



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107000257 B

(45)授权公告日 2019.10.11

(21)申请号 201580063533.7

(22)申请日 2015.12.03

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107000257 A

(43)申请公布日 2017.08.01

(30)优先权数据

14196371.0 2014.12.04 EP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2017.05.23

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2015/078470 2015.12.03

(87)PCT国际申请的公布数据

WO2016/087564 EN 2016.06.09

(73)专利权人 巴塞尔聚烯烃股份有限公司

地址 德国韦塞尔宁

(72)发明人 P·克鲁比尔 H·普朗 R·屈尔

E·达姆

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 李炳爱

(51)Int.Cl.

B29B 7/60(2006.01)

B29B 7/72(2006.01)

B29B 9/06(2006.01)

B29C 48/285(2019.01)

C08J 3/20(2006.01)

G05D 11/13(2006.01)

B29B 7/38(2006.01)

B29C 48/03(2019.01)

(56)对比文件

US 4684488 A, 1987.08.04,

CH 384849 A, 1965.02.26,

CN 1178807 A, 1998.04.15,

CN 1388202 A, 2003.01.01,

CN 102993556 A, 2013.03.27,

审查员 王玉鹏

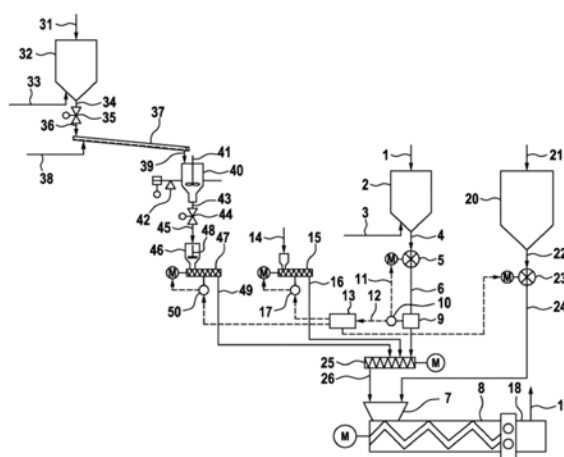
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

用于制备聚烯烃组合物的方法

(57)摘要

一种在挤出机装置中连续地制备包含聚烯烃和炭黑的聚烯烃组合物的方法,该方法包括将聚烯烃粉末形式的聚烯烃和炭黑供应到混合装置中;测量供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速或测量在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速;响应于所测量的聚烯烃粉末的流速,调节炭黑到混合装置中的流速,或者响应于所测量的聚烯烃颗粒的流速,调节聚烯烃粉末到混合装置中的流速;使挤出机装置内混合物熔化并均匀化;并将聚烯烃组合物造粒。



1. 一种在挤出机装置中连续地制备包含聚烯烃和炭黑的聚烯烃组合物的方法,所述方法包括以下步骤

(i) 将聚烯烃粉末形式的聚烯烃供应到混合装置中;

(ii) 测量在所述挤出机装置中制备的所述聚烯烃颗粒的流速;

(iii) 将炭黑粉末供应到所述混合装置中;

(iv) 任选地将一种或多种其它添加剂供应到所述混合装置中;

(v) 响应于所测量的所述聚烯烃颗粒的流速,调节所述聚烯烃粉末到所述混合装置中的流速,或者保持供应到所述混合装置中的所述炭黑粉末和所述任选地供应的一种或多种其它添加剂的所述流速恒定或也响应于所测量的所述聚烯烃颗粒的流速,调节供应到所述混合装置中的所述炭黑粉末和所述任选地供应的一种或多种其它添加剂的所述流速;

(vi) 将所述聚烯烃粉末、所述炭黑粉末和所述任选地供应的一种或多种其它添加剂混合以形成粉末混合物,

(vii) 将步骤(vi)中获得的所述粉末混合物从所述混合装置转移到所述挤出机装置中;

(viii) 加热所述粉末混合物以形成熔体并使所述挤出机装置中的所述熔体均匀化以形成液态的聚烯烃组合物;以及

(ix) 将所述聚烯烃组合物造粒。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中通过固体流量计测量所述聚烯烃颗粒的所述流速。

3. 根据权利要求1所述的方法,其中所述混合装置是包括两个水平取向的反向旋转轴的桨式混合器。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中将所述炭黑粉末以至少三步法从炭黑储存容器供应到所述混合装置,所述至少三步法包括

(iia) 通过第一炭黑排放阀将所述炭黑粉末从所述储存容器转移到炭黑馈送容器;

(iib) 随后通过第二炭黑排放阀依靠重力将所述炭黑粉末从所述炭黑馈送容器转移到定量装置;以及

(iic) 随后将所述炭黑粉末从所述定量装置转移到所述混合装置。

5. 根据权利要求4所述的方法,其中所述第一炭黑排放阀和所述第二炭黑排放阀是夹管阀。

6. 根据权利要求4所述的方法,其中所述炭黑馈送容器装备有搅拌器。

7. 根据权利要求4所述的方法,其中所述定量装置装备有定量装置料斗,并且所述定量装置料斗装备有搅拌器。

8. 根据权利要求4所述的方法,其中在转移步骤(iia)中,所述炭黑粉末在通过所述第一炭黑排放阀后通过输送槽。

9. 根据权利要求4所述的方法,其中转移步骤(iia)间断地进行,所述炭黑馈送容器位于称上,并且转移步骤(iib)通过测量所述炭黑馈送容器的所述重量差异来控制。

10. 根据权利要求1所述的方法,其中所述聚烯烃是聚乙烯。

11. 根据权利要求1所述的方法,其中所述聚烯烃粉末是双峰或多峰聚烯烃的粉末。

12. 根据权利要求10所述的方法,其中所述聚乙烯是具有根据ISO 1183在23℃下测定的0.945至0.965 g/cm³的密度的高密度聚乙烯。

13. 根据权利要求1所述的方法,进一步包括
- (x) 将聚烯烃颗粒供应到所述挤出机装置;以及
 - (xi) 响应于所测量的所述聚烯烃颗粒的流速,调节馈送到挤出机装置的所述聚合物颗粒的所述流速。

用于制备聚烯烃组合物的方法

技术领域

[0001] 本公开提供了一种用于连续地制备聚烯烃组合物的方法,该聚烯烃组合物包含聚烯烃、炭黑、和任选地一种或多种其它添加剂。本公开尤其提供了一种用于连续地制备聚烯烃组合物的方法,该聚烯烃组合物包含聚烯烃、炭和任选地一种或多种其它添加剂,其中该聚烯烃是双峰或多峰高密度聚乙烯。

背景技术

[0002] 聚烯烃是最广泛使用的商业聚合物。但是,为了实现和保持所期特性,聚合物配备有额外物质是必要的。这些所谓的塑料添加剂是辅助化合物,其显著地影响聚合物的特性并使聚合物在商业上是有用的,但是添加剂只少量添加。添加剂通常在造粒步骤期间其聚合后直接地与聚烯烃组合。

[0003] 具有优异的特性组合的聚烯烃是所谓的双峰或多峰聚烯烃。这些聚合物通常在通常具有不同聚合条件的两个或更多个聚合反应器的级联中制备。在这样的聚合方法中获得的聚烯烃粉末的单独颗粒的组成可以有很大变化。因此,在造粒步骤中需要特别努力使这些聚乙烯均匀化。例如,WO 2004/096523 A1公开了一种用于熔融和均匀化多峰或双峰聚烯烃的特定挤出机配置。

[0004] 但是,对于具有突出特性的双峰或多峰聚烯烃的制备,不仅需要聚烯烃的聚合组分非常均匀化,而且还要求塑料添加剂非常均匀地分布在聚合物中。此均匀性不仅应该包括在整个聚合材料中非常均匀的均匀化,而且还包括塑料添加剂与聚烯烃材料的比例以及不同添加剂之间的比率对于所有聚烯烃颗粒而言基本上是相同的。此外,应该可以通过可靠和经济的方法实现这种均匀分布。

[0005] 实现炭黑在聚烯烃中的均匀分布是甚至更高要求的过程。炭黑用于紫外线防护或用作许多聚烯烃应用中着色的颜料,比如例如在管道或塑料燃料箱应用中。炭黑可以蓬松粉末或颗粒状形式获得。然而,炭黑难以处理,因为它是脆弱的,倾向于堵塞输送设备和土壤机械,其则随后需要严格清洗。因此,为了制备包含炭黑的聚烯烃组合物,普遍使用聚烯烃母料形式的炭黑。然而,使用母料形式的炭黑具有以下缺点:母料的载体聚合物和聚烯烃组合物的基底聚烯烃应该是相容的,因此不同的基底聚烯烃可能需要不同的母料。并且,制备聚烯烃母料是增加聚烯烃组合物的制造成本的额外工艺步骤。

[0006] WO 2009/059967 A2公开了一种将炭黑引入聚烯烃中的方法,在该方法中,将聚烯烃粉末和任选的添加剂馈送到主挤出机中,并在其中与包含10至60重量%炭黑的熔融或部分熔融的聚烯烃/炭黑组合物组合,该组合物已经在主挤出机的小侧挤出机中制得。WO 2015/071075 A1涉及将炭黑直接馈送到用于管道和电线及电缆应用的黑色化合物的制造中。所述方法包括将炭黑颜料直接地馈送到熔体挤出机的入口中或将炭黑颜料和固体颜料的组合馈送到熔体挤出机的入口中。

[0007] 因此,需要克服现有技术的缺点并提供允许实现炭黑和任选的其它添加剂在聚烯烃组合物中,尤其是在包含双峰或多峰高密度聚乙烯的聚烯烃组合物中的非常均匀的分布

的方法,以及该方法可以经济可靠地以高定量精度进行,并且这导致聚烯烃组合物由于添加的炭黑而在聚合物特性中没有或仅显示轻微的损失。

发明内容

[0008] 本公开提供了一种在挤出机装置中连续地制备包含聚烯烃和炭黑的聚烯烃组合物的方法,该方法包括以下步骤

[0009] (i) 将聚烯烃粉末形式的聚烯烃供应到混合装置中;

[0010] (ii) 测量供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速或测量在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速;

[0011] (iii) 将炭黑供应到混合装置中;

[0012] (iv) 任选地将一种或多种其它添加剂供应到混合装置中;

[0013] (v) 当测量供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速时,响应于所测量的聚烯烃粉末的流速,调节炭黑和任选地供应的一种或多种其它添加剂到混合装置中的流速,或者当测量在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速时,响应于所测量的聚烯烃颗粒的流速,调节聚烯烃粉末到混合装置中的流速,或者保持供应到混合装置中的炭黑和任选地供应的一种或多种其它添加剂的流速恒定或也响应于所测量的聚烯烃颗粒的流速,调节供应到混合装置中的炭黑和任选地供应的一种或多种其它添加剂的流速;

[0014] (vi) 将聚烯烃粉末、炭黑和任选地供应的一种或多种其它添加剂混合以形成粉末混合物,

[0015] (vii) 将步骤(vi)中获得的粉末混合物从混合装置转移到挤出机装置中;

[0016] (viii) 加热粉末混合物以形成熔体并使挤出机装置中的熔体均匀化以形成液态的聚烯烃组合物;以及

[0017] (ix) 将聚烯烃组合物造粒。

[0018] 在一些实施例中,测量聚烯烃粉末的流速。

[0019] 在一些实施例中,测量在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速。

[0020] 在一些实施例中,通过固体流量计测量聚烯烃粉末的流速或聚烯烃颗粒的流速。

[0021] 在一些实施例中,混合装置是包括两个水平定向的反向旋转轴的桨式混合器。

[0022] 在一些实施例中,将炭黑以至少三步法从炭黑储存容器供应到混合装置,该至少三步法包括

[0023] (iiia) 通过第一炭黑排放阀将炭黑从储存容器转移到炭黑馈送容器;

[0024] (iiib) 随后通过第二炭黑排放阀依靠重力将炭黑从炭黑馈送容器转移到定量装置;以及

[0025] (iiic) 随后将炭黑从定量装置转移到混合装置。

[0026] 在一些实施例中,第一炭黑排出阀和第二炭黑排出阀是夹管阀。

[0027] 在一些实施例中,炭黑馈送容器装备有搅拌器。

[0028] 在一些实施例中,定量装置装配有定量装置料斗,并且定量装置料斗装配有搅拌器。

[0029] 在一些实施例中,在转移步骤(iiia)中,炭黑在通过了第一炭黑排出阀后通过输送槽。

[0030] 在一些实施例中,间断地进行转移步骤(iia),将炭黑馈送容器位于秤上,并且通过测量炭黑馈送容器的重量差异来控制转移步骤(iib)。

[0031] 在一些实施例中,聚烯烃是聚乙烯。

[0032] 在一些实施例中,聚烯烃粉末是双峰或多峰聚烯烃的粉末。

[0033] 在一些实施例中,聚乙烯是具有根据ISO 1183在23℃下测定的0.945至965g/cm³的密度的高密度聚乙烯。

[0034] 在一些实施例中,该方法额外地包括

[0035] (x) 将聚烯烃颗粒供应到挤出机装置;以及

[0036] (xi) 响应于测量的聚烯烃粉末的流速或响应于测量的聚烯烃颗粒的流速,调节馈送到挤出机装置的聚合物颗粒的流速。

附图说明

[0037] 虽然公开了多个实施例,但是从下面的具体实施方式中,对于本领域技术人员而言其他实施例仍会变得显而易见。显而易见的是,在不脱离本文呈现的权利要求的精神和范围下,如本文所公开的某些实施例能够在各种明显方面进行修改。因此,附图和具体实施方式在本质上被认为是说明性的而不是限制性的。

[0038] 下图说明了本文公开的主题的优选实施例。所要求保护的主题可以结合附图通过参考以下描述来理解,其中相同的附图标记表示相同的元件,并且其中:

[0039] 图1示意性地显示了用于制备根据本公开的聚烯烃组合物的合适的设置

具体实施方式

[0040] 本公开涉及一种用于制备聚烯烃组合物的方法,该聚烯烃组合物包含聚烯烃、炭黑、和任选的一种或多种其它添加剂。通过聚合烯烃,尤其通过聚合1-烯烃(即具有末端双键的烯)而限于此来获得合适的聚烯烃。优选的单体是非极性烯烃化合物,包括芳基取代的1-烯烃。特别优选的1-烯烃是直链或支链C₂-C₁₂-1-烯烃,特别是直链C₂-C₁₀-1-烯烃例如乙烯、丙烯、1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-庚烯、1-辛烯、1-癸烯或支链C₂-C₁₀-1-烯烃例如4-甲基-1-戊烯、共轭和非共轭二烯例如1,3-丁二烯、1,4-己二烯或1,7-辛二烯或乙烯基芳族化合物例如苯乙烯或取代的苯乙烯。也可以聚合各种1-烯烃的混合物。合适的烯烃也包括其中双键是可以具有一个或多个环体系的环状结构的一部分。实例是环戊烯、降冰片烯、四环十二碳烯或甲基降冰片烯或二烯,例如5-亚乙基-2-降冰片烯、降冰片二烯或乙基降冰片二烯。也可以聚合两种或更多种烯烃的混合物。

[0041] 本公开的方法特别地是一种用于制备聚烯烃组合物的方法,该聚烯烃组合物包含通过乙烯或丙烯的均聚或共聚获得的聚烯烃。作为丙烯聚合的共聚单体,优选地使用高达40重量%的乙烯和/或1-丁烯。

[0042] 在一个优选的实施例中,本公开的方法涉及制备包含通过均聚或共聚乙烯获得的聚烯烃的聚烯烃组合物。特别优选地是制备包含聚乙烯的聚烯烃组合物,其中乙烯与至多40重量%的C₃-C₈-1-烯烃,优选地1-丁烯、1-戊烯、1-己烯、1-辛烯、或其混合物共聚。特别优选地是其中乙烯与至多20重量%的1-丁烯、1-己烯、或其混合物共聚的方法。

[0043] 所有工业上已知的聚合方法可用于制备聚烯烃。这包括溶液法、悬浮法和气相法。

聚合可以在一个或多个阶段中分批进行或优选地连续进行。这种方法通常是本领域技术人员已知的。在所提到的聚合方法中,气相聚合,特别是在气相流化床反应器或多区循环气相反应器中以及悬浮聚合,特别是在回路反应器或搅拌釜反应器中是优选的。

[0044] 本公开的方法可用于制备所有类型的普通聚烯烃聚合物的聚烯烃组合物。本公开的方法尤其适用于制备包含双峰或多峰聚烯烃的聚烯烃组合物,其中术语双峰和多峰指分子量分布的模式。这样的聚合物可以通过在不同反应条件下在两个或更多个聚合反应器的级联中聚合烯烃获得。因此,“模式”表示多少不同聚合条件用以制备聚烯烃,不管分子量分布的此模式是否可在凝胶渗透色谱(GPC)曲线中被视为分离的最大值。本领域常用的并且在文中也使用的术语多峰可以包括双峰。除了分子量分布外,聚烯烃聚合物也可以具有共聚单体分布,其中优选地,具有较高分子量的聚合物链的平均共聚单体含量高于具有较低分子量的聚合物链的平均共聚单体含量。然而,也可以在反应级联的所有聚合反应器中使用相同或非常相似的反应条件,因此制备窄分子量或单峰聚烯烃聚合物。然而,在不同反应条件下工作的级联聚合反应器中制造多峰聚烯烃的复杂性是由不同反应器中单独聚烯烃颗粒的不同停留时间引起的,聚烯烃粉末的单独聚烯烃颗粒的组成可能变化很大。

[0045] 聚合可以使用所有常规的烯烃聚合催化剂进行。这意味着聚合可以例如使用基于氧化铬的菲利普斯催化剂,使用钛基齐格勒或齐格勒-纳塔催化剂,使用单中心催化剂,或使用这些催化剂的混合物进行。用于烯烃聚合的这些催化剂的制备和用途通常是已知的。

[0046] 聚烯烃通常以粉末形式获得,该粉末意指小颗粒的形式。根据催化剂形态和尺寸以及聚合条件,颗粒通常具有差不多规则形态和尺寸。取决于所使用的催化剂,聚烯烃粉末的颗粒通常具有几百至几千微米的平均直径。在铬催化剂的情况下,平均粒径通常为约300至约1600 μm ,在齐格勒型催化剂的情况下,平均粒径通常为约100至约3000 μm 。优选的聚烯烃粉末具有150-250 μm 的平均粒径。例如,粒径分布可以有利地通过筛分来测定。合适的技术是例如在空气喷射下的振动筛分分析或筛分分析。

[0047] 用于制备本公开的聚烯烃组合物的优选聚烯烃是具有50至100重量%,更优选地80至100重量%,特别地是98至100重量%的乙烯含量的聚乙烯。因此,聚乙烯中其它烯烃的含量优选地为0至50重量%,更优选地0至20重量%,特别地是0至2重量%。

[0048] 通过本公开的方法获得的优选的聚乙烯组合物的密度为0.90g/cm³至0.97g/cm³。优选地,密度在0.920至0.968g/cm³的范围内,特别地在0.945至0.965g/cm³的范围内。密度必须被理解为根据DIN EN ISO 1183-1:2004,方法A(浸入)测定的密度,压缩模板的厚度为2mm,在180℃,20MPa下压制8分钟,随后在沸水中结晶30分钟。

[0049] 在190℃下,根据DIN EN ISO 1133:2005条件G测定的在21.6kg的负载下的聚乙烯组合物的熔体流速MFR_{21.6}为1g/10min至80g/10min,优选地2g/10min至50g/10min,尤其是5g/10min至25g/10min。

[0050] 根据本公开的方法,将聚烯烃与,或者以炭黑粉末或颗粒状炭黑形式,优选地炭黑粉末形式的炭黑组合。所制备的聚烯烃组合物中的炭黑的量优选地为0.1至12重量%,更优选地0.5至5重量%,甚至更优选地2至3重量%,尤其是2.1至2.5重量%。

[0051] 术语炭黑是指由具有高表面积与体积比的烃的不完全燃烧或热分解产生的细碎碳颜料家族。炭黑的实例是炉黑或乙炔黑。在一个优选的实施例中,炭黑具有5nm至500nm,更优选地15nm至60nm,最优选地不超过25nm的粒径。炭黑用于制备本公开的聚烯烃,特别是

为其制备的制品提供耐紫外线性耐候性,并确保经认证的产品如调节压力管的性能。

[0052] 在一个本公开的优选实施例中,聚烯烃额外地与一种或多种其它添加剂组合。这些添加剂在本领域中是常见的。但是,特别是对于多峰聚烯烃而言,它们非常均匀地分布在聚烯烃中是重要的。用于制备聚烯烃组合物的合适类型的添加剂是例如抗氧化剂、光稳定剂、除酸剂、润滑剂、加工助剂、防粘连剂、增滑剂、抗静电剂、防雾剂、颜料或染料、成核剂、阻燃剂或填料。通常将多种添加剂加入聚烯烃组合物中。多种添加剂可以是不同类型的添加剂。然而,也可以将一种类型的添加剂的几个代表加入一种聚烯烃组合物中。所有这些类型的添加剂通常是可商购的,并且描述在例如Hans Zweifel,Plastics Additives Handbook,第5版,Munich,2001中。

[0053] 本发明的方法的特征在于,将聚烯烃粉末形式的聚烯烃和炭黑以及任选地供应的一种或多种添加剂供应到混合装置中,然后将组合的材料转移到挤出机装置中进行熔化并进一步混合。优选的混合装置是包括两个水平取向的反转轴的桨式混合器。轴装配有适当几何形状的桨叶。旋转轴沿着轴的轴线水平地移动聚烯烃粉末和添加剂的组合物,同时将它们充分地混合。这种桨式混合器可购自例如Köllemann GmbH,Adenau,德国或J.Engelsmann AG,Ludwigshafen,德国。聚烯烃粉末和添加剂的混合物在轴的末端离开混合装置,然后优选地通过重力转移到挤出机装置的料斗中。

[0054] 将聚烯烃粉末从储存容器供应到混合装置中,特别是从具有锥形底部的储存容器。在一个优选的实施例中,用于供应聚烯烃粉末的储存容器装备有使聚烯烃粉末保持自由流动状态的排出助剂。优选的排出助剂是例如将惰性气体,优选地氮气引入储存容器的底部,更优选地引入储存容器的锥形底部。优选地将聚烯烃粉末通过重力从储存容器转移到混合装置。

[0055] 优选地将炭黑从专用炭黑储存容器供应到混合装置。炭黑储存容器可以通过袋输送装料。优选地,炭黑储存容器通过例如卡车或轨道车辆的集装箱车辆的批量输送,将炭黑气动输送到炭黑储存容器,或者通过诸如大袋的半散装容器的填充而进行装料。为了防止存储在炭黑储存容器中的炭黑的任何沉降和压实,将气体(优选地干燥的空气或氮气)引入炭黑储存容器的底部,更优选地引入炭黑储存容器的锥形底部,最优选地引入合成布覆盖的锥形底部。优选地,在本公开的方法中使用两种炭黑储存容器的组合,允许一个炭黑储存容器在操作中用于将炭黑供应到混合装置中,而另一个可以被再填充。优选地,每个炭黑储存容器具有能够容纳一定量的炭黑的尺寸,其足以使得根据本公开的方法可以进行约4天。

[0056] 将炭黑从储存容器供应到混合装置中的方法优选地是至少三步法,其包括转移步骤(iia),用于将炭黑从储存容器通过第一炭黑排放阀转移到炭黑馈送容器;转移步骤(iiib),用于随后通过重力将炭黑从炭黑馈送容器通过第二炭黑排放阀转移到定量装置;以及转移步骤(iiic),用于随后将炭黑从定量装置转移到混合装置。

[0057] 优选地,第一炭黑排出阀和第二炭黑排出阀是夹管阀。这些阀具有阀门锁定打开整个横截面的优点,并且阀门内部没有金属,并且由于其灵活性而自清洁。

[0058] 转移步骤(iia),(iiib)和(iiic)中的炭黑的输送优选在降管中更好地发生在柔性稠度的下管中,以避免堵塞并允许快速输送。

[0059] 在转移步骤(iia)中,炭黑在经过第一炭黑排出阀之后优选通过输送槽。输送槽优选地通过将气体,优选地干燥的空气或氮气引入输送槽的底部,优选地引入均匀地分布

在输送槽的长度上的两个或更多个入口中来进行操作。

[0060] 炭黑馈送容器优选地具有比炭黑储存容器更小的体积,并且用于减小炭黑储存容器或更优选地使用的输送槽与定量装置之间的高度差,以确保更好和更精确地将炭黑供应到混合装置中。优选地将炭黑馈送容器位于秤上。炭黑馈送容器进一步优选地装配有搅拌器,优选地螺旋搅拌器,该搅拌器优选地延伸到炭黑馈送容器的出口。

[0061] 在一个本公开的优选实施例中,其中将炭黑馈送容器位于秤上,间断地进行转移步骤(iiia),并且通过测量炭黑馈送容器的重量差异来控制转移步骤(iiib)。优选地,转移步骤(iiib)也间断地发生,并且在与转移步骤(iiia)不同的时间点进行。

[0062] 定量装置优选地装配有定量装置料斗,并且定量装置料斗优选地装备有搅拌器。定量装置料斗优选地进一步在顶部装配有过滤器单元,该过滤器单元允许通过将气体通过过滤器排放到大气中来补偿进行转移步骤(iiib)时产生的压力。过滤器单元优选地包括用于防止炭黑堵塞的清洁装置。

[0063] 任选提供的添加剂优选地由用于添加剂的专用储存容器供应。然而,也可以直接从诸如大袋的运输容器中供应添加剂。用于制备本公开的聚烯烃组合物的添加剂可以固体形式供应,优选地以小颗粒的形式,或者它们可以是液体或者以溶解的形式馈送。可以单独地供应所有添加剂,或者可以供应一种或多种包含一些所选添加剂的添加剂混合物,或者将所有添加剂的混合物供应到聚烯烃粉末中。优选地,所有添加剂以固体颗粒的形式供应。

[0064] 所制备的聚烯烃组合物包含聚烯烃、炭黑和任选的一种或多种添加剂。所制备的聚烯烃组合物的组成优选地通过识别所使用的聚烯烃粉末的性质、所使用的炭黑的性质、任选的添加剂的性质、它们的数量、它们的量和它们的比例的方案来定义。所制备的聚烯烃组合物的构成可能从所制备的聚烯烃组合物到所制备的聚烯烃组合物显著地不同。然而,所有聚烯烃组合物都包含大多数聚烯烃。优选地,所制备的聚烯烃组合物的聚烯烃部分为80至99.98重量%,更优选地95至99.95重量%,尤其是98至99.9重量%。本公开不仅涉及制备这样的聚烯烃组合物,其中炭黑和任选的添加剂非常均匀地分布在聚烯烃组合物中,也涉及采用经济和可靠的方式以非常恒定的组分比率精确地制备这些组合物。

[0065] 供应到混合装置中的聚烯烃粉末的量优选地通过适当的馈送装置如旋转阀或螺旋馈送器来调节。通过改变馈送装置的速度,可以改变供应到混合装置中的聚烯烃粉末的量。馈送装置的速度优选地通过控制器以使得聚烯烃粉末的馈送量对应于预选定点的方式来控制,该预选定点对应于聚烯烃组合物中聚烯烃的期望部分。

[0066] 根据本公开的一个优选实施例,确保通过基于聚烯烃粉末的实际供给量(即使对于高流速的聚烯烃粉末),调节炭黑和任选供应的一种或多种添加剂到挤出机装置中的流速,将聚烯烃组合物中的炭黑和任选的添加剂与聚烯烃的比例保持恒定。通过使用供应到挤出机中的聚烯烃粉末的实际馈送量来计算炭黑和任选供应的一种或多种添加剂的这些设定点,聚烯烃粉末馈送装置的速度微小变化通过添加剂流速的相应改变来即时补偿。这与简单地使用由聚烯烃组合物的方案得到的设定点来调节一种或多种添加剂的流速相反。因此,连续地测量供应到混合装置中的聚烯烃粉末的量。这通过连续地测定聚烯烃粉末的流速来进行。

[0067] 根据本公开的另一个优选实施例,测量在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速,而不是供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速以及基于在挤出机装置中制造的聚烯烃

颗粒的实际量调节聚烯烃粉末到混合装置中的流速。通过使用制得的聚合物颗粒的流速的测量值来调节聚烯烃粉末的流速,聚烯烃粉末馈送装置的速度变化仍然得到补偿;然而,测量具有一定粘性的聚合物颗粒的聚物流速可能存在的困难明显地降低。聚烯烃颗粒的流速优选对干燥的聚烯烃颗粒测量,即优选在通常使用的水下造粒机和离心干燥器的下游。在该实施例中,使供应到混合装置中的炭黑和任选供给的一种或多种添加剂的流速一直保持在预定值,并且只通过调节供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速来控制聚烯烃组合物中的炭黑和添加剂与聚烯烃的比例,或优选地,基于在挤出机装置中制得的聚烯烃颗粒的实际量,优选地使用不同的控制特性来控制炭黑和任选供应的一种或多种添加剂的流速并控制聚烯烃粉末的馈送,调节聚烯烃粉末的流速以及炭黑和任选供给的一种或多种添加剂供应到混合装置中的流速。

[0068] 优选地,通过固体流量计测量供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速或在挤出机装置中制备的聚烯烃颗粒的流速。合适的固体流量计可以使用冲击板、测量槽或科里奥利测量技术。这样的固体流量计可以购自例如Schenck Process,Whitewater,WI,美国或Coperion K-Tron,Gelnhausen,德国。固体流量计优选地装配有控制器。该控制器允许基于关于聚烯烃粉末的实际供应量的信息来调节将聚烯烃粉末供应到挤出机中的馈送装置的速度。

[0069] 供应到混合装置中的聚烯烃粉末的测量流速或聚烯烃颗粒的测量流速用于调节供应到混合装置中的炭黑和任选供应的一种或多种添加剂的流速。为此,固体流量计的控制器将一个信号传送到例如计算机的计算单元,该信号表示聚烯烃粉末到混合装置中的流速。计算装置连续地计算添加剂到混合装置中所需流量的设定点,该设定点反映实际供应到挤出机装置中的聚烯烃粉末的量。

[0070] 在本公开的一个优选实施例中,用于制备聚烯烃组合物的方法进一步包括额外地将聚烯烃颗粒供应到挤出机装置中。该选项提供了进一步将已经颗粒化的聚合物材料添加到聚烯烃组合物中的可能性。这些粒状聚合物材料优选地以较少的量添加。可以有利地添加到聚烯烃组合物中的粒状聚合物材料的实例是预先制备的聚烯烃组合物,其不符合规定的特性要求,或过渡材料,其在从一种聚烯烃级转变为另一种的聚合过程中获得。聚烯烃颗粒优选供应到与聚烯烃粉末,炭黑和任选提供的一种或多种添加剂的混合物相同的料斗。聚烯烃颗粒到料斗中的流速优选地也根据所测量的供应到混合装置中的聚烯烃粉末的流速或基于所测量的聚烯烃颗粒的流速来调节。计算装置然后连续计算聚烯烃颗粒到料斗中的期望流量的设定点。

[0071] 将在混合装置中获得的聚烯烃粉末、炭黑和任选供应的一种或多种添加剂的粉末混合物从混合装置转移到挤出器装置中。挤出机装置优选地装配有用于接收该粉末混合物的至少一个料斗。然后将材料从料斗转移到挤出机装置中。然而,挤出机装置也可以装配有用于将额外的材料供应到挤出机装置中的一个或多个额外的料斗。挤出机装置用于熔化聚烯烃粉末,因此形成液态的聚烯烃组合物,使液态聚烯烃组合物均匀化并将炭黑和任选的一种或多种添加剂均匀地分布在其中。这优选地通过将热和机械能施加到聚烯烃粉末、炭黑和添加剂的混合物来进行。然后将液态聚烯烃组合物送入造粒单元,并转化成颗粒。

[0072] 用于本公开的方法的合适的挤出器装置是挤出机或连续混合器。这些挤出机或混合机可以是熔融和均匀化聚乙烯组合物的单级或两级机器。挤出机的实例是针式挤出机、

行星式挤出机或同向旋转圆盘处理器。其他可能性是混合器与排放螺钉和/或齿轮泵的组合。优选的挤出机是螺杆挤出机,特别是以双螺杆机器构成的挤出机。特别优选地是具有排放元件的双螺杆挤出机和连续混合器,特别是具有反向旋转和相互啮合的双螺杆的连续混合器,或者包括至少一个同向旋转的双螺杆挤出器的挤出机装置。这种机械在塑料工业中是常规的,并且由以下制造,例如Coperion GmbH, Stuttgart, 德国; Krauss Maffei Berstorff GmbH, Hannover, 德国; The Japan Steel Works LTD., Tokyo, 日本; Farrel Corporation, Ansonia, USA; 或Kobe Steel, Ltd., Kobe, Japan。合适的挤出机装置通常进一步装配有用于造粒熔体的单元,例如水下造粒机。

[0073] 图1示意性地显示了用于制备根据本公开的聚烯烃组合物的合适的设置,而不将本发明限制于其中所述的实施例。

[0074] 通过管线(1)将聚烯烃粉末提供到聚烯烃粉末储存容器(2)中。为了保持聚烯烃粉末在储存容器(2)中的流动性,通过管线(3)将氮气从底部引入储存容器(2)中。通过管线(4)将聚烯烃粉末供应到由马达M操作的旋转阀(5)中。然后通过管线(6)将聚烯烃粉末通过重力进一步转移到混合装置(25)中。混合装置(25)优选地是包括两个水平取向的反向旋转轴的桨式混合器。在从旋转阀(5)到混合装置(25)的途中,聚烯烃粉末通过测量聚烯烃粉末到混合装置(25)中的流速的固体流量计(9),这意指测量每个时间单位输送到混合装置(25)中的聚烯烃粉末的量。固体流量计(9)装配有控制器(10)。如果固体流量计(9)测量的流速与先前在控制器(10)中实施的流速的目标设定点不同,控制器(10)一方面将信号(11)发送到旋转阀(5)的马达M用于调节聚烯烃粉末的流速。另一方面,控制器(10)也将指示聚烯烃粉末从储存容器(2)到混合装置(25)中的流速的信号(12)发送到计算单元(13)。

[0075] 通过管线(31)将炭黑提供到炭黑储存容器(32)中。为了保持炭黑在炭黑储存容器(32)中的流动性,通过管线(33)将氮气从底部引入到炭黑储存容器(32)中。通过管线(34)将炭黑供应到夹管阀(35)。然后通过管线(36)将炭黑通过重力进一步转移到输送槽(37)中。为了传输输送槽(37)内的炭黑,通过管线(38)将氮气引入输送槽(37)中。然后通过管线(39)将炭黑转移到装配有搅拌器(41)的炭黑馈送容器(40)中。为了确定相对于碳瓣填充水平的差异,将炭黑馈送容器(40)位于秤(42)上用于重量测量。通过管线(43)将炭黑从炭黑馈送容器(40)供给到夹管阀(44),然后通过管线(45)利用重力进一步转移到定量装置(47)的定量装置料斗(46)。定量装置料斗(46)由马达M操作并装备有搅拌器(48)。

[0076] 定量装置(46)能够称量加入到管线(49)中的炭黑的量,通过管线(49)将炭黑供应到混合装置(25)中。定量装置(46)装配有控制器(50)。控制器(50)接收指示由定量装置(47)加入到管线(49)中的炭黑的量的信号。基于指示聚烯烃粉末从储存容器(2)到混合装置(25)中的流速的信号(12),以及基于先前在计算单元(13)中实施的聚烯烃组合物的方案,由计算单元(13)连续地计算待加入的炭黑量的设定点。

[0077] 图1进一步显示了用于将颗粒形式的添加剂馈送到混合装置(25)中的定量装置(15)。然而,也可以利用这些添加剂馈送单元中的两个或三个或更多个来操作本公开的方法。在每个单元中,通过管线(14)将添加剂或添加剂混合物提供到由马达M操作的定量装置(15)中。定量装置(15)能够称量加入管线(16)的添加剂或添加剂混合物的量,通过管线(16)将添加剂供应到料斗(7)中。每个定量装置(15)装备有控制器(17)。控制器(17)接收指示由相应定量装置(15)加入到各自管线(16)中的添加剂的量的信号。基于指示聚烯烃粉末

从储存容器 (2) 到混合装置 (25) 中的流速的信号 (12), 以及基于先前在计算单元 (13) 中实施的聚烯烃组合物的方案, 由计算单元 (13) 连续地计算待加入的添加剂的量的设定点。

[0078] 通过通过管线 (26) 将混合装置 (25) 中制备的聚烯烃粉末、炭黑和添加剂的混合物利用重力从混合装置 (25) 转移到也由马达M操作的挤出机装置 (8) 的料斗 (7) 中。通过改变旋转阀 (5) 的马达M的速度, 可以调节供应到混合装置 (25) 中的聚烯烃粉末的流速。然后将聚烯烃粉末、炭黑和添加剂的组合转移到挤出机装置 (8) 中, 并将其熔化及均匀化。将挤出机装置 (8) 中熔体输送到造粒单元 (18), 通过管线 (19) 将颗粒状聚烯烃组合物从其中取出。

[0079] 图1所示的设置进一步包括用于将聚合物颗粒供应到料斗 (7) 中的单元。该单元具有颗粒储存容器 (20), 经由管线 (21) 将聚合物颗粒提供到其中。通过管线 (22) 将聚烯烃颗粒供应到由马达M操作的旋转阀 (23) 中。然后通过管线 (24) 进一步将聚烯烃颗粒转移到挤出机装置 (8) 的料斗 (7) 中。供应到料斗 (7) 中的聚烯烃颗粒的量由旋转阀 (23) 的马达M的速度给出, 该速度基于指示聚烯烃粉末从储存容器 (2) 到料斗 (7) 中的流速的信号 (12), 以及基于先前在计算单元 (13) 中实施的聚烯烃组合物的方案, 由计算单元 (13) 设定。

[0080] 通过将聚烯烃以粉末形式 (这意指以小颗粒的形式) 加入混合装置中, 并将已经存在的聚烯烃粉末与炭黑和任选地供应的添加剂接触, 将聚烯烃、炭黑和添加剂的组合转移到挤出机装置中, 并且由此允许得到炭黑和添加剂在所有制造的聚合物颗粒中的非常均匀的分布。当用于制备聚烯烃组合物的聚烯烃粉末的单独颗粒的组成变化很大时, 甚至可以实现非常均匀的分布。并且, 选择供应到挤出机装置中的聚烯烃粉末的流速作为用于调节炭黑和任选供应的添加剂的流速的参数, 允许非常准确地以非常恒定的比例并以由于炭黑和添加剂在制造的聚烯烃组合物中分布的优异均匀性而导致聚烯烃组合物的一致性质的方式馈送聚烯烃组合物的所有组分。因此, 本公开提供了一种可靠的方法以从经济使用游离炭黑形式的炭黑而不是炭黑母料中获益, 并确保所需的定量精度以制备高要求的应用, 如聚乙烯压力管, 其中聚乙烯组合物中的炭黑含量必须准确地在2.1重量%至2.5重量%的范围内。

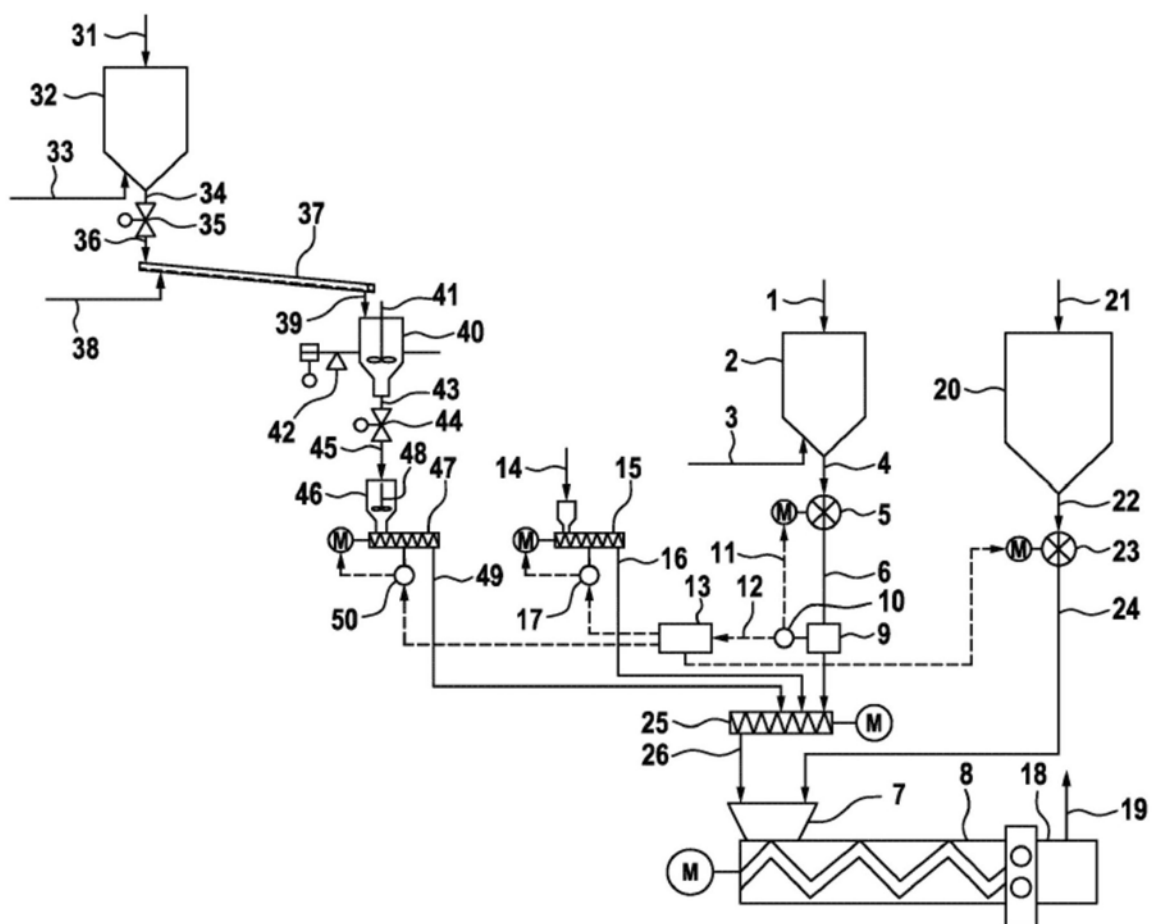


图1