,气体原料以均匀分散状态进入反应器,避免爆聚,提高反应的稳定性。

[0014] 作为本发明优选的技术方案,所述聚合反应装置的内壁设置多个挡板,所述挡板从上往下不规则的垂直安装于所述聚合反应装置的内壁上。挡板对反应釜内的反应物料起到一定阻挡作用,当搅拌机构搅拌时,流动的液体会撞击到各个挡板上,被挡板分割、反弹,提升了流体的混散效果,避免死区的产生,这非常有助于反应物的混匀,提高反应釜的均一性。

[0015] 作为本发明优选的技术方案,所述聚合反应装置内设置板框式搅拌器,利用板框式搅拌器优异的传热和传质效果,提高反应效率,在一定程度上缓解聚合过程存在的搅拌不均、有死角、易发生沉降、散热不均等问题。

[0016] 作为本发明优选的技术方案,反应体系的溶剂选自小于12个碳原子的烷烃,优选为己烷;

[0017] 和/或,所述原料气体包括乙烯及碳原子数大于等于3的 $\alpha$ -烯烃;

[0018] 和/或,所述催化剂为茂金属催化剂或齐格勒-纳塔催化剂;

[0019] 和/或,所述聚合反应温度为70~85℃,釜内聚合反应为0.2~1.5MPa。

[0020] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

[0021] 本发明提供的连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,以高长径比的立式搅拌反应釜为聚合反应装置,液体溶剂及催化剂浆液从反应釜底部连续进入,原料气体从反应釜底部连续分散进入反应釜混合液,受浮力作用自下而上移动并分散在溶剂中参与反应,在聚合反应装置的底部通入低温惰性气体,通过气体鼓泡作用增加反应物料的湍流度,使聚合反应装置内的物料充分流动,气体裹挟着大量热量由下往上移动,并移出聚合反应装置,部分回流物料通过外部的循环回流单元进行换热,撤除热量后的一部分物料再回流至聚合反应装置中,维持系统的平衡运行。聚合反应装置的内壁面增设挡板,挡板对各物料起到一定阻挡作用,当搅拌机构搅拌时,板框式搅拌器的全混搅拌作用下,流动的反应物料撞击到各个挡板上,被挡板分割、反弹,提升了流体的混散效果,避免死区产生,非常有助于反应物的混匀和散热,提高反应釜的均一性。

## 附图说明

[0022] 图1为本发明撤热工艺的结构示意图;

[0023] 图2为气体导流棒的结构示意图;

[0024] 图3为环形分布管的结构示意图;

[0025] 图中:1-聚合反应装置;2-第一反应物供给单元;3-惰性气体供给单元;4-搅拌机

构;5-挡板;6-产物后处理单元;7-换热机构;8-第二反应物供给单元;9-泵送机构;10-气体导流棒;11-环形分布管。

### 具体实施方式

[0026] 下面对本发明进行详细说明,本发明未做详细说明的均为本领域已公开的技术方案。

[0027] 本发明提供了一种连续淤浆法制备聚烯烃的高效分散撤热工艺,以解决聚烯烃(特别是高分子量聚乙烯)生产过程热撤除效率低的问题。该工艺以高长径比的立式搅拌反应釜为聚合反应装置,液体溶剂及催化剂浆液从反应釜底部连续进入,原料气体从反应釜底部连续分散进入反应釜混合液,受浮力作用自下而上移动并分散在溶剂中进行反应,低温惰性气体以鼓泡形式从反应釜底部连续流出并分散在溶剂中,受浮力作用自下而上移动并携带出反应热,反应生成的浆液聚合物连续从反应釜上部排出,一部分进入产物后处理单元进行处理制备得到所需产品,一部分经外部循环换热单元换热后回流至所述聚合反应装置。

[0028] 参照图1,该撤热工艺的系统组成包括用于聚合的聚合反应装置1,本实施例具体采用立式搅拌反应釜,反应釜通过管路分别连接第一反应物供给单元2(用于供给气体原料,如乙烯)、第二反应物供给单元8(用于供给溶剂及催化剂)、产物后处理单元6以及外部循环换热单元,其中外部循环换热单元包括换热机构7、泵送机构9以及设置在管路中的各类调节阀等。反应釜内设置搅拌机构4,反应所需原料被送入反应釜后进行聚合反应,反应产物由反应釜上部的出料口排出,一部分反应物料被送至产物后处理单元6进行进一步处理以形成最终产品,另一部分反应物料经外部循环换热单元后回流至反应釜中。

[0029] 在本实施例中,在反应釜底部连接惰性气体供给单元3,其通过通气管由反应釜底部通入低温惰性气体(优选采用15~30℃的氮气),具有一定压力和流速的气体以鼓泡方式进入反应釜浆液后,自下往上移动,增加反应器内各反应物料的分散及湍流度,使反应物料充分反应,同时与搅拌机构4相结合,将反应釜内各反应物料进行快速分散,气体裹挟着大量热量由下往上移动,反应热及时转移,沿高长径比的反应釜轴向进行分散,最后由出料口随反应物料移出反应器,而一部分回流物料通过外部的循环回流单元进行换热,撤除热量后的这部分物料再回流至聚合反应装置中,维持系统的平衡运行。

[0030] 作为本发明优选的实施方案,惰性气体供给单元3通过管路与反应釜底部相连接,并在管路末端连接多个气体导流棒(如图2所示),气体导流棒为带有多个通孔的通气管,气体导流棒伸入反应釜,沿反应釜径向布置,气体从各通孔处流出,以鼓泡方式进入。

[0031] 作为本发明优选的实施方案,本发明聚合反应装置1采用高长径比的反应釜,长径比为3~6,例如采用长径比为5的反应釜。高长径比的反应釜使得气体在内部上升的过程中路径更长,增加了气体与反应物料接触的时间,使反应物质之间更充分地混合和反应,促进反应的进行。气体裹挟着大量热量由下往上移动时,经过高长径比的反应釜的过程中,与反应物料接触面积增大,热量更容易传递,使反应釜内的温度分布更加均匀,提高反应釜内的传热效果。

[0032] 作为本发明优选的实施方案,本发明反应釜内壁上设置多个挡板5,挡板5从上往下不规则的垂直安装于反应釜内壁,挡板5对反应釜内的反应物料起到一定阻挡作用,当搅

拌机构4搅拌时,流动的液体会撞击到各个挡板5上,被挡板5分割、反弹,提升了流体的混散效果,避免死区的产生,这非常有助于反应物的混匀,提高反应釜的均一性。

[0033] 作为本发明优选的实施方案,第一反应物供给单元2的进料管以环形分布管的形式设置(如图3所示),并在环形分布管上布设开孔,保证气体原料能够以均匀分散状态进入反应器,避免爆聚产生,提高反应的稳定性。

[0034] 作为本发明优选的实施方案,搅拌机构4可以优选采用板框式搅拌器,利用板框式搅拌器优异的传热和传质效果,极大提高反应效率,降低聚合过程存在的搅拌不均、易发生沉降、散热不均等问题。

[0035] 以连续淤浆法生产超高分子量聚乙烯时,其具体过程如下:第一反应物供给单元2提供包括原料乙烯、氢气等,第二反应物供给单元8提供包括溶剂己烷及催化剂浆液等,分别由各进料口连续进料,惰性气体供给单元3由底部连续通入氮气,各物料在反应釜内通过搅拌机构4的作用下搅拌分散进行聚合,在此过程,具有一定压力和流速的低温氮气自下往上移动,将反应釜内反应物料快速分散,将反应热及时转移至反应釜的上部,最后由出料口出料,大量热被移出反应器,反应釜外设置的外部循环换热单元进行换热,换热后的部分料液回流至反应器内,保持了反应体系的物料及热量平衡。此外,反应器内挡板5的设置提升了流体扰动程度,有助于进一步提高散热及混散效果。

[0036] 上述的对实施例的描述是为便于该技术领域的普通技术人员能理解和使用发明。熟悉本领域技术的人员显然可以容易地对这些实施例做出各种修改,并把在此说明的一般原理应用到其他实施例中而不必经过创造性的劳动。因此,本发明不限于上述实施例,本领域技术人员根据本发明的揭示,不脱离本发明范畴所做出的改进和修改都应该在本发明的保护范围之内。

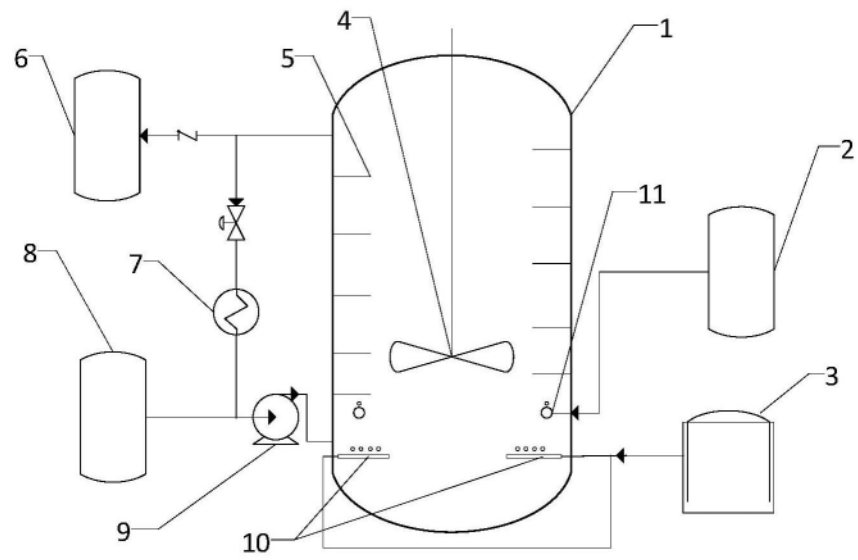


图1



图2

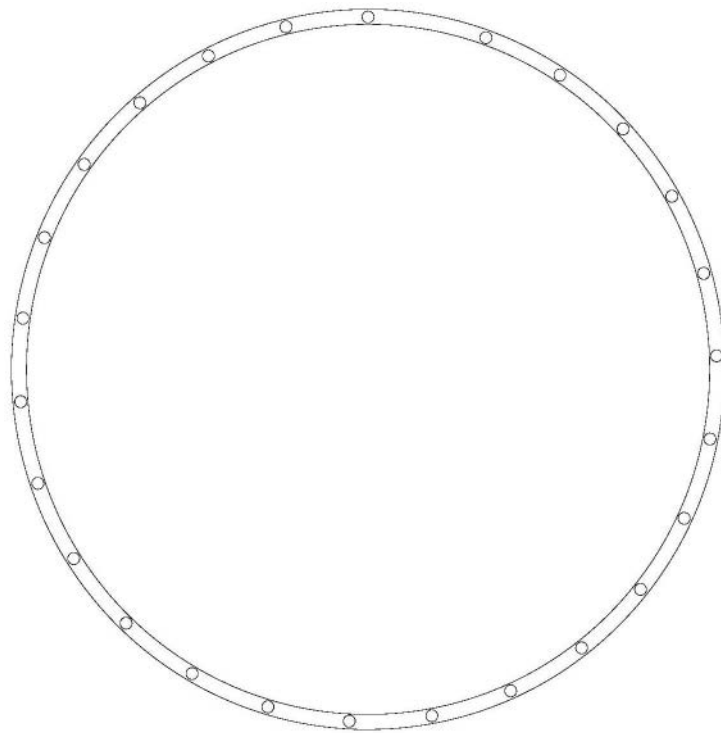


图3