



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0042388

(51)^{2020.01} C08F 2/00; C08F 6/24; C08F 2/14; C08F 210/16; C08F 10/02; C08F 2/01 (13) B

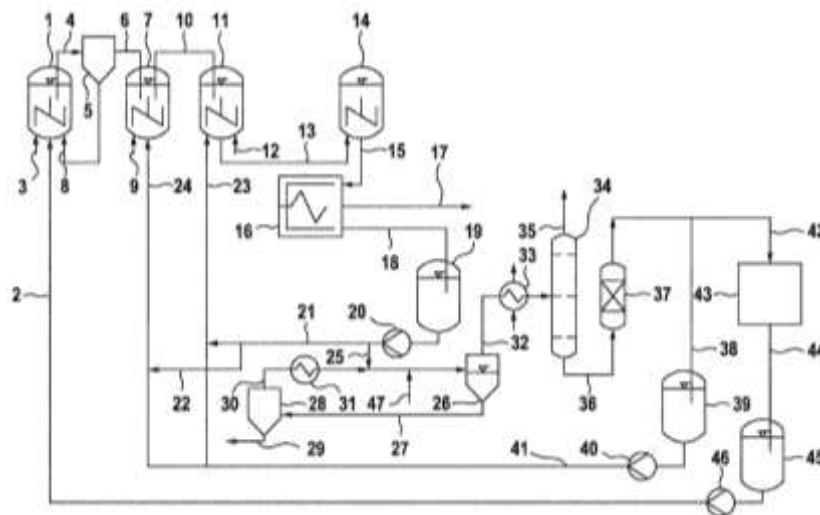
(21) 1-2020-07401	(22) 19/06/2019
(86) PCT/EP2019/066121 19/06/2019	(87) WO2019/243384 26/12/2019
(30) 18179141.9 21/06/2018 EP	
(45) 27/01/2025 442	(43) 27/09/2021 402
(73) Basell Polyolefine GmbH (DE) Brühler Straße 60, Wesseling, 50389, Germany	
(72) Elke DAMM (DE); Reinhard KUEHL (DE); Rodrigo CARVAJAL (CL).	
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)	

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ COPOLYME ETYLEN VÀ THIẾT BỊ ĐỂ POLYME
HÓA MONOME OLEFIN TRONG TÀNG LÒ PHẢN ỨNG

(21) 1-2020-07401

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình điều chế copolyme etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng gồm có lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa tiếp theo bao gồm việc tách huyền phù tạo thành trong tầng lò phản ứng vào các hạt copolyme etylen đa phương thức và môi trường huyền phù thu hồi, tinh chế một phần môi trường huyền phù thu hồi trong khu tinh chế để tạo ra các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi, và tái chế ít nhất một số hoặc một phần các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng, trong đó các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi mà được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, bao gồm chất pha loãng, trải qua quá trình hydro hóa có xúc tác trước khi được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, và thiết bị để polyme hóa monome olefin ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng.

Hình 1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề xuất quy trình điều chế copolyme (chất đồng trùng hợp) etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng. Sáng chế đặc biệt đề xuất quy trình điều chế copolyme etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng, trong đó huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức tạo thành trong tầng lò phản ứng được chuyển vào thiết bị phân tách và được tách thành các hạt copolyme etylen đa phương thức và môi trường huyền phù được thu hồi, một phần của môi trường huyền phù được thu hồi đó được tinh chế trong khu tinh chế để tạo ra các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù được thu hồi, và ít nhất một số hoặc một phần các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù được thu hồi đó được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa (lò phản ứng trùng hợp) thứ nhất của tầng lò phản ứng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các quy trình điều chế copolyme etylen ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng là các phương pháp đã được biết đến để sản xuất polyme etylen và, ví dụ, được bộc lộ trong EP 0 905 152 A1 hoặc WO 2012/028591 A1. Các quy trình này cho phép thiết lập các điều kiện phản ứng khác nhau trong các lò phản ứng polyme hóa và do đó tạo ra các chế phẩm polyme khác nhau trong các lò phản ứng polyme hóa riêng lẻ. Theo đó, các copolyme etylen đa phương thức được sản xuất có đặc điểm là có sự kết hợp tốt giữa các đặc tính sản phẩm và tình trạng có thể xử lý. Các quy trình huyền phù để điều chế polyme etylen thường sử dụng hydrocacbon hoặc hỗn hợp hydrocacbon làm chất pha loãng. Tuy nhiên, môi trường huyền phù, môi trường mà tạo thành pha lỏng hoặc pha siêu tới hạn của huyền phù, ngoài chất pha loãng là thành phần chính, còn bao gồm các thành phần khác như etylen hòa tan, comonome, nhôm alkyl, hydro và các sản phẩm phản ứng hòa tan như oligome và sáp. Các nguyên tắc sản xuất copolyme etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng, ví dụ, được bộc lộ trong F. Alt et al., Macromol. Symp. 2001, 163, 135-143.

Đã biết rằng các đặc tính polyme của copolyme etylen được tạo ra không chỉ phụ thuộc vào các thông số như phân bố khối lượng phân tử lượng hoặc hàm lượng comonome mà còn phụ thuộc vào comonome hợp nhất. Với độ dài chuỗi comonome ngày càng tăng, các đặc tính của sản phẩm như hiệu suất màng hoặc khả năng chống nứt do ứng suất môi

trường (ESCR) thường tăng lên. Tuy nhiên, các copolyme etylen có comonome chuỗi tương đối ngắn như copolyme etylen/1-buten vẫn là các polyme quan trọng về mặt thương mại.

Để có thể vận hành quy trình polyme hóa etylen thành công về mặt thương mại, điều cần thiết là các monome không phản ứng mà được xả ra khỏi lò phản ứng polyme hóa cùng với polyme đã tạo ra được tái chế vào quy trình polyme hóa. Trong các quy trình polyme hóa huyền phù, các thành phần còn lại của môi trường huyền phù cũng cần được tái chế một cách kinh tế nhất có thể. Do đó, đây là một lựa chọn để tái chế trực tiếp môi trường huyền phù mà không cần tách các thành phần. Tuy nhiên, để sản xuất copolyme etylen đa phương thức có các đặc tính cơ học tốt như ESCR cao, thường cần đến việc một trong các phản ứng polyme hóa trong một trong các lò phản ứng polyme hóa là phản ứng homopolyme hóa etylen. Điều đó có nghĩa là, tất cả các dòng được cấp vào lò phản ứng polyme hóa như vậy phải không có comonome. Một phương pháp phổ biến để loại bỏ các thành phần không mong muốn của chế phẩm lỏng khỏi hỗn hợp là chưng cất. Tuy nhiên, để có thể thực hiện quá trình phân tách hiệu quả bằng phương pháp chưng cất một cách kinh tế, điểm sôi của các thành phần phải cách nhau đủ xa.

Do đó, các công nghệ phổ biến để điều chế polyme etylen ở dạng huyền phù sử dụng các tổ hợp cụ thể của comonome và chất pha loãng. Các tổ hợp được sử dụng thương mại là, ví dụ, 1-hexen làm comonome và iso-butan làm chất pha loãng hoặc 1-buten làm comonome và hexan làm chất pha loãng. Tuy nhiên, các công nghệ này không cho phép hợp nhất các comonome có điểm sôi rất giống với điểm sôi của chất pha loãng để sản xuất copolyme etylen có thành phần homopolyme etylen trong cơ sở sản xuất polyetylen ở các điều kiện có lợi về mặt kinh tế tương ứng.

Do đó, cần phải khắc phục những nhược điểm của công nghệ trước đó và cung cấp một quy trình cho phép sản xuất copolyme etylen đa phương thức có sự kết hợp tốt giữa đặc tính sản phẩm và tình trạng có thể xử lý trong một tầng lò phản ứng với comonome có điểm sôi bất kỳ và cho phép tái chế một cách kinh tế các thành phần của môi trường huyền phù vào các lò phản ứng của tầng lò phản ứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế này đề xuất quy trình điều chế copolyme (chất đồng trùng hợp) etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng gồm có lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa tiếp theo bao gồm các bước,

polyme hóa, trong tầng lò phản ứng, etylen và một hoặc nhiều C_3-C_{12} -1-alken ở nhiệt độ từ 40 đến 150°C và áp suất từ 0,1 đến 20 MPa với sự có mặt của chất xúc tác trùng hợp và tạo thành huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức trong môi trường huyền phù gồm có chất pha loãng,

chuyển huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức vào thiết bị phân tách, trong đó huyền phù được tách thành các hạt copolyme etylen đa phương thức và môi trường huyền phù thu hồi,

tinh chế một phần môi trường huyền phù thu hồi trong khu tinh chế để tạo ra các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi, và

tái chế ít nhất một số hoặc một phần các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng,

trong đó các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, bao gồm chất pha loãng, trải qua quá trình hydro hóa có xúc tác trước khi được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất.

Trong một số phương án, các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi mà được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất chiếm từ 5 đến 70 % khối lượng của môi trường huyền phù thu hồi.

Trong một số phương án, homopolyme etylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và copolyme etylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo.

Trong một số phương án, sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường của chất pha loãng, hoặc nếu chất pha loãng là hỗn hợp các thành phần, thì sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường ban đầu hoặc điểm sôi bình thường cuối cùng của chất pha loãng không quá 15°C, điểm sôi bình thường được xác định là điểm sôi ở 1013,25 hPa.

Trong một số phương án, copolyme etylen đa phương thức là copolyme etylen- 1-hexen.

Trong một số phương án, copolyme etylen đa phương thức bao gồm ít nhất hai comonome.

Copolymer etylen đa phương thức bao gồm ít nhất 1-hexen và 1-buten làm comonomer.

Trong một số phương án, một phần môi trường huyền phù thu hồi được tái chế trực tiếp vào lò phản ứng polymer hóa tiếp theo.

Trong một số phương án, quy trình sản xuất phân tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước làm bay hơi một phần môi trường huyền phù thu hồi và sau đó là cô đặc lại phần đã bay hơi của môi trường huyền phù.

Trong một số phương án, quy trình sản xuất phân tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước chưng cất.

Trong một số phương án, quy trình sản xuất các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước loại bỏ sáp.

Trong một số phương án, huyền phù của các hạt polyetylen mà được rút khỏi lò phản ứng polymer hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được đưa vào thiết bị phân tách, trong đó một phần môi trường huyền phù được tách ra khỏi huyền phù và được tái chế vào lò phản ứng polymer hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và huyền phù đậm đặc của các hạt polyetylen được chuyển vào lò phản ứng polymer hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng.

Trong một số phương án, tầng lò phản ứng bao gồm ít nhất 3 lò phản ứng polymer hóa và huyền phù của các hạt polyetylen mà được rút khỏi lò phản ứng polymer hóa thứ hai được đưa vào thiết bị phân tách, trong đó một phần môi trường huyền phù được tách ra khỏi huyền phù và được tái chế vào lò phản ứng polymer hóa thứ hai và huyền phù đậm đặc của các hạt polyetylen được chuyển vào lò phản ứng polymer hóa thứ ba.

Trong một số phương án, sáng chế này đề xuất thiết bị để polymer hóa monome olefin ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng bao gồm:

- ít nhất hai lò phản ứng polymer hóa nối tiếp nhau tạo thành một tầng lò phản ứng,
- thiết bị phân tách để tách huyền phù trong các hạt polyolefin và môi trường huyền phù thu hồi,

- đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin trong môi trường huyền phù từ một lò phản ứng polymer hóa của tầng lò phản ứng đến lò phản ứng polymer hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng và từ lò phản ứng polymer hóa cuối cùng của tầng lò phản ứng đến thiết bị phân tách, và

- đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng,

trong đó, đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được trang bị bộ phận hydro hóa có xúc tác.

Trong một số phương án của thiết bị, đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng được trang bị thiết bị phân tách để tách một phần môi trường huyền phù khỏi huyền phù chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng, và thiết bị này còn bao gồm một đường tái chế để tái chế môi trường huyền phù mà được tách ra khỏi huyền phù trong thiết bị phân tách lắp đặt giữa lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 thể hiện sơ đồ thiết lập để điều chế copolyme etylen đa phương thức theo quy trình của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình điều chế copolyme etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng. Thuật ngữ “đa phương thức” theo đây dùng để chỉ phương thức của copolyme etylen thu được và chỉ ra rằng copolyme etylen đó bao gồm ít nhất hai phần polyme thu được trong các điều kiện phản ứng khác nhau, không liên quan đến việc phương thức này có thể được công nhận là điểm cực đại tách biệt trong đường cong sắc ký thẩm thấu gel (GPO) hay không. Ví dụ, các điều kiện trùng hợp khác nhau có thể đạt được bằng cách sử dụng các nồng độ hydro khác nhau và/hoặc bằng cách sử dụng các nồng độ comonome khác nhau trong các lò phản ứng polyme hóa khác nhau. Thuật ngữ “đa phương thức như được sử dụng trong tài liệu này sẽ bao gồm cả “hai phương thức”.

Các copolyme etylen được điều chế bằng cách polyme hóa etylen và một hoặc nhiều C_3 - C_{12} -1-alken với sự có mặt của chất xúc tác trùng hợp. C_3 - C_{12} -1-alken có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh. C_3 - C_{12} -1-alken là các C_3 - C_{10} -1-alken mạch thẳng như propylen, 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-hepten, 1-octen, hoặc 1-decen hoặc các C_2 - C_{10} -1-alken mạch

nhánh như 4-metyl-1-penten. Cũng có thể polyme hóa etylen với các hỗn hợp của hai hoặc nhiều C_3 - C_{12} -1-alken. Các comonome ưu tiên là C_3 - C_8 -1-alken, đặc biệt là 1-buten, 1-penten, 1-hexen, 1-hepten và/hoặc 1-octen. Lượng đơn vị trong copolyme etylen đa phương thức đã điều chế có nguồn gốc từ các comonome hợp nhất tốt hơn là từ 0,01 % khối lượng đến 25 % khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,05 % khối lượng đến 15 % khối lượng và đặc biệt là từ 0,1 % khối lượng đến 12 % khối lượng. Các quy trình trong đó etylen được copolyme hóa với 1-hexen và/hoặc 1-buten với lượng từ 0,1 % đến 12 % khối lượng và đặc biệt là với 1-hexen với lượng mức từ 0,1 % đến 12 % khối lượng được đặc biệt ưu tiên.

Trong một phương án ưu tiên của sáng chế, copolyme etylen đa phương thức là copolyme etylen-1-hexen, tức là copolyme etylen thu được bằng cách copolyme hóa etylen làm monome chính và 1-hexen làm comonome.

Trong một phương án ưu tiên khác của sáng chế này, copolyme etylen đa phương thức bao gồm ít nhất hai comonome, tức là copolyme etylen đa phương thức là một terpolyme hoặc một copolyme chứa nhiều hơn hai loại comonome. Đặc biệt, các copolyme etylen ưu tiên bao gồm ít nhất 1-hexen và 1-buten làm comonome.

Quá trình polyme hóa có thể được thực hiện bằng cách sử dụng tất cả các chất xúc tác polyme hóa olefin thông thường. Điều đó có nghĩa là quá trình polyme hóa có thể được thực hiện bằng cách, ví dụ, sử dụng chất xúc tác Phillips gốc oxit crôm, sử dụng các chất xúc tác Ziegler hoặc Ziegler-Natta gốc titan, sử dụng chất xúc tác tác động ở một điểm, hoặc sử dụng hỗn hợp các chất xúc tác đó. Đối với các mục đích của công bố sáng chế, các chất xúc tác tác động ở một điểm là chất xúc tác có gốc hợp chất phối trí kim loại chuyển tiếp đồng nhất về mặt hóa học. Hơn nữa, cũng có thể sử dụng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất xúc tác này cho quá trình polyme hóa olefin. Các chất xúc tác hỗn hợp như vậy thường được gọi là chất xúc tác lai. Việc điều chế và sử dụng các chất xúc tác này cho quá trình polyme hóa olefin thường được biết đến.

Các chất xúc tác ưu tiên là loại xúc tác Ziegler, tốt hơn là bao gồm một hợp chất titan hoặc vanadi, một hợp chất magie và, tùy chọn không bắt buộc, một hợp chất cho điện tử và/hoặc một oxit vô cơ dạng hạt đóng vai trò như vật liệu hỗ trợ.

Các chất xúc tác thuộc loại Ziegler thường được polyme hóa với sự có mặt của một chất đồng xúc tác. Các chất đồng xúc tác ưu tiên là các hợp chất cơ kim của các kim loại thuộc Nhóm 1, 2, 12, 13 hoặc 14 của Bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, đặc biệt là các

hợp chất cơ kim của kim loại thuộc Nhóm 13 và đặc biệt là các hợp chất cơ nhôm. Các chất đồng xúc tác ưu tiên là, ví dụ, alkyl cơ kim, ancoxit cơ kim hoặc halogenua cơ kim.

Các hợp chất cơ kim ưu tiên bao gồm alkyl lithi, alkyl magie hoặc kẽm, halogenua alkyl magie, alkyl nhôm, alkyl silicon, ancoxit silicon và halogenua alkyl silicon. Tốt hơn là, các hợp chất cơ kim bao gồm alkyl nhôm và alkyl magie. Tốt hơn nữa, các hợp chất cơ kim bao gồm các alkyl nhôm, tốt nhất là các hợp chất tri-alkyl nhôm hoặc các hợp chất thuộc loại này, trong đó nhóm alkyl được thay thế bằng nguyên tử halogen, ví dụ bằng clo hoặc brom. Ví dụ về các alkyl nhôm là tri-metyl nhôm, tri-etyl nhôm, tri-isobutyl nhôm, tri-n-hexyl nhôm hoặc di-etyl nhôm clorua hoặc các hỗn hợp của chúng.

Quy trình của sáng chế bao gồm quá trình polyme hóa diễn ra trong môi trường, được gọi là môi trường huyền phù, ở trạng thái lỏng hoặc ở trạng thái siêu tới hạn trong các điều kiện ở lò phản ứng polyme hóa tương ứng và trong đó polyme etylen tạo ra là loại không hòa tan và tạo thành các hạt rắn. Hàm lượng chất rắn của huyền phù thường nằm trong khoảng từ 10 % đến 80 % khối lượng, tốt hơn là trong khoảng từ 20 % đến 40 % khối lượng.

Môi trường huyền phù, tạo thành pha lỏng hoặc pha siêu tới hạn của huyền phù, thường bao gồm thành phần chính là chất pha loãng nhưng cũng bao gồm các thành phần khác như, ví dụ, monome hòa tan hoặc comonome, chất đồng xúc tác hòa tan hoặc chất khử như alkyl nhôm, chất trợ phản ứng hòa tan như hydro hoặc các sản phẩm phản ứng hòa tan của phản ứng polyme hóa như oligome hoặc sáp. Các chất pha loãng thích hợp phải là dạng trơ, tức là không bị phân hủy trong các điều kiện phản ứng. Ví dụ, các chất pha loãng này là hydrocacbon có từ 3 đến 12 nguyên tử cacbon, và đặc biệt là các hydrocacbon bão hòa như isobutan, butan, propan, isopentan, pentan, hexan hoặc octan, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một phương án ưu tiên, chất pha loãng là hỗn hợp hydrocacbon. Để sản xuất hỗn hợp hydrocacbon từ nguyên liệu thô, nhu cầu cần phải tách các thành phần của nguyên liệu thô ít cao hơn so với việc sản xuất hydrocacbon cụ thể, và do đó, hỗn hợp hydrocacbon hấp dẫn hơn về mặt kinh tế khi làm chất pha loãng, nhưng cho thấy hiệu suất pha loãng tương tự như hydrocacbon cụ thể. Tuy nhiên, hỗn hợp hydrocacbon có thể có khoảng điểm sôi.

Khi thực hiện quá trình copolyme hóa etylen với comonome có điểm sôi gần với điểm sôi của chất pha loãng hoặc nằm trong khoảng mức điểm sôi của chất pha loãng, thì việc tách comonome khỏi chất pha loãng bằng cách làm bay hơi hoặc chưng cất là không khả thi về mặt kinh tế. Khi sử dụng hỗn hợp các thành phần làm chất pha loãng, điều này thậm

chỉ có thể ngụ ý rằng cần phải tách chất pha loãng trong các thành phần có điểm sôi cao hơn và các thành phần có điểm sôi thấp hơn. Do đó, quy trình của sáng chế đặc biệt thích hợp khi các điểm sôi của chất pha loãng và của một trong các comonome gần nhau hoặc trùng nhau vì quy trình này cho phép tái chế chất pha loãng vào lò phản ứng polyme hóa, trong đó thực hiện phản ứng polyme hóa etylen mà không cần tách comonome khỏi chất pha loãng.

Vì vậy, trong một phương án ưu tiên của sáng chế, sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường của chất pha loãng, hoặc nếu chất pha loãng là hỗn hợp các thành phần, thì sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường ban đầu hoặc điểm sôi bình thường cuối cùng của chất pha loãng không quá 15°C , tốt hơn là không quá 10°C , và đặc biệt là không quá 6°C , tại đó điểm sôi bình thường được xác định là điểm sôi ở 1013,25 hPa.

Quy trình của sáng chế có thể được thực hiện bằng cách sử dụng tất cả các quy trình trùng hợp huyền phù đã biết trong công nghiệp ở nhiệt độ trong khoảng từ 40 đến 150°C , tốt hơn là từ 50 đến 130°C và đặc biệt tốt hơn là từ 60 đến 90°C , và ở áp suất từ $0,1$ đến 20 MPa và đặc biệt tốt hơn là từ $0,3$ đến 5 Mpa. Các quy trình kiểu này thường được biết đến bởi những người có kỹ năng trong lĩnh vực.

Quy trình của sáng chế được thực hiện trong tầng lò phản ứng gồm ít nhất hai lò phản ứng polyme hóa được lắp đặt nối tiếp nhau. Tầng lò phản ứng bao gồm một lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa tiếp theo. Các lò phản ứng này không bị giới hạn ở bất kỳ thiết kế cụ thể nào, tuy nhiên, tốt hơn là các lò phản ứng này là lò phản ứng vòng lặp hoặc lò phản ứng bể khuấy. Có thể quy trình của sáng chế chỉ được thực hiện trong một tầng gồm hai lò phản ứng, lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và lò phản ứng polyme hóa thứ hai đóng vai trò là lò phản ứng tiếp theo. Tuy nhiên, cũng có thể có hai hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa tiếp theo được bố trí ở giai đoạn sau (downstream) của lò phản ứng polyme hóa thứ nhất. Tốt hơn là, các điều kiện trùng hợp khác nhau được thiết lập trong mỗi lò phản ứng polyme hóa. Tầng lò phản ứng cũng có thể bao gồm một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa khác như lò phản ứng tiền trùng hợp ở giai đoạn đầu (upstream) của lò phản ứng polyme hóa thứ nhất.

Trong một phương án ưu tiên của sáng chế này, homopolyme etylen được điều chế

trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và copolyme etylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo. Để có thể điều chế homopolyme etylen trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, thì không được cấp comonome nào vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất đó, dù là cấp trực tiếp vào hay dưới dạng thành phần của dòng cấp liệu hoặc dòng tái chế mà được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng. Nếu tầng lò phản ứng bao gồm một hoặc nhiều lò phản ứng tiền trùng hợp, thì tốt hơn là tiến hành tiền trùng hợp mà không cho thêm comonome.

Tốt nhất là các lò phản ứng polyme hóa của quy trình của sáng chế là các lò phản ứng đơn. Tuy nhiên, cũng có thể, đặc biệt là đối với lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, có hai hoặc nhiều lò phản ứng, được bố trí song song hoặc nối tiếp, hoạt động trong các điều kiện giống hệt nhau hoặc trong các điều kiện về cơ bản giống hệt nhau và hoạt động như lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của quy trình của sáng chế.

Trong một phương án ưu tiên của sáng chế, copolyme etylen đa phương thức theo sáng chế được điều chế trong tầng của lò phản ứng thứ nhất và một lò phản ứng polyme hóa tiếp theo, trong đó polyetylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất là homopolyme etylen, tốt hơn là homopolyme etylen có khối lượng phân tử lượng thấp, và polyetylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo là copolyme etylen, tốt hơn là copolyme có khối lượng phân tử lượng cao. Tốt hơn là copolyme etylen đa phương thức thu được bao gồm từ 35 đến 65 % khối lượng homopolyme etylen điều chế được trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và từ 35 đến 65 % khối lượng copolyme etylen điều chế được trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo.

Trong một phương án ưu tiên khác của sáng chế, copolyme etylen đa phương thức theo sáng chế được điều chế trong tầng gồm ba lò phản ứng polyme hóa, đó là trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và hai lò phản ứng polyme hóa tiếp theo, trong đó polyetylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất là homopolyme etylen, tốt hơn là homopolyme etylen có khối lượng phân tử lượng thấp, polyetylen được điều chế trong một trong các lò phản ứng polyme hóa tiếp theo là copolyme etylen, tốt hơn là copolyme có khối lượng phân tử lượng cao và polyetylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo còn lại là copolyme etylen có khối lượng phân tử lượng cao, tốt hơn là copolyme có khối lượng phân tử lượng siêu cao. Tốt hơn là các copolyme etylen đa phương thức thu được này bao gồm từ 30 đến 60 % khối lượng, tốt hơn nữa là từ 45 đến 55 % khối lượng homopolyme etylen điều chế được trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, từ 30 đến 65 %

khối lượng, tốt hơn nữa là từ 20 đến 40 % khối lượng copolyme etylen điều chế được trong một lò phản ứng polyme hóa tiếp theo, và từ 1 đến 30 % khối lượng, tốt hơn nữa là từ 15 đến 30 % khối lượng copolyme etylen có khối lượng phân tử lượng cao hơn điều chế được trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo còn lại.

Trong quy trình của sáng chế, huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức hình thành trong tầng lò phản ứng được chuyển vào thiết bị phân tách, trong đó các hạt copolyme etylen đa phương thức được tách ra khỏi môi trường huyền phù. Việc phân tách thành các hạt copolyme etylen đa phương thức và môi trường huyền phù thu hồi này có thể được thực hiện trong tất cả các thiết bị tách thích hợp như máy ly tâm, máy lắng gạn, thiết bị lọc hoặc kết hợp các cách này. Tốt hơn là, thiết bị phân tách là máy ly tâm. Theo một phương án ưu tiên của sáng chế, trước tiên huyền phù mà được rút khỏi tầng lò phản ứng được chuyển vào bình cấp liệu của thiết bị phân tách và được chuyển từ bình cấp liệu của thiết bị phân tách đó đến thiết bị phân tách.

Thông thường, môi trường huyền phù thu hồi bao gồm hơn 80 % khối lượng chất pha loãng. Các thành phần khác của môi trường huyền phù thu hồi là etylen, comonome, alkyl nhôm, hydro và các sản phẩm phản ứng hòa tan như oligome và sáp.

Tốt hơn là, hầu hết môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào tầng lò phản ứng. Tốt hơn là, tất cả các lò phản ứng polyme hóa của tầng lò phản ứng đều được cung cấp các phần tái chế của môi trường huyền phù thu hồi. Tốt hơn là từ 90 đến 99,99 % khối lượng, tốt hơn nữa là từ 95 đến 99,5 % khối lượng, và đặc biệt là từ 98 đến 99 % khối lượng môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào tầng lò phản ứng. Các phần của môi trường huyền phù thu hồi mà không được tái chế vào tầng lò phản ứng bao gồm, ví dụ, phần bơm xả liên tục, khí thoát ra mà có thể được thông hơi để loại bỏ các tạp chất dạng khí của dòng cấp liệu hoặc các sản phẩm phụ dạng khí của quy trình polyme hóa hoặc các sản phẩm phản ứng hòa tan như sáp mà được cố ý loại bỏ khỏi môi trường huyền phù thu hồi.

Tốt hơn là trước hết môi trường huyền phù thu hồi được đưa vào bình thu gom môi trường huyền phù và, để được tái chế vào các lò phản ứng polyme hóa của tầng lò phản ứng, môi trường huyền phù thu hồi đó được rút ra khỏi bình thu gom môi trường huyền phù.

Các hạt copolyme etylen đa phương thức thu được ở thiết bị phân tách thường vẫn còn ướt và tốt hơn là có hàm lượng môi trường huyền phù nằm trong khoảng từ 15 % khối

lượng đến 40 % khối lượng và tốt hơn là từ 20 % khối lượng đến 35 % khối lượng. Các hạt copolyme etylen đa phương thức đã tách ra nên được đưa vào khu sấy khô hai giai đoạn, trong đó môi trường huyền phù còn lại được tách khỏi các hạt copolyme etylen đa phương thức bằng nitor nóng trong các vòng lặp kín. Tốt hơn là các hạt copolyme etylen đa phương thức đã sấy khô được truyền bằng khí nén đến khu đùn ép, trong đó các lượng phụ gia thích hợp được thêm vào và hỗn hợp được nấu chảy, làm đồng nhất và tạo viên. Tốt hơn là, hầu hết các thành phần của môi trường huyền phù mà được tách ra khỏi hạt copolyme etylen đa phương thức trong quá trình sấy khô được thu gom và tái chế vào tầng lò phản ứng.

Trong quy trình của sáng chế, một phần môi trường huyền phù thu hồi được tinh chế trong khu tinh chế để tạo ra các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi. Tinh chế theo sáng chế có nghĩa là chế phẩm được phân tách trong một hoặc nhiều chế phẩm đã phân tách hoặc là một hoặc nhiều thành phần của chế phẩm bị loại bỏ ra khỏi chế phẩm và thu được chế phẩm tinh khiết mà không còn chứa hoặc ít nhất đã loại bỏ được đáng kể (các) thành phần đã loại bỏ. Tuy nhiên, quy trình tinh chế thậm chí có thể tiến xa đến mức các thành phần riêng lẻ của chế phẩm được phân lập. Ví dụ, quy trình tinh chế như vậy có thể bao gồm việc loại bỏ các thành phần của môi trường huyền phù thu hồi mà có điểm sôi thấp hơn đáng kể so với chất pha loãng ra khỏi môi trường huyền phù thu hồi, và/hoặc loại bỏ các thành phần của môi trường huyền phù mà có điểm sôi cao hơn đáng kể so với chất pha loãng, ví dụ như oligome hoặc sáp, ra khỏi môi trường huyền phù thu hồi. Tốt hơn là lượng môi trường huyền phù thu hồi mà đi qua khu tinh chế là từ 1 đến 90 % khối lượng, tốt hơn là từ 5 đến 80 % khối lượng môi trường huyền phù thu hồi mà được tái chế vào tầng lò phản ứng. Trong một phương án ưu tiên của quy trình tinh chế, môi trường huyền phù thu hồi được tách thành hai hoặc nhiều thành phần, những thành phần này được tái chế vào tầng lò phản ứng trong các mạch tái chế riêng lẻ. Sau khi tách, mỗi mạch tái chế riêng lẻ này có thể bao gồm thêm các bước tinh chế. Các thành phần của môi trường huyền phù thu hồi mà có thể được tái chế vào tầng lò phản ứng trong các mạch tái chế riêng lẻ, ngoài chất pha loãng, có thể là etylen và comonome. Các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi có thể được chuyển đến bất kỳ lò phản ứng nào của tầng lò phản ứng.

Tốt hơn là, quy trình sản xuất thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước làm bay hơi một phần môi trường huyền phù thu hồi và sau đó là cô đặc lại phần đã bay hơi của môi trường huyền phù. Thông thường, phần bay hơi của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm etylen, hydro, các comonome có điểm sôi thấp hơn hoặc tương

tự so với chất pha loãng, và các phần chất pha loãng đã sử dụng. Điều này có nghĩa là, ví dụ, khi n-hexan hoặc hỗn hợp các đồng phân hexan được sử dụng làm chất pha loãng và 1-buten được sử dụng làm comonome, thì phần lớn 1-buten có trong môi trường huyền phù thu hồi tạo thành một phần của phần bay hơi của môi trường huyền phù. Tốt hơn là, hầu hết phần bay hơi của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa trong các mạch tái chế riêng lẻ, tốt hơn là sau khi đã đi qua một hoặc nhiều bước tinh chế tiếp theo.

Trong một số phương án ưu tiên đặc biệt của sáng chế, quy trình sản xuất thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước chưng cất. Tốt hơn là, thành phần có điểm sôi thấp hơn thu được từ quá trình chưng cất bao gồm etylen, hydro, các comonome có điểm sôi thấp hơn hoặc tương tự so với chất pha loãng, và các phần chất pha loãng đã sử dụng. Điều đó có nghĩa là, ví dụ, khi n-hexan hoặc hỗn hợp các đồng phân hexan được sử dụng làm chất pha loãng và 1-buten được sử dụng làm comonome, thì phần lớn 1-buten có trong môi trường huyền phù thu hồi tạo thành một phần của thành phần có điểm sôi thấp hơn thu được từ quá trình chưng cất. Tốt hơn là, hầu hết thành phần có điểm sôi thấp hơn thu được từ quá trình chưng cất được tái chế vào một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa trong các mạch tái chế riêng lẻ, tốt hơn là sau khi đã đi qua một hoặc nhiều bước tinh chế tiếp theo.

Tốt hơn là, thành phần có điểm sôi cao hơn thu được từ quá trình chưng cất bao gồm phần lớn chất pha loãng và các comonome có điểm sôi tương tự hoặc cao hơn điểm sôi của chất pha loãng đã sử dụng. Tốt hơn là, hầu hết thành phần có điểm sôi cao hơn thu được từ quá trình chưng cất được tái chế vào một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa, tốt hơn là sau khi đã đi qua một hoặc nhiều bước tinh chế tiếp theo.

Tốt hơn là, quy trình sản xuất các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi trong khu tinh chế bao gồm bước loại bỏ sáp. Sáp lấy ra từ quy trình polyme hóa có thể được đốt cháy để tạo ra năng lượng hoặc có thể được bán dưới dạng sản phẩm phụ của quy trình polyme hóa.

Quy trình sản xuất các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi có thể bao gồm thêm các bước tinh chế, chẳng hạn như, tinh chế bằng cách hấp phụ, tinh chế bằng cách hấp thụ hoặc tinh chế bằng quy trình tinh chế màng.

Trong quy trình của sáng chế, ít nhất một số hoặc một phần các thành phần tinh khiết

của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng. Các thành phần của môi trường huyền phù thu hồi mà tốt hơn là được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng là chất pha loãng và etylen. Các thành phần này tốt hơn là được tái chế trong các mạch tái chế riêng lẻ.

Tốt hơn là, từ 5 đến 70 % khối lượng của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế dưới dạng thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng, tốt hơn là từ 10 đến 60 % khối lượng và đặc biệt là từ 15 đến 50 % khối lượng của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng.

Theo quy trình của sáng chế, các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, bao gồm chất pha loãng, trải qua quá trình hydro hóa có xúc tác trước khi được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất. Hydro hóa có xúc tác là một phản ứng hóa học trong đó hợp chất hóa học không no phản ứng với hydro khi có mặt chất xúc tác hydro hóa. Các hợp chất hóa học không no mà có thể có trong môi trường huyền phù sẽ được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất có thể là các hợp chất hóa học khác nhau được đưa vào tầng lò phản ứng dưới dạng tạp chất của dòng cấp liệu hoặc được hình thành trong các phản ứng phụ của quy trình polyme hóa. Tuy nhiên, các phần chính của hợp chất hóa học không no mà được hydro hóa theo sáng chế này là etylen còn lại và chủ yếu là comonome hoặc các comonome.

Quá trình hydro hóa có xúc tác có thể được thực hiện ở pha lỏng hoặc ở pha khí và tốt hơn là được thực hiện ở pha lỏng.

Để làm chất xúc tác hydro hóa, có thể sử dụng các chất xúc tác thông thường cho quá trình hydro hóa, ví dụ chất xúc tác gốc platin (bạch kim), paladi, rodi hoặc các kim loại chuyển tiếp như molybden, vonfram, crom hoặc sắt, coban, đồng và niken, có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp, thường được dùng cho các vật liệu hỗ trợ như than hoạt tính, gốm sứ, v.v. Quá trình hydro hóa thường được thực hiện ở nhiệt độ từ 50 đến 300°C, tốt hơn là từ 100 đến 250°C.

Ví dụ về chất xúc tác hydro hóa cho quá trình hydro hóa ở pha khí là các chế phẩm gốc platin hoặc paladi, đặc biệt được ưu tiên là platin hoặc paladi trên alumin (alumina). Ví dụ về chất xúc tác hydro hóa cho phương pháp hydro hóa ở pha lỏng là chất xúc tác gốc coban hoặc niken được hoạt hóa bằng các tri-alkyl nhôm, chẳng hạn như coban (axetyl-

axetonat) hoặc niken (octanoat); chất xúc tác rhodi như chất xúc tác Wilkinson ($\text{Rh}(\text{PPh}_3)_3\text{Cl}$); chất xúc tác rutheni, chẳng hạn như $\text{Ru}(\text{H})\text{Cl}(\text{PPh}_3)_3$. Ngoài ra, có thể sử dụng các chất xúc tác platin, platin oxit hoặc paladi không đồng nhất làm huyền phù trong môi trường phản ứng. Các chất xúc tác hydro hóa có thể được sử dụng cho phương pháp 1) và 2) được mô tả trong “Catalytic Hydrogenation” (Hydro hóa có xúc tác) (R.L. Augustine, nhà xuất bản Dekker, New York, 1965) và trong “Advanced Organic Chemistry” (Hóa học hữu cơ nâng cao), 4 th Edition, trang 771-780 (J. March, nhà xuất bản Wiley, New York, 1992).

Trong một phương án ưu tiên của sáng chế, một phần môi trường huyền phù thu hồi được tái chế trực tiếp vào lò phản ứng polyme hóa tiếp theo. Tốt hơn là, tất cả các lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng đều được cung cấp các phần tái chế trực tiếp của môi trường huyền phù thu hồi. Điều đó có nghĩa là, tốt hơn là các phần của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai và các lò phản ứng polyme hóa tiếp theo tùy chọn mà vẫn có chứa, bên cạnh chất pha loãng, etylen không phản ứng và các comonome, các chất xúc tác hoặc chất khử như alkyl nhôm, các chất trợ phản ứng hòa tan như hydro và các sản phẩm phản ứng hoàn tan của phản ứng polyme hóa như oligome hoặc sáp. Việc tái chế trực tiếp môi trường huyền phù đã phân tách giúp tiết kiệm nỗ lực xử lý vật liệu và cho phép tái sử dụng chất đồng xúc tác và comonome hoặc các comonome có sẵn, do đó giảm được chi phí vận hành tổng thể. Tốt hơn là từ 10 đến 99 % khối lượng, và tốt hơn nữa là từ 20 đến 95 % khối lượng của môi trường huyền phù thu hồi được tái chế thẳng vào tầng lò phản ứng.

Tốt hơn là, chất pha loãng mới mà được đưa vào tầng lò phản ứng để thay thế lượng chất pha loãng thất thoát không được cấp thẳng vào một trong các lò phản ứng polyme hóa mà được cấp vào thành phần của khu tinh chế hoặc được thêm vào phần môi trường huyền phù thu hồi mà được chuyển vào khu tinh chế.

Quy trình của sáng chế cho phép sản xuất copolyme etylen đa phương thức có sự kết hợp tốt giữa đặc tính sản phẩm và tình trạng có thể xử lý trong một tầng lò phản ứng trong các điều kiện có lợi về mặt kinh tế vì môi trường huyền phù thu hồi được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng không có chứa comonome và vì vậy có thể tạo ra homopolyme etylen trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và tuy nhiên sử dụng các thành phần tái chế của môi trường huyền phù để tạo thành các phần chính của môi trường

huyền phù trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất.

Trong một phương án ưu tiên của sáng chế, huyền phù của các hạt polyetylen mà được rút khỏi lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được đưa vào thiết bị phân tách, trong đó một phần môi trường huyền phù được tách ra khỏi huyền phù và được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và huyền phù đậm đặc của các hạt polyetylen được chuyển vào lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng. Các thiết bị phân tách thích hợp để tách một phần môi trường huyền phù khỏi huyền phù mà được lấy ra từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất có thể là máy ly tâm, thiết bị lọc, bình xyclon, thiết bị cô đặc (thiết bị làm đặc) hoặc kết hợp các cách đó. Bằng cách tái chế một phần môi trường huyền phù của huyền phù mà được lấy ra khỏi lò phản ứng polyme hóa thứ nhất thẳng trở lại lò phản ứng polyme hóa thứ nhất đó, lượng thành phần đã hydro hóa của môi trường huyền phù thu hồi mà cần thiết để thay thế huyền phù rút ra khỏi lò phản ứng polyme hóa thứ nhất sẽ giảm và do đó chi phí vận hành một quy trình như vậy giảm đi.

Trong một phương án ưu tiên khác của sáng chế này, tầng lò phản ứng bao gồm ít nhất ba lò phản ứng polyme hóa và không chỉ huyền phù chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất sang lò phản ứng polyme hóa thứ hai đi qua thiết bị phân tách mà huyền phù chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ hai sang lò phản ứng polyme hóa thứ ba cũng đi qua thiết bị phân tách. Bằng cách tái chế một phần môi trường huyền phù của huyền phù rút ra từ lò phản ứng polyme hóa thứ hai thẳng trở lại lò phản ứng polyme hóa thứ hai, lượng môi trường huyền phù chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ hai sang lò phản ứng thứ ba được giảm xuống mức tối thiểu và do đó lượng comonome chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ hai sang lò phản ứng thứ ba được giảm xuống mức tối thiểu. Phương pháp này thích hợp hơn khi sử dụng các comonome khác nhau trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai và thứ ba hoặc khi sử dụng hỗn hợp comonome của một chế phẩm khác trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai và thứ ba. Một ví dụ về nó có thể là sử dụng chủ yếu 1-buten làm comonome trong lò phản ứng polyme hóa thứ hai và sử dụng chủ yếu 1-hexen làm comonome trong lò phản ứng polyme hóa thứ ba, hoặc ngược lại.

Hình 1 cho thấy sơ đồ thiết lập để điều chế copolyme etylen đa phương thức theo quy trình của sáng chế này, trong đó quá trình polyme hóa diễn ra trong một tầng gồm ba lò phản ứng.

Để polyme hóa olefin trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất (1) ở dạng huyền phù,

các thành phần tinh khiết đã tái chế của môi trường huyền phù thu hồi được cấp vào lò phản ứng (1) qua đường cấp liệu (2). Các thành phần còn lại của hỗn hợp phản ứng như chất xúc tác, etylen, comonome có thể có và chất trợ polyme hóa được cấp vào lò phản ứng thông qua một hoặc nhiều đường cấp liệu (3). Kết quả của quá trình polyme hóa trong lò phản ứng (1) là huyền phù của các hạt polyetylen rắn trong môi trường huyền phù được tạo thành. Huyền phù này được cấp qua đường (4) vào thiết bị phân tách (5), trong đó huyền phù tạo thành trong lò phản ứng (1) được tách thành huyền phù đậm đặc, được chuyển qua đường (6) vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai (7), và môi trường huyền phù lỏng, được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất (1) qua đường (8).

Trong lò phản ứng polyme hóa (7), quá trình polyme hóa tiếp tục xảy ra. Môi trường huyền phù thu hồi đã được tái chế trực tiếp được cấp vào lò phản ứng (7) qua các đường (21), (22) và (24) và các thành phần tinh khiết đã tái chế của môi trường huyền phù thu hồi có thể được cấp vào lò phản ứng (7) qua các đường (41) và (24). Etylen mới, comonome hoặc các thành phần khác của hỗn hợp phản ứng có thể được cấp vào lò phản ứng (7) thông qua một hoặc nhiều đường cấp liệu (9). Sau đó, huyền phù của lò phản ứng (7) được cấp qua đường (10) đến lò phản ứng polyme hóa thứ ba (11), trong đó quá trình polyme hóa bổ sung được thực hiện. Môi trường huyền phù thu hồi đã được tái chế trực tiếp được cấp vào lò phản ứng (11) qua các đường (21) và (23) và các thành phần tinh khiết đã tái chế của môi trường huyền phù thu hồi có thể được cấp vào lò phản ứng (11) qua các đường (41) và (22). Một hoặc nhiều đường cấp liệu (12) cho phép cấp bổ sung etylen, comonome hoặc các thành phần khác của hỗn hợp phản ứng vào lò phản ứng (11).

Huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức dạng rắn được tạo thành trong lò phản ứng (11) được chuyển liên tục qua đường (13) đến bình cấp liệu của thiết bị phân tách (14). Sau đó huyền phù được đưa qua đường (15) đến máy ly tâm (16), tại đây huyền phù được tách ra trong các hạt copolyme etylen đa phương thức dạng rắn và môi trường huyền phù thu hồi dạng lỏng. Các hạt copolyme etylen đa phương thức đã phân lập được dẫn qua đường (17) đến máy sấy (không được thể hiện) và sau đó đến bộ phận tạo viên (không được thể hiện).

Môi trường huyền phù thu hồi được chuyển qua đường (18) đến bình thu gom môi trường huyền phù (19). Từ đó, môi trường huyền phù thu hồi có thể được tái chế bằng máy bơm (20) qua đường (21) và (22) và đường (23) và (24) vào lò phản ứng polyme hóa (7) và/hoặc lò phản ứng polyme hóa (11).

Một phần của môi trường huyền phù thu hồi được phân nhánh ra khỏi đường (21) và được chuyển qua đường (25) đến khu tinh chế có chứa thiết bị bay hơi (26), cột chưng cất (34) và bộ phận hấp phụ (37). Môi trường huyền phù thu hồi mà được phân nhánh qua đường (21) được chuyển vào thiết bị bay hơi (26). Các phần có điểm sôi cao hơn của môi trường huyền phù thu hồi được rút khỏi đáy của thiết bị bay hơi (26) qua đường (27) và được chuyển sang bình tách sáp (28). Sáp lỏng được rút từ đáy của bình tách sáp (28) qua đường (29) và được chuyển đến bộ phận đốt (không được hiển thị), ví dụ: để tạo ra hơi nước hoặc chuyển đến bộ phận làm rắn (không được thể hiện) để được bán. Một phần khí được rút ra từ đỉnh của bình tách sáp (28) qua đường (30), đi qua bộ trao đổi nhiệt (31) để được ngưng tụ và gửi qua đường (25) để quay trở lại thiết bị bay hơi (26).

Các phần của môi trường huyền phù thu hồi mà được làm bay hơi trong thiết bị bay hơi (26) được rút khỏi đỉnh của thiết bị bay hơi (26) qua đường (32), đi qua bộ trao đổi nhiệt (33) để được ngưng tụ và chuyển vào cột chưng cất (34). Các thành phần có điểm sôi thấp được rút khỏi đỉnh của cột chưng cất (34) qua đường (35). Khi vận hành quá trình polyme hóa trong các lò phản ứng (1), (7) và (11) với 1-buten làm comonome, 1-buten được rút qua đường (35) và chuyển vào bộ phận thu hồi 1-buten (không được hiển thị) để tinh chế 1-buten và tái chế 1-buten vào một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa của tầng lò phản ứng.

Dòng đáy của cột chưng cất (34) được chuyển qua đường (36) đến bộ phận hấp phụ (37) để loại bỏ các tạp chất phân cực. Sau khi đi qua bộ phận hấp phụ (37), phần của dòng đáy mà sẽ được tái chế vào các lò phản ứng polyme hóa (7) và (11) được chuyển qua đường (38) đến bình thu gom dòng đáy (39). Từ đó, dòng đáy được tái chế bằng máy bơm (40) qua đường (41) và các đường (23) và (24) vào lò phản ứng polyme hóa (7) và/hoặc lò phản ứng polyme hóa (11).

Phần dòng đáy mà sẽ được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất (1), được chuyển, sau khi đã đi qua bộ phận hấp phụ (37), qua đường (42) đến bộ phận hydro hóa có xúc tác (43). Dòng đáy đã hydro hóa được chuyển qua đường (44) đến bình thu gom dòng đáy đã hydro hóa (45). Từ đó, dòng đáy đã hydro hóa được tái chế bằng máy bơm (46) qua đường (2) vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất (1).

Để thay thế lượng chất pha loãng bị thất thoát, ví dụ, do xả chất pha loãng cùng với các hạt copolyme etylen đa phương thức và không thu hồi hoàn toàn chất pha loãng đó trong quá trình sấy khô các hạt copolyme etylen đa phương thức, chất pha loãng mới được cấp vào

khu tinh chế qua đường (47).

Sáng chế cũng đề xuất thiết bị để polyme hóa monome olefin ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng bao gồm:

- ít nhất hai lò phản ứng polyme hóa nối tiếp nhau tạo thành tầng lò phản ứng,
- thiết bị phân tách để tách huyền phù trong các hạt polyolefin và môi trường huyền phù thu hồi,
- đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin trong môi trường huyền phù từ một lò phản ứng polyme hóa của tầng lò phản ứng đến lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng và từ lò phản ứng polyme hóa cuối cùng của tầng lò phản ứng đến thiết bị phân tách, và
- đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng,

trong đó, đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được trang bị bộ phận hydro hóa có xúc tác.

Tốt hơn là, đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng được trang bị thiết bị phân tách để tách một phần môi trường huyền phù khỏi huyền phù chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng, và thiết bị này còn bao gồm đường tái chế để tái chế môi trường huyền phù mà được tách ra khỏi huyền phù trong thiết bị phân tách lắp đặt giữa lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế copolyme etylen đa phương thức ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng gồm có lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và một hoặc nhiều lò phản ứng polyme hóa tiếp theo bao gồm các bước:

polyme hóa, trong tầng lò phản ứng, etylen và một hoặc nhiều C_3-C_{12} -1-alken ở nhiệt độ từ 40 đến 150°C và áp suất từ 0,1 đến 20 MPa với sự có mặt của chất xúc tác trùng hợp và tạo thành huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức trong môi trường huyền phù gồm có chất pha loãng,

chuyển huyền phù của các hạt copolyme etylen đa phương thức này vào thiết bị phân tách, trong đó huyền phù được tách thành các hạt copolyme etylen đa phương thức và môi trường huyền phù thu hồi,

tinh chế một phần môi trường huyền phù thu hồi trong khu tinh chế để tạo ra các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi, và

tái chế ít nhất một số hoặc một phần các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng,

trong đó các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi mà được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, bao gồm chất pha loãng, trải qua quá trình hydro hóa có xúc tác trước khi được đưa vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi mà được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất, chiếm từ 5 đến 70 % khối lượng môi trường huyền phù thu hồi.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó homopolyme etylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa thứ nhất và copolyme etylen được điều chế trong lò phản ứng polyme hóa tiếp theo.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome được cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường của chất pha loãng, hoặc nếu chất pha loãng là hỗn hợp các thành phần, thì sự chênh lệch giữa điểm sôi bình thường của một trong các comonome được cấp vào tầng lò phản ứng và điểm sôi bình thường ban đầu hoặc điểm sôi bình thường cuối cùng của chất pha loãng không quá 15°C, điểm sôi bình thường được xác định là điểm sôi ở 1013,25 hPa.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó copolyme etylen đa phương thức là copolyme etylen-1-hexen.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó copolyme etylen đa phương thức bao gồm ít nhất hai comonome.
7. Quy trình theo điểm 6, trong đó copolyme etylen đa phương thức bao gồm ít nhất 1-hexen và 1-buten làm comonome.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó một phần môi trường huyền phù thu hồi được tái chế trực tiếp vào lò phản ứng polyme hóa tiếp theo.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó quy trình sản xuất phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước làm bay hơi một phần môi trường huyền phù thu hồi và sau đó ngưng tụ lại phần đã bay hơi của môi trường huyền phù.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó quy trình sản xuất phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước chưng cất.
11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 10, trong đó quy trình sản xuất các thành phần tinh khiết của môi trường huyền phù thu hồi bao gồm bước loại bỏ sáp.
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó huyền phù của các hạt polyetylen mà được rút khỏi lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được đưa vào thiết bị phân tách, trong đó một phần môi trường huyền phù được tách ra khỏi huyền phù và được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và huyền phù đậm đặc của các hạt polyetylen được chuyển vào lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng.
13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó tầng lò phản ứng bao gồm ít nhất 3 lò phản ứng polyme hóa và huyền phù của các hạt polyetylen mà được rút khỏi lò phản ứng polyme hóa thứ hai được đưa vào thiết bị phân tách, trong đó một phần môi trường huyền phù được tách ra khỏi huyền phù và được tái chế vào lò phản ứng polyme hóa thứ hai và huyền phù đặc của các hạt polyetylen được chuyển vào lò phản ứng polyme hóa thứ ba.
14. Thiết bị để polyme hóa monome olefin ở dạng huyền phù trong tầng lò phản ứng bao gồm:
 - ít nhất hai lò phản ứng polyme hóa nối tiếp nhau tạo thành một tầng lò phản ứng,

- thiết bị phân tách để tách huyền phù trong các hạt polyolefin và môi trường huyền phù thu hồi,

- đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin trong môi trường huyền phù từ một lò phản ứng polyme hóa của tầng lò phản ứng đến lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng và từ lò phản ứng polyme hóa cuối cùng của tầng lò phản ứng đến thiết bị phân tách, và

- đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng,

trong đó, đường tái chế để tái chế các phần của môi trường huyền phù thu hồi vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng được trang bị bộ phận hydro hóa có xúc tác.

15. Thiết bị theo điểm 14, trong đó đường vận chuyển để chuyển huyền phù của các hạt polyolefin từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng được trang bị thiết bị phân tách để tách một phần môi trường huyền phù khỏi huyền phù được chuyển từ lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng sang lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng, và thiết bị này còn bao gồm đường tái chế để tái chế môi trường huyền phù mà được tách từ huyền phù trong thiết bị phân tách được lắp đặt giữa lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng và lò phản ứng polyme hóa tiếp theo của tầng lò phản ứng vào lò phản ứng polyme hóa thứ nhất của tầng lò phản ứng.

1/1

Hình 1

