

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 204**

51 Int. Cl.:

B01J 19/00 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.08.2005** **E 05793050 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015** **EP 1786553**

54 Título: **Método y sistema para reducir el ensuciamiento del reactor de polimerización**

30 Prioridad:

27.08.2004 US 928047

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.04.2015

73 Titular/es:

CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL COMPANY LP
(100.0%)
10001 SIX PINES DRIVE
THE WOODLANDS, TX 77380, US

72 Inventor/es:

SHAW, BENJAMIN, M.;
HOTTOVY, JOHN, D. y
ZELLERS, DALE, A.

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 534 204 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método y sistema para reducir el ensuciamiento del reactor de polimerización.

Campo técnico

La presente invención se refiere generalmente a la producción de poliolefinas y, más específicamente, a la reducción y/o prevención de ensuciamiento en reactores de poliolefina.

Antecedentes de la técnica

Esta sección está prevista para introducir al lector en los aspectos de la técnica que pueden estar relacionados con aspectos de la presente invención, que se describen y/o se reivindican a continuación. Esta exposición se cree que es útil para proporcionar al lector los antecedentes para facilitar un mejor entendimiento de los diversos aspectos de la presente invención. Por consiguiente, debe entenderse que estas afirmaciones se van a leer a esta luz, y no como reconocimientos de la técnica anterior.

Como las tecnologías química y petroquímica han avanzado, los productos de estas tecnologías se han extendido cada vez más en la sociedad. En particular, como las técnicas para unir bloques de construcción molecular sencillos en cadenas más largas (o polímeros) han avanzado, los productos poliméricos, típicamente en forma de diversos plásticos, se han incorporado cada vez más en diversos artículos diarios. Por ejemplo, los polímeros de poliolefina, tales como polietileno, polipropileno, y sus copolímeros, se usan para el envasado para venta al por menor y productos farmacéuticos, envasado de comida y bebida (tal como botellas de zumo y refrescos), contenedores domésticos (tales como cubos y cajas), artículos domésticos (tales como electrodomésticos, mobiliario, alfombras y juguetes), componentes de automóviles, tuberías, conductos, y diversos productos de consumo e industriales distintos.

Un beneficio de la construcción de poliolefina, como puede deducirse de la lista de usos anterior, es que es generalmente no reactiva con bienes o productos con los que está en contacto además de con el medioambiente. Esta propiedad permite que los productos de poliolefina se usen en muchos contextos residenciales, comerciales e industriales, que incluyen almacenaje y transporte de comida y bebida, sistemas electrónicos de consumo, agricultura, transporte y construcción de vehículos. La amplia variedad de usos residenciales, comerciales e industriales para las poliolefinas se ha traducido en una sustancial demanda de poliolefina en bruto que puede extrudirse, inyectarse, soplarse o conformarse de otra forma en un producto o componente consumible final.

La poliolefina en bruto se produce típicamente a granel mediante instalaciones petroquímicas, que tienen fácil acceso a monómeros, tales como etileno, que sirven como los bloques de construcción molecular de las poliolefinas que se producen. La reacción de polimerización en sí misma es exotérmica, o generadora de calor, y se realiza típicamente en sistemas cerrados donde la temperatura y presión pueden regularse para producir poliolefinas que tienen las propiedades deseadas.

Sin embargo, en algunas circunstancias un reactor de poliolefina puede ensuciarse, tal como cuando el producto polimerizado se forma en las paredes del reactor o cuando el producto no puede mantenerse como una lechada. Dicha suciedad puede dar por resultado una pérdida de transferencia de calor, tal como debido a una reducción en la circulación o eficiencia reducida a una interconexión del intercambiador de calor, que puede perjudicar o invalidar completamente la capacidad para mantener la temperatura deseada en el reactor. Un ensuciamiento del reactor puede también dar por resultado una reducción en la circulación de los contenidos del reactor y/o una variación del porcentaje deseado de sólidos (medido en volumen o en peso) del efluente del reactor. En el caso que un ensuciamiento del reactor diera por resultado desviaciones de las condiciones de reacción deseadas, el producto polimérico producido durante dicho ensuciamiento del reactor podrían no contar con las especificaciones deseadas; esto es, el producto podría estar "fuera de especificación". En situaciones de ensuciamiento extremas o desmedidas, el control de la reacción puede perderse totalmente, y el reactor podría taparse con polímero, necesitando de una a tres semanas para limpiarlo, tiempo durante el cual el reactor no podría operarse.

Un ensuciamiento del reactor puede darse debido a una variedad de factores diferentes, dependiendo del tipo de sistema de polimerización y circunstancias. Dependiendo del tipo de ensuciamiento del reactor, las indicaciones externas de que dicho ensuciamiento existe pueden incluir desviaciones de la temperatura de reacción establecida o demanda aumentada en el sistema de refrigeración para mantener el valor de temperatura establecida. De forma similar, un aumento en el diferencial de temperatura entre la temperatura de entrada del refrigerante y la temperatura del reactor puede ser indicativo de ciertos tipos de ensuciamientos del reactor, tal como los que interfieren con la transferencia de calor a través de las paredes de reactor. Otra indicación externa de un ensuciamiento puede ser una carga motora aumentada cuando la bomba intenta mantener una velocidad en el reactor suficiente para mantener las partículas de polímero y catalizador suspendidas o intenta compensar la restricción u obstrucción de la ruta de flujo. De forma similar, un alto diferencial de presión puede observarse en la bomba y puede indicar la presencia de algunos ensuciamientos.

Por ejemplo, el ensuciamiento por copolímero puede darse cuando la temperatura del reactor cae por encima de la "curva de ensuciamiento", que describe los intervalos de temperatura del reactor adecuados para producir las

poliolefinas que tienen una densidad deseada. Dicha desviación puede dar por resultado al hinchamiento de las partículas poliméricas y una tendencia aumentada a que las partículas se aglomeren en partículas más grandes, pudiendo aumentar ambas el volumen de polímero en el reactor. El mayor porcentaje en volumen de sólidos puede dar por resultado un lecho móvil de polímero más que una lechada, lo que disminuye la velocidad de circulación.

5 Para compensar, la bomba de circulación del reactor debe trabajar más duro para propulsar el fluido y las partículas, dando por resultado una alta carga motora y un alto diferencial de presión, es decir, ΔP .

De manera similar, una condición conocida como un "ensuciamiento por sólidos" puede darse en el que la circulación de los reactivos y el producto en el reactor se interrumpe o degrada. Por ejemplo, cuando los sólidos del reactor y las concentraciones de etileno son demasiado altos, pueden formarse partículas poliméricas grandes que

10 pueden tapar las válvulas de toma continua u otras válvulas o conductos de salida. Las partículas poliméricas grandes pueden también sedimentarse de la lechada en el reactor, donde puede restringir el flujo de lechada. Además, las partículas poliméricas grandes aumentan el porcentaje en volumen de sólidos en el reactor, aumentando la resistencia de flujo de la lechada y llevando una alta carga motora correspondiente y un alto ΔP mientras la bomba de circulación del reactor compensa la resistencia aumentada.

15 Un aumento en partículas finas de polímero, es decir, "finos", puede también dar por resultado una forma de ensuciamiento. En particular, un número aumentado de finos aumenta la viscosidad de la lechada debido al aumento correspondiente en el área superficial de la partícula. Para compensar el aumento en viscosidad, la bomba de circulación del reactor debe trabajar más, dando por resultado una carga motora e ΔP mayores. En estas situaciones, si la bomba es incapaz de compensar, la transferencia de calor a través de las paredes del reactor

20 puede afectarse y/o las partículas poliméricas pueden sedimentarse de la lechada.

Otro tipo de ensuciamiento que puede darse, dependiendo del medio de reacción, es el ensuciamiento estático. El ensuciamiento estático se asocia típicamente con finos y/o catalizadores que permanecen en la pared del reactor mediante electricidad estática. Las partículas de catalizador y el catalizador en los finos facilitan la polimerización a lo largo de la pared del reactor, dando por resultado una película o capa de polímero que crece en la pared del

25 reactor. Mientras la capa de polímero crece, disminuye la transferencia de calor del reactor al refrigerante del reactor. La pérdida de transferencia de calor que resulta de la capa de polímero puede dar por resultado una disminución de la temperatura del refrigerante a la entrada para mantener la velocidad de producción deseada. Como resultado, el diferencial de temperatura, es decir, la extensión, entre la temperatura de entrada del refrigerante y la temperatura del reactor puede aumentar. Además, la capa de polímero restringe el flujo de lechada a lo largo de

30 la pared del reactor, dando por resultado una carga de motor e ΔP aumentados en la bomba de circulación.

Como podría esperarse, un ensuciamiento del reactor puede indicarse por alguno o todos los factores mencionados anteriormente. Por ejemplo, una tasa de transferencia de calor en disminución, un diferencial de temperatura en aumento, una carga del motor aumentada, y/o un ΔP aumentado pueden indicar la presencia o desarrollo de un ensuciamiento del reactor. En respuesta a estos indicadores, una respuesta rápida se necesita típicamente para recuperar el control de la reacción. Dependiendo del ensuciamiento, dichas respuestas pueden incluir el ajuste de la temperatura del reactor, el aumento de la velocidad de adición de diluyente (tal como isobutano), disminución de la velocidad de adición de monómero, adición de agentes anti-estáticos, y/o disminución de la velocidad de adición de catalizador. Si el control de la reacción no puede recuperarse, puede ser necesario matar o moderar la reacción para evitar que el reactor se tape con el polímero.

40 En vista del tiempo de respuesta limitado que puede proporcionarse por los indicadores de ensuciamiento disponibles, puede ser deseable evitar que se desarrollen los ensuciamientos. De forma alternativa, en el punto en que los ensuciamientos no pueden eliminarse, sería deseable proporcionar más avisos de un ensuciamiento inminente de manera que puedan emplearse respuestas menos drásticas para abordar el ensuciamiento.

Breve descripción de los dibujos

45 Las ventajas de la invención pueden ser evidentes al leer la siguiente descripción detallada y por las referencias a los dibujos en que:

La Fig. 1 representa un reactor de lechada en bucle según la presente técnica;

La Fig. 2 es una tabla que representa intervalos de tamaño de granalla esponjada como una función del tamaño de catalizador;

50 La Fig. 3 representa una vista transversal de un segmento de reactor de poliolefina que incluye una larga parte de transición de flujo, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

La Fig. 4 representa una vista transversal de un segmento de reactor de poliolefina que incluye un derivador de flujo central, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

55 La Fig. 5 representa una vista transversal de un segmento de reactor de poliolefina que incluye múltiples impulsores, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

La Fig. 6 representa un reactor de lechada en bucle configurado para control de temperatura manual en base a las medidas de temperatura obtenidas en puntos calientes de reactor local, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

5 La Fig. 7 representa un reactor de lechada en bucle configurado para control de temperatura automática en base a las medidas de temperatura obtenidas en puntos calientes del reactor local, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

La Fig. 8 es un gráfico que representa un periodograma con trazas duales de acuerdo con la presente técnica;

La Fig. 9 representa un reactor de lechada en bucle configurado para respuesta manual a un indicador predictivo derivado estadísticamente de un ensuciamiento, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

10 La Fig. 10 representa un reactor de lechada en bucle configurado para respuesta automática a un indicador predictivo derivado estadísticamente de un ensuciamiento, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

La Fig. 11 es un diagrama de bloque que ilustra las etapas en el procesado posterior de poliolefinas producidas en un reactor de polimerización, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica.

Mejor modo para llevar a cabo la invención

15 Una o más realizaciones específicas de la presente invención se describirán a continuación. En un esfuerzo para proporcionar una descripción concisa de estas realizaciones, no todas las características de una implementación real se describen en la memoria. Se apreciaría que en el desarrollo de cualquier implementación real, como en cualquier proyecto de ingeniería o diseño, deben tomarse numerosas decisiones específicas de la implementación para alcanzar las metas específicas de los desarrolladores, tal como el cumplimiento con las limitaciones relacionadas con el sistema y relacionadas con el negocio, que pueden variar de una implementación a otra. Además, se apreciaría que dicho esfuerzo de desarrollo sería complejo y consumidor de tiempo, aunque sería sin embargo un proyecto rutinario de diseño, fabricación y manufactura para los expertos que tienen el beneficio de esta descripción.

25 Las presentes técnicas se dirigen a la detección y reducción y/o prevención de ensuciamientos en reactores de polimerización de poliolefina. En particular, la prevención de ensuciamientos del reactor controlando el tamaño de partícula de polímero y/o controlando la reacción de polimerización en base a lecturas de alta temperatura se trata inicialmente. Además, se trata la detección de ensuciamientos de reactor inminentes que usan métodos estadísticos, tal como periodogramas. Una vez detectados, dichos ensuciamientos de reactor inminentes pueden evitarse usando ajustes relativamente menores. Los métodos estadísticos pueden usarse también para evaluar catalizadores por una tendencia a ensuciarse.

30 Las presentes técnicas pueden implementarse en conjunto con una variedad de reacciones de polimerización, de manera que pueden realizarse en diferentes tipos de reactores de polimerización. Un reactor ejemplar para realizar las reacciones de polimerización es un reactor de lechada en bucle 10, como se representa en la Fig. 1, que puede usarse para polimerizar polietileno y otras poliolefinas. Por simplicidad, el reactor de lechada en bucle 10 se tratará en esta memoria, aunque se va a entender que las presentes técnicas pueden aplicarse a otros tipos de reactores de polimerización susceptibles de ensuciarse, tal como reactores de acumulación líquida en ebullición y de fase gaseosa. De hecho, cualquier tipo de reacción o reactor de polimerización puede beneficiarse de las presentes técnicas.

35 Con respecto a la Fig. 1, se representa un reactor de lechada en bucle ejemplar 10 y sistema de refrigeración 12. El sistema de refrigeración 12 elimina calor del reactor en bucle 10 por media de camisas de reactor 14. El reactor en bucle 10 está compuesto generalmente de segmentos de tubería conectados por curvas en U o codos lisos. El reactor 10 puede usarse para realizar la polimerización de poliolefina bajo condiciones de lechada en que las partículas insolubles de poliolefina, tal como polietileno, se forman en un medio fluido y se suspenden como lechada hasta que se eliminan. El medio fluido puede incluir diluyente (tal como isobutano), etileno, comonomero (tal como hexeno), co-catalizadores, agentes de control de peso molecular, y cualquier otro co-reactivo o aditivo deseado que se añaden al interior del reactor antes de o durante una reacción de polimerización. Igualmente, un catalizador en partículas puede añadirse al reactor 10 y suspenderse en el medio fluido para iniciar o mantener la reacción de polimerización deseada. El catalizador puede ser cualquier catalizador adecuado para polimerizar los monómeros que están presentes. Un ejemplo de dicho catalizador es un óxido de cromo que contiene un cromo hexavalente (o Cr^{+6}) en un soporte de sílice que puede usarse para polimerizar monómeros de etileno.

40 Un dispositivo móvil, tal como bomba 16, hace circular la lechada de fluido en el reactor 10. Por ejemplo, la bomba 16 puede ser una bomba de flujo axial en línea con el impulsor de bomba 18 dispuesto en el interior del reactor 10 para crear una zona de mezcla turbulenta en el medio fluido. El impulsor puede también ayudar en la propulsión del medio fluido a través del bucle cerrado del reactor, como se representa por flechas, a velocidad suficiente para mantener las partículas sólidas, tal como el catalizador o producto de poliolefina, suspendidos en el medio fluido. Por ejemplo, en un reactor de lechada en bucle que produce polietileno una velocidad de circulación de 9,14-12,19 m/s

(30-40 pies/segundo) es típicamente suficiente para mantener la suspensión del producto polimérico y el catalizador como una lechada. El impulsor 18 puede hacerse funcionar mediante un motor 20 u otra fuerza móvil.

Las condiciones de reacción en el reactor 10 pueden seleccionarse para facilitar el grado deseado de polimerización y la velocidad de reacción deseada mientras se mantiene la temperatura por debajo de la cual el producto polimérico entraría en disolución. Debido a la naturaleza exotérmica de la reacción de polimerización, las camisas de enfriamiento 14 pueden proporcionarse alrededor de partes del sistema en bucle cerrado. Un fluido refrigerante puede hacerse circular en las camisas de enfriamiento 14 según se necesite para eliminar el calor generado y para mantener la temperatura en el intervalo deseado, tal como entre 65°C a 121°C (150°F a 250°F) para polietileno.

Como la reacción de polimerización se produce en el reactor 10, el monómero (y el comonómero si está presente) polimeriza para formar polímeros que son esencialmente insolubles en el medio fluido a la temperatura de reacción, formando así una lechada de partículas sólidas en el medio. Las partículas sólidas de poliolefina pueden eliminarse entonces del reactor 10, tal como por medio de un ramal de sedimentación o toma continua 22. En el procesado corriente abajo, la poliolefina descargada del reactor 10 puede extraerse de la lechada y eventualmente conformarse en partes o productos para uso personal, comercial y/o industrial.

Manteniendo la temperatura, presión, porcentaje en peso de sólidos, porcentaje en volumen de sólidos y otras condiciones de reacción en los intervalos deseados y usando un catalizador de polimerización adecuado, la poliolefina producida por el reactor 10 puede tener las propiedades deseadas. Como se trata anteriormente, sin embargo, varios tipos de ensuciamientos del reactor pueden darse que limitan de forma efectiva o afectan el control de las condiciones de reactor, tal como temperatura, velocidad de circulación de lechada y/o el porcentaje de sólidos en la lechada (en peso o en volumen). Si no se previene o aborda, dichos ensuciamientos del reactor pueden llevar a resultados económicos o comerciales indeseables, tal como producto fuera de especificación y/o caída del reactor.

Prevención de ensuciamientos: tamaño de partícula de polímero

Por ejemplo, un ensuciamiento por sólidos puede dar por resultado la presencia de partículas poliméricas grandes en la mezcla de lechada. En particular, las partículas poliméricas más grandes necesitan una mayor velocidad de lechada para permanecer suspendidas. El fallo para mantener la suficiente velocidad de lechada permite que las partículas poliméricas más grandes sedimenten de la lechada, llevando a un ensuciamiento por sólidos. Por lo tanto, la tendencia a formarse de las partículas más grandes limita la capacidad de portar sólidos del reactor 10, que limita a su vez la capacidad de producción última del reactor 10. Por lo tanto, como se apreciará por los expertos en la técnica, aumentar la capacidad de portar sólidos del reactor 10 además aumenta la capacidad para operar el reactor 10 a mayor rendimiento espacio-tiempo, como se mide en kilos (libras) de producto polimérico producido por hora para cada litro (galón) de volumen del reactor o medidas equivalentes. Dicho aumento en el rendimiento espacio-tiempo en conjunto con una incidencia reducida de ensuciamientos del reactor puede dar por resultado producción de poliolefina y rendimiento aumentados en el reactor 10.

Por lo tanto, para aumentar la capacidad de portar sólidos del reactor 10, sería deseable producir partículas poliméricas en un intervalo de tamaño deseado, de manera que sea más probable que las partículas poliméricas permanezcan suspendidas, permitiendo así que un mayor porcentaje en peso de sólidos se alcance en el reactor 10. Por ejemplo, puede usarse un catalizador Englehard Lynx 100, que en promedio produce partículas poliméricas más pequeñas que las producidas usando un catalizador Davidson 969 MS Chrome, para alcanzar un mayor nivel de sólidos en un reactor sin inducir un ensuciamiento. En este ejemplo, las partículas poliméricas producidas por el catalizador Lynx 100 pueden hacerse circular a mayores niveles de sólidos que las partículas poliméricas comparables producidas por el catalizador 969 MS.

El intervalo de tamaño deseado puede variar dependiendo del producto polimérico y las condiciones de reacción. En una realización, para mantener las condiciones de lechada adecuadas en un reactor de lechada en bucle que marcha bajo condiciones de reacción tales como las tratadas con respecto a la Fig. 1, menos que 1% en peso de las partículas poliméricas son mayores que 1.500 μ de ancho. En otra realización, menos del 5% en peso de las partículas poliméricas son mayores que 1000 μ de ancho. En aún otra realización para menos del 0,1% en peso de las partículas poliméricas son mayores que 1.500 μ de ancho y/o para menos del 0,5% en peso de las partículas poliméricas son mayores que 1000 μ de ancho.

En el otro extremo, para evitar problemas asociados con números excesivos de partículas finas, en una realización, menos del 5% en peso de las partículas poliméricas son menores que 100 μ de ancho y, en otra realización, menos del 0,5% en peso de las partículas poliméricas son menores que 100 μ de ancho. Además, en aún otra realización, más del 70% en peso de las partículas poliméricas están entre 300 μ y 500 μ de ancho y, en una realización adicional, más de 80% en peso de las partículas poliméricas están entre 300 μ y 500 μ de ancho. En aún otra realización, más del 90% en peso de las partículas poliméricas están entre 300 μ y 500 μ de ancho.

La producción de partículas poliméricas que tienen distribuciones de tamaño de acuerdo con estas preferencias puede conseguirse mediante una variedad de técnicas. Por ejemplo, puede emplearse un catalizador que, debido al tamaño de catalizador, forma, área superficial reactiva u otra característica de actividad catalítica, produce partículas poliméricas en el intervalo de tamaño deseado. En particular, el tamaño de las partículas poliméricas producidas por

un catalizador generalmente varía proporcionalmente con el tamaño de partícula catalítica; esto es, catalizadores más pequeños generalmente producen partículas poliméricas más pequeñas. Un ejemplo de esto se proporciona en la Fig. 2, en que se proporciona una tabla que compara el tamaño de partícula polimérica para catalizadores de tamaños diferentes. Como puede verse en la tabla de la Fig. 2, el porcentaje en peso de partículas poliméricas de tamaños diferentes varía entre catalizadores y generalmente corresponde al tamaño de partícula de catalizador. Por ejemplo, en el ejemplo proporcionado, el catalizador EP30X de 25 μ no produce cantidades medibles de las partículas poliméricas mayores que 1190 μ , a diferencia de catalizadores mayores. De forma similar, los catalizadores menores que 100 μ producen menos del 5% en peso de las partículas poliméricas mayores que 1.000 μ de ancho mientras que los catalizadores de 100 μ producen más del 5% en peso de partículas poliméricas mayores que 1.000 μ de ancho. Mientras el tamaño de catalizador puede ser un factor que determina el tamaño de partícula de polímero, otros factores, tal como morfología, accesibilidad al sitio activo, etcétera, pueden contribuir también al intervalo de tamaños de partícula polimérica producidos por un catalizador dado.

De forma alternativa, una pared de reactor puesta áspera, típicamente medida por la rugosidad cuadrática media (RMS), puede emplearse. En particular, el tamaño promedio de partícula polimérica, se cree que está relacionado con el factor de fricción del reactor, que es una función de la rugosidad de la pared del reactor 24. Por ejemplo, una pared de reactor relativamente lisa 24, tal como una pared de reactor que tiene un RMS de 63 o menos, no rompe o desgasta las partículas poliméricas en una lechada que se mueve a lo largo de la pared del reactor 24 a 9,14-12,19 m/s (30 a 40 pies por segundo) en el mismo grado que lo hace una pared de reactor 24 que tiene una RMS entre 63 y 250. De forma similar, una pared de reactor 24 con una RMS de 250 o mayor puede dar por resultado una reducción incluso mayor en el tamaño promedio de partícula polimérica en comparación con una pared de reactor que tiene una RMS menor. Como resultado, el tamaño promedio de partícula polimérica puede ser menor, bajo condiciones de movimiento de lechada similares, en un reactor 10 que tiene paredes de reactor más rugosas 24. Una posibilidad, por lo tanto, para reducir el tamaño promedio de partícula polimérica es usar una pared de reactor rugosa, o bien mecanizando la pared de reactor 24 para aumentar la RMS o no alisando la pared del reactor 24.

De forma similar, la bomba 16 y/o su medio pueden modificarse para facilitar la producción de partículas poliméricas más pequeñas. Por ejemplo, generalmente sería preferible que las partículas poliméricas pasaran cerca de las puntas de impulsor de movimiento rápido más que por el centro de movimiento más lento para maximizar el desgaste de las partículas poliméricas provocado por las aspas del impulsor. Esto puede conseguirse de una variedad de maneras, tal como usando un impulsor 18 que tiene las aspas del impulsor más cortas y/o el centro del impulsor más grande lo que hace más probable que las partículas suspendidas pasarán cerca de las puntas del impulsor de movimiento más rápido más que por las partes de movimiento más lento de las aspas del impulsor cerca del centro. Además, si se usa un impulsor 18 de manera que puede rotar en el diámetro del bucle del reactor principal, el uso de una pieza de transición de flujo dilatado que tiene un mayor diámetro puede evitarse.

El uso de dicha pieza de transición de flujo dilatado puede ser indeseable en el grado en que las partículas poliméricas más densas pueden no dispersarse a la periferia de la pieza de transición, donde las puntas del impulsor de movimiento rápido están situadas, sino más bien pueden continuar a través del centro de la pieza de transición, donde están situadas las partes de movimiento más lento del impulsor cerca del centro. En particular, dicha pieza de transición dilatada es generalmente de aproximadamente 0,61 metros (2 pies) de longitud mientras los contenidos del reactor están típicamente circulando a aproximadamente 11,278 m/s (37 pies/segundo). Debido a lo corto de la pieza de transición respecto a la velocidad de circulación, las partículas poliméricas más densas tendrían aproximadamente una veinteaava parte de un segundo para dispersarse hacia la periferia de la pieza de transición antes de alcanzar el final de la pieza de transición.

Una alternativa, representada en la Fig. 3, es incorporar una pieza larga de transición de flujo 26 cuando se desea emplear un impulsor 18 que es más largo que el diámetro del reactor principal. Por ejemplo, la pieza larga de transición de flujo 26 representada tiene 3,05 m (diez pies) de longitud. Debido a la mayor longitud de la pieza larga de transición de flujo 26, las partículas poliméricas más densas es más probable que se dispersen a la periferia de la pieza larga de transición de flujo 26, donde pueden desgastarse por las puntas del impulsor de movimiento más rápido. Mientras que una pieza de transición de 3,05 m (diez pies) de largo 26 se representa en la Fig. 3, la longitud puede variar, con una realización que incluye piezas largas de transición de flujo 26 de entre 3,05 m (diez pies) y 6,09 m (veinte pies) de longitud. En general, sin embargo, la pieza larga de transición de flujo 26 se ajusta para dejar que las partículas poliméricas más densas se dispersen alrededor del impulsor 18 en oposición a dejarse llevar por la inercia a través de la parte central del impulsor 18.

De forma alternativa, una pieza de transición que incorpora un derivador de flujo 28 ajustado y colocado para corresponder al centro del impulsor 30 puede emplearse para dirigir partículas poliméricas hacia las puntas de las aspas del impulsor, como se representa en la Fig. 4. Como se apreciará por los expertos en la técnica, otras técnicas pueden emplearse también para derivar el flujo de la lechada a la periferia alrededor del impulsor 18, donde las puntas del impulsor de movimiento más rápido pueden desgastar las partículas poliméricas para mantener un tamaño de partícula polimérica promedio más pequeño.

De forma similar, los diseños de impulsor especializado, tales como diseños que tienen un efecto más severo en las partículas poliméricas, pueden emplearse para aumentar el desgaste de las partículas poliméricas. De forma alternativa, la bomba 16 puede operarse a mayor velocidad para aumentar el desgaste de las partículas poliméricas

por el impulsor 18. Además, una bomba multi-etapa o múltiples bombas, tales como los impulsores duales 18 representados en la Fig. 5, pueden emplearse también para aumentar el desgaste total de las partículas poliméricas proporcionado por el(los) impulsor(es) 18.

Prevención de ensuciamientos: control de temperatura

- 5 Mientras la exposición anterior puede ser útil para prevenir ensuciamientos por sólidos en base a tamaños grandes de partícula polimérica, otros tipos de ensuciamientos, tal como ensuciamientos por copolímero, pueden darse donde el control de la reacción de polimerización en base a la temperatura de reacción se pierde o se afecta. Por ejemplo, en un ensuciamiento por copolímero, como se trata anteriormente, las temperaturas del reactor fuera de la curva de ensuciamiento pueden llevar a volúmenes aumentados de partícula esponjada, es decir, las partículas poliméricas pueden hincharse. Como el ensuciamiento por copolímero continua, el volumen polimérico en el reactor puede continuar para aumentar más allá de la capacidad circulatoria del reactor, aumentando la carga en la bomba 16 y llevando potencialmente a la incapacidad de la bomba 16 para mantener las condiciones de lechada.

- 10 Una técnica que puede reducir la probabilidad de o evitar dicho ensuciamiento por copolímero es medir la temperatura del reactor en puntos calientes locales 32 en el reactor 10 y controlar la reacción en base a uno de los puntos calientes 32, tal como el punto más caliente, o en una medida de la tendencia central de las temperaturas medidas, tal como en la media, mediana, o modo de alguno o todos de los puntos calientes medidos. De forma alternativa, una función integrada de la temperatura medida en los puntos calientes 32 puede calcularse y actualizarse y mantenerse el control en base a la integral.

- 15 Los puntos calientes locales 32 del reactor 10 pueden determinarse como una función de las posiciones de alimentación del refrigerante 34 y las posiciones de alimentación de monómero 36. Por ejemplo, en el reactor de ocho ramales representado de la Fig. 1, cuatro puntos calientes locales 32 pueden estar presentes, uno para cada par de camisas de refrigeración 14. En particular, si los ramales del reactor se enfrían alternativamente por camisas de refrigeración 14 que reciben refrigerante fresco, es decir, frío, y refrigerante usado, es decir, más caliente, un punto caliente local 32 puede esperarse entre donde la lechada sale de un ramal del reactor enfriado por refrigerante usado y donde entra al siguiente ramal del reactor enfriado por refrigerante fresco. En una realización, los puntos calientes 32 están típicamente en la parte superior de un par de ramales de reactor verticales justo después del codo de 180 grados que típicamente no se enfría. Un punto caliente local 32 en el reactor 10 puede alcanzar una temperatura suficientemente alta para provocar que las partículas poliméricas se hinchen, llevando posiblemente a un ensuciamiento por copolímero, como se trata anteriormente.

- 20 La probabilidad de un ensuciamiento por copolímero puede reducirse controlando la temperatura del reactor en base a una o más de las temperaturas medidas en los puntos calientes locales 32 o en un valor derivado de alguna o todas las temperaturas medidas en los puntos calientes locales 32, tal como una media, mediana o integral. El valor derivado o temperatura medida puede compararse a uno o más valores umbral, tal como la temperatura establecida, el límite superior para la curva de ensuciamiento a una presión dada, o temperaturas derivadas de la curva de ensuciamiento que puede indicar una temperatura indeseada.

- 25 En base a esta comparación, la operación del sistema de refrigeración 12 puede ajustarse para mantener la temperatura del reactor deseada. Por ejemplo, si la temperatura del reactor, como se mide en los puntos calientes locales 32, es demasiado alta, el sistema de refrigeración 12 puede emplear refrigerante más frío o puede aumentar la velocidad a la que el refrigerante se bombea a través de las camisas de refrigeración 14. Estos ajustes a la operación del sistema de refrigeración 12 pueden hacerse manualmente, tal como mediante un operador que ajusta la adición de refrigerante fresco al sistema o que ajusta una o más válvulas que controlan el caudal de refrigerante a través de las camisas 14. De forma alternativa, los ajustes a la operación del sistema de refrigeración pueden hacerse de una manera automatizada, tal como mediante la operación automatizada de válvulas que controlan la adición de refrigerante fresco al sistema de refrigeración 12 o que controlan el caudal de refrigerante a través de la operación de camisas 14.

De esta manera, el control de la temperatura del reactor se basa en la(s) temperatura(s) más alta(s) en el reactor 10, o bien directamente o por media de un valor derivado. Dicho control ayuda a prevenir las elevaciones localizadas en la temperatura del reactor que llevarían al hinchamiento de la partícula polimérica y a ensuciamientos asociados con dicho hinchamiento.

- 30 Además, si la temperatura se controla en el punto más caliente en el par de ramales del reactor, el tiempo para el sistema de control de temperatura del reactor a reaccionar se reduce. En particular, para que el sistema de refrigeración 12 controle un desajuste de temperatura del reactor que comienza en un punto caliente del reactor, el desajuste debe viajar con la lechada al punto de control de temperatura y detectarse. Entonces el controlador actúa para enviar refrigerante más frío o más refrigerante al reactor 10. El refrigerante cambiado debe entonces viajar del intercambiador de refrigerante al reactor 10 y a la camisa del reactor 14 y al punto caliente para corregir el desajuste. Midiendo y controlando la temperatura del reactor en los puntos calientes del reactor 32, el tiempo necesario para que el sistema de refrigeración 12 responda se reduce y el desajuste de temperatura puede controlarse más pronto.

Por ejemplo, como se representa en las Figs. 6, en una implementación, la temperatura puede monitorizarse en cada uno de los puntos calientes locales 32, tal como mediante un termistor 40 o termopar. En la implementación manual representada en la Fig. 6, las temperaturas 42 medidas por los termistores 40 pueden presentarse de forma visual, tal como en un monitor 44 o calibrador, para que un operador lo revise. Una temperatura 42 que cruza un umbral de control de temperatura 46 puede motivar que el operador ajuste una o más condiciones del reactor, tal como la temperatura del refrigerante que entra en las camisas de refrigeración 14, la velocidad de circulación del refrigerante, la velocidad de adición de catalizador y/o la velocidad de adición de monómero. De esta forma, la temperatura del reactor se controla de manera que el punto más caliente en el reactor 10 permanece en la curva de ensuciamiento asociada con el producto deseado, evitando o reduciendo así la incidencia de hinchado de polímero que llevaría a un ensuciamiento de copolímero.

Por ejemplo, en una realización, la temperatura del reactor puede disminuirse aumentando el porcentaje de refrigerante fresco en el sistema de refrigeración 12 o aumentando el flujo de refrigerante a través de las camisas de refrigeración 14. Dichos aumentos pueden conseguirse ajustando una válvula de suministro de refrigerante 48 entre un suministro de refrigerante 50 y el sistema de refrigeración 12 o ajustando una válvula de flujo de refrigerante 52 que proporciona flujo de refrigerante a una o más de las camisas de refrigeración 14. En una realización, la actuación de la válvula de suministro de refrigerante 48 y/o la válvula de flujo de refrigerante 52 se consigue mediante señales eléctricas generadas por el circuito de control de la válvula o una rutina de control de la válvula, tal como puede estar presente en una estación de trabajo del operador 54, tal como un ordenador de uso general o especial configurado adecuadamente. Mientras la Fig. 6 representa la presentación de temperaturas medidas 42 en la monitorización y control de la temperatura del reactor, el circuito o rutinas presentes en la estación de trabajo del operador 54 puede procesar los datos de temperatura medidos de manera que solo se presenta la temperatura medida más alta, se presenta una temperatura medida promedio, se presenta una temperatura medida mediana, o algún otro valor seleccionado o derivado, tal como una integral, se presenta para que un operador lo monitorice.

De forma alternativa, el esquema de control de temperatura puede estar total o parcialmente automatizado. Como se representa en la Fig. 7, las temperaturas medidas por los termistores 40 situados en los puntos calientes locales 32 se proporcionan a un controlador 56, tal como un sistema informático de uso general o especial configurado adecuadamente. El controlador 56 puede proveerse con circuito de control o puede ejecutar una o más rutinas de control para determinar si una temperatura medida o un valor derivado de las temperaturas medidas, tal como la temperatura promedio o mediana, cruza un umbral de control de temperatura. Si un umbral se cruza por una temperatura medida o un valor derivado, el controlador 56, por medio de un circuito o rutinas de control de la válvula, genera señales que ajustan el flujo de una o ambas de la válvula de suministro de refrigerante 48 y la válvula de flujo de refrigerante 52, como se describe anteriormente.

Prevención de ensuciamientos: detección temprana

La exposición anterior se enfoca principalmente en prevenir o reducir las situaciones de ensuciamiento o bien limitando el tamaño de partícula polimérica o controlando una reacción de polimerización en base a la temperatura extrema del reactor. También puede ser deseable predecir ensuciamientos inminentes con suficiente antelación para que pueda tomarse una acción preventiva que sea menos severa que la acción necesaria para recuperarse de un ensuciamiento en curso. Por ejemplo, las técnicas predictivas pueden utilizar una o más características del reactor o de reacción para predecir un ensuciamiento del reactor antes del comienzo de manera que puedan tomarse las etapas preventivas.

Una de dichas técnicas utiliza análisis estadísticos de datos operativos del reactor para predecir los ensuciamientos del reactor. Por ejemplo, los datos de operación del reactor, tal como temperatura, presión, la velocidad de adición de reactivos y/o catalizadores, y el consumo de energía de la bomba son ejemplos de condiciones de operación del reactor que pueden monitorizarse y medirse a lo largo del tiempo, o bien de forma constante o a intervalos. Dichos conjuntos de datos representan una serie temporal para que se mida la condición del reactor, esto es el conjunto de datos incluye puntos de datos que representan la condición medida a tiempos conocidos o fijos. La serie temporal de datos puede analizarse para detectar tendencias o patrones en los datos que permitan que se hagan predicciones sobre condiciones futuras, tal como futuras condiciones de operación del reactor.

Por ejemplo, la técnica del periodograma para analizar datos en series temporales de este tipo puede usarse para evaluar la aleatoriedad del conjunto de datos de la serie temporal para determinar si hay realmente componentes no aleatorios, es decir, periódicos, en los datos. Esta técnica de periodograma asume que el conjunto de datos de la serie temporal en cuestión se compone realmente de ondas de seno y coseno de diferentes frecuencias. En base a esta asunción, la técnica de periodograma puede usarse para detectar y estimar la amplitud de un componente seno enterrado en el ruido de los datos o identificar componentes periódicos de frecuencia desconocida en una serie temporal de datos. Además, el análisis de periodograma puede usarse para estimar la amplitud, es decir, el "pico", de un componente seno de frecuencia conocida, tal como componentes periódicos identificados. De esta forma, los componentes periódicos pueden identificarse en el ruido de los datos de serie temporal, tal como potencia de la bomba del reactor, y la respectiva frecuencia y amplitud de los componentes periódicos identificados pueden determinarse y dibujarse. Las tendencias en los componentes periódicos pueden usarse entonces en la evaluación de las condiciones de operación del reactor para eventos actuales o futuros de interés, tal como ensuciamientos del reactor.

Por ejemplo, un análisis de periodograma de los datos de operación del reactor, tal como potencia de la bomba, puede realizarse usando las ecuaciones presentadas a continuación o sus equivalentes computacionales. Para números impares de medidas de tiempo, el número de medidas N es igual a $2q+1$ y el modelo de serie de Fourier:

$$(1) \quad z_t = \alpha_0 + \sum_{i=1}^q (\alpha_i c_{it} + \beta_i s_{it}) + e_t$$

- 5 puede ajustarse donde $c_{it} = \cos(2\pi f_i t)$, $s_{it} = \sin(2\pi f_i t)$, y donde $f_i = i/N$ es el armónico i avo de la frecuencia fundamental $1/N$ de manera que los estimados cuadrados menores de los coeficientes α_0 y (α_i, β_i) serán:

$$(2) \quad \left. \begin{aligned} a_0 &= \bar{z} \\ a_i &= \frac{2}{N} \sum_{t=1}^N z_t c_{it} \\ b_i &= \frac{2}{N} \sum_{t=1}^N z_t s_{it} \end{aligned} \right\} i = 1, 2, \dots, q.$$

El periodograma respectivo incluye entonces los valores $q = (N-1)/2$:

$$(3) \quad I(f_i) = \frac{N}{2} (a_i^2 + b_i^2) \quad i = 1, 2, \dots, q$$

- 10 donde $I(f_i)$ es la intensidad, es decir, la amplitud, a la frecuencia f_i . Cuando N es par, el número de observaciones N es igual a $2q$ y las ecuaciones (1), (2) y (3) se aplican como se describe anteriormente para $i = 1, 2, \dots, (q-1)$. Sin embargo, para $i = q$:

$$(4) \quad \begin{aligned} a_q &= \frac{1}{N} \sum_{t=1}^N (-1)^t z_t \\ b_q &= 0 \end{aligned}$$

y

$$(5) \quad I(f_q) = I(0,5) = N a_q^2.$$

Como se apreciará por un experto en la técnica, la mayor frecuencia es 0,5 ciclos por intervalo de tiempo ya que el periodo más corto es dos intervalos.

Por lo tanto, como se describe matemáticamente en las ecuaciones (1)-(5) anteriores, si un conjunto de datos de serie temporal es aleatorio, que no contiene componente sinusoidal sistemático, cada componente $I(f_i)$ tendría el mismo valor esperado, con valores reales distribuidos en una distribución chi cuadrado con dos grados de libertad. Sin embargo, si el conjunto de datos de serie temporal contiene un componente seno sistemático con una frecuencia de f_i , el valor de $I(f_i)$ se inflaría a o cerca de f_i . Las desviaciones estadísticas procedentes de una distribución chi cuadrado, por lo tanto, se usarían para descubrir la presencia de componentes periódicos en los datos de la serie temporal y para estimar su frecuencia y amplitud. Como se apreciará por un experto en la técnica, las operaciones matemáticas y estadísticas descritas anteriormente pueden realizarse mediante un programa informático de análisis estadístico, tal como StatGraphics, o mediante una aplicación más general, tal como un programa de hoja de cálculo, configurarse para ejecutar algoritmos adecuadas. Dichas implementaciones informatizadas pueden realizarse en un sistema informático de uso general o especial configurado para analizar datos de serie temporal.

Un tipo de datos de serie temporal que puede analizarse de esta manera es el dato de operaciones de reactor. En particular, la potencia de la bomba de circulación del reactor puede ser de interés ya que aumentos en potencia de la bomba son a menudo un indicador de un ensuciamiento del reactor. Las tendencias en los componentes periódicos de la potencia de la bomba, serían útiles, por lo tanto, en la predicción de condiciones del reactor tal como ensuciamientos. En particular, la potencia de la bomba en kilovatios se monitoriza típicamente durante la operación

normal, proporcionando un conjunto existente de los datos de serie temporal para análisis. Además, la potencia de la bomba puede medirse a intervalos establecidos, tal como a intervalos de cinco segundos, y es una medida independiente que está relativamente libre de problemas tal como dispersión de datos. Otros datos del reactor, tal como densidad y/o presión del reactor, pueden ser útiles también en los ensuciamientos del reactor de predicción.

Aunque varias medidas del reactor distintas pueden emplearse, para el propósito de ilustración un ejemplo basado en medidas de kilovatio de la bomba se tratarán en esta memoria. Por ejemplo, en referencia ahora a la Fig. 8, se proporciona un gráfico que representa los resultados de un análisis de periodograma de medidas de potencia de la bomba. Como se representa en la Fig. 8, un análisis de periodograma de la medida de potencia de la bomba identificó dos componentes periódicos diferentes de los datos de potencia de la bomba antes de la ocurrencia de un ensuciamiento. El primer componente periódico se determinó, como se describe anteriormente, que tenía un periodo de aproximadamente 22,5 segundos mientras el segundo componente periódico se determinó que tenía un periodo de 45,4 segundos. En base a estas frecuencias, las intensidades de los componentes periódicos durante intervalos de tiempo de media hora se determinaron y dibujaron a lo largo del tiempo para formar el gráfico de la Fig. 8, donde los componentes periódicos primero y segundo se representan respectivamente por la primera traza 60 y la segunda traza 62. Mientras es incierto qué representan los componentes periódicos primero y segundo, una posibilidad es que representan oscilaciones de potencia de la bomba provocadas por las hidrodinámicas del reactor, un fenómeno denominado ocasionalmente como ondas de densidad.

Como se anota anteriormente, la presencia de la segunda traza 62 se observó antes de que ocurriera un ensuciamiento. En particular, se anotó que un cruce 64 de la primera traza 60 y la segunda traza 62 precedió a un ensuciamiento del reactor, con un ensuciamiento que se da típicamente a las horas de dicho cruce 64. De hecho, en la revisión de los datos de potencia de bomba grabados, fue posible predecir un ensuciamiento al menos tres horas por adelantado y hasta 18 horas por adelantado. Por el aviso por adelantado proporcionado por un cruce 64, pueden tomarse medidas para evitar un ensuciamiento o minimizar su gravedad, tal como disminuir los sólidos del reactor y/o añadir agentes anti-estáticos. Por ejemplo, disminuir los sólidos del reactor en 0,5% a 1,0% después de un caso de cruce 64 se observa que puede prevenir un ensuciamiento o reducir su gravedad. Mientras los casos de cruce 64 observados en el análisis de los datos de potencia de la bomba representen un posible indicador predictivo de un ensuciamiento, otros indicadores predictivos, tal como divergencias, puntos de inflexión, máximos, mínimos, etcétera, pueden observarse antes que otros casos del reactor o en conjunto con el análisis de otros tipos de datos de operación del reactor, tal como temperatura, presión, velocidades de adición de reactivos y catalizador, etcétera.

Además, como se apreciará por los expertos en la técnica, la monitorización, detección y respuesta a un indicador predictivo, tal como un caso de cruce, determinado de esta manera puede ser manual o automatizado. Por ejemplo, en referencia ahora a la Fig. 9, una estación de trabajo 54 y la representación 44, como se trata anteriormente, se representan en conjunto con el reactor 10. El puesto puede incluir el circuito de análisis o puede configurarse para ejecutar rutinas de análisis para realizar análisis de serie temporal, tal como un análisis de periodograma, en una o más condiciones de operación del reactor tal como potencia de bomba, temperatura, presión, etcétera. El resultado 66 del análisis puede representarse en un monitor 44 para la revisión por un operador. Si, en base a los resultados presentados 66, el operador decide que se va a tomar una acción correctiva el operador puede ajustar las condiciones del reactor, tal como reduciendo los sólidos en el reactor 10 aumentando el flujo a través de la válvula de toma 68 o reduciendo el flujo de catalizador o reactivos a través de una válvula de entrada 70 del reactor 10. De forma similar, el operador puede elegir aumentar el flujo de un aditivo, tal como un agente anti-estático, a través de una válvula de aditivo 72 en respuesta a los resultados presentados 66. Mientras estas operaciones de válvula pueden realizarse por circuito o rutinas accesibles al operador en la estación de trabajo 54, el operador puede también actuar o ajustar manualmente las válvulas 68, 70 y 72 en algunas realizaciones.

De forma alternativa, la monitorización, detección y esquema de respuesta puede estar total o parcialmente automatizado. Como se representa en la Fig. 10, la potencia de la bomba u otros datos de operación del reactor pueden proporcionarse a un controlador 74, tal como un sistema informático de uso general o especial configurado adecuadamente. El controlador 74 puede estar provisto de circuito de control o puede ejecutar una o más rutinas de control para analizar y evaluar los resultados de un análisis de serie temporal, tal como un análisis de periodograma, de los datos de operación del reactor. Si un indicador predictivo, tal como un caso de cruce, se detecta, el controlador 74 ajusta la operación del reactor según una respuesta pre-configurada. Por ejemplo, si un ensuciamiento del reactor se predice, el controlador 74 puede realizar operaciones para reducir los sólidos del reactor, tal como aumentando la toma de sólidos, reduciendo la adición de reactivos o catalizador, o aumentando la adición de aditivos, tal como agentes anti-estáticos, como se trata anteriormente. En una realización, el circuito o rutinas de control de la válvula, genera señales que ajustan los sólidos en el flujo, reactivo, catalizador y/o aditivos, como se describe anteriormente.

Cuando el aviso por adelantado de ensuciamientos inminentes es un uso para los resultados de un análisis de periodograma de potencia de la bomba u otras condiciones de operación del reactor, otros usos pueden existir también. Por ejemplo, el análisis de periodograma puede usarse también para detectar la presencia de acumulaciones locales o agregados poliméricos en la lechada de circulación. En particular, un aumento en la intensidad, es decir, amplitud de la primera traza 60 puede indicar la presencia de dichos agregados mientras una

disminución posterior en la intensidad puede ser indicativa de la disolución de la acumulación local o agregado polimérico.

Además, se ha anotado que las frecuencias asociadas con los componentes periódicos primero y segundo en un análisis de periodograma de la potencia de la bomba corresponden a la velocidad de circulación del reactor. Esta correspondencia puede proporcionar un método alternativo e independiente para estimar la velocidad de circulación del reactor. Un ejemplo de esta correspondencia puede observarse en la exposición anterior donde el periodo para el segundo componente periódico se determinó que era 45,4 segundos, que generalmente corresponde al tiempo en que los contenidos del reactor completan un circuito del reactor 10. De forma similar, el periodo para el primer componente periódico se determinó que era 22,5 segundos, que corresponde generalmente al tiempo tomado para completar la mitad de un circuito. En otro reactor para el que se recogen datos, los periodos de los componentes periódicos primero y segundo se observó que tenían una relación similar a la circulación, con el primer componente periódico que tenía un periodo de 11,5 segundos y el segundo componente periódico que tenía un periodo de 23,5 segundos.

Además, mientras la técnica anterior pueda ser útil en la predicción de ensuciamientos del reactor en sistemas de polimerización que muestran el segundo componente periódico, representado como segunda traza 62, la técnica puede ser útil también en la evaluación de catalizadores para susceptibilidad de ensuciamiento. En particular, se ha observado que cuando los datos de potencia de la bomba adquiridos durante las reacciones que usan catalizadores que son menos propensos al ensuciamiento se analizan por análisis de periodograma, el segundo componente periódico, como se mide por la intensidad de pico, se reduce o está ausente. Por ejemplo, se ha observado que los catalizadores de tipo cromo adquiridos a partir de diferentes proveedores difieren en su propensión al ensuciamiento, no mostrando con catalizadores que son menos propensos al ensuciamiento un segundo componente periódico o un segundo componentes periódico que tiene una pequeña amplitud. En base a estas observaciones, la técnica de análisis de periodograma puede usarse para cribar catalizadores por susceptibilidad de ensuciamiento, tal como determinando la presencia o escala de un segundo componente periódico en los análisis de periodograma del uso de la potencia de la bomba para diferentes catalizadores.

Mientras las técnicas de periodograma tratadas anteriormente representan un ejemplo de análisis estadístico que puede usarse para derivar indicadores predictivos de ensuciamiento a partir de datos de serie temporal, otras técnicas de análisis estadístico pueden emplearse también. Por ejemplo, los análisis basados en funciones de espectro y densidad espectral pueden emplearse para derivar indicadores predictivos a partir de datos de serie temporal adecuados y puede ofrecer ventajas si la frecuencia del componente periódico subyacente varía a lo largo del tiempo. En dichas realizaciones el espectro es la transformada de coseno de Fourier de la función de autocovarianza. Estas técnicas estadísticas, que incluyen análisis de periodograma, pueden implementarse en un monitor en desarrollo y esquema de control, tal como parte de un sistema de control distribuido (DCS) para un reactor de polimerización. Dicha implementación puede analizar una "ventana deslizante" de datos de serie temporal, tal como los datos de potencia de la bomba adquiridos durante la última hora, para generar un análisis estadístico, tal como los análisis de periodograma tratados en esta memoria, que pueden evaluarse por indicadores predictivos, tal como el caso de cruce 65. El análisis puede actualizarse a intervalos, tal como cada diez minutos, en base a la velocidad de la muestra para los datos de serie temporal.

Además, las presentes técnicas pueden aplicarse a reactores que producen polietileno, polipropileno u otras poliolefinas, todas las cuales se conforman en respectivos artículos para uso comercial, residencial o industrial. Las presentes técnicas pueden aplicarse también a una variedad de geometrías de reactor, tal como horizontal, ramal vertical, plantas piloto, etcétera. Como podría esperarse, diferentes periodogramas pueden derivarse para diferentes reactores y/o para diferentes sistemas catalíticos, de manera que el análisis puede diferir también. Sin embargo, para reactores y/o sistemas catalíticos que muestran un segundo componente periódico, los casos tales como el caso de cruce 64 se cree que indican de forma consistente un ensuciamiento pendiente. Además, como un experto en la técnica apreciará, la frecuencia de muestreo, la intensidad de traza y la frecuencia de traza están interrelacionadas de manera que puede ser aconsejable re-evaluar periódicamente las suposiciones sobre la representación de puntos traza para confirmar el calibrado de análisis en curso.

Procesado corriente abajo

Mientras la exposición anterior relacionada con la producción de poliolefinas, tal como polietileno, en un reactor de polimerización 10, un experto en la técnica apreciará que las poliolefinas producidas en dicho reactor 10 típicamente se procesan adicionalmente. Por ejemplo, en referencia ahora a la Fig. 11, la poliolefina seca puede procesarse para eliminar los reactivos no reaccionados y el catalizador en un sistema de recuperación de poliolefina 80, que puede incluir varios subsistemas tales como columnas de recuperación de monómero, depósitos de vaporización y ciclones. La poliolefina purificada se proporciona típicamente a un sistema de extrusión 82 donde el producto de poliolefina se extrude típicamente para producir gránulos de polímero con las características mecánicas, físicas y de fusión deseadas. Los aditivos, tales como inhibidores de UV y peróxidos, pueden añadirse al producto de poliolefina antes de o durante la extrusión para impartir las características deseadas a los gránulos de polímero extrudidos.

Los gránulos de poliolefina resultantes pueden transportarse entonces a un área de descarga de producto 84 donde los gránulos pueden almacenarse, mezclarse con otros gránulos y/o cargarse en automotores, camiones, bolsas,

etcétera, para la distribución a los fabricantes de producto 86. En el caso del polietileno, los gránulos transportados a los fabricantes de producto 86 pueden incluir polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), polietileno de densidad media (MDPE), polietileno de alta densidad (HDPE), y polietileno mejorado. Los diversos tipos y grados de gránulos de polietileno pueden comercializarse, por ejemplo, bajo los nombres comerciales polietileno Marlex® o polietileno MarFlex™ de Chevron-Phillips Chemical Company, LP, de The Woodlands, Texas, EE.UU.

Los gránulos de poliolefina (por ejemplo, polietileno) pueden usarse en la fabricación de una variedad de productos, componentes, artículos del hogar y otros artículos, que incluyen adhesivos (por ejemplo, aplicaciones adhesivas de fusión caliente), cables eléctricos y cable, películas agrícolas, película ajustable, película estirable, películas de envasado de alimentos, envase flexible para alimentos, contenedores de leche, envase de comida congelada, bolsas para la basura y las latas, bolsas de la compra, sacos de alta resistencia, botellas de plástico, equipo de seguridad, recubrimientos, juguetes y una variedad de contenedores y productos de plástico. Además, debería enfatizarse que las poliolefinas distintas de polietileno, tal como polipropileno, pueden formar dichos componentes y productos por medio de los procedimientos tratados a continuación.

Además, los productos y componentes formados a partir de gránulos de poliolefina (por ejemplo, polietileno) pueden procesarse adicionalmente y montarse por el fabricantes 86 para la distribución y venta a un consumidor, tal como el consumidor 88. Por ejemplo, una botella de leche de polietileno puede rellenarse con leche para la distribución al consumidor, o un depósito de combustible de poliolefina puede montarse en un automóvil para la distribución y venta al consumidor.

Para formar productos finales o componentes a partir de los gránulos, los gránulos se someten generalmente a procesamiento adicional, tal como moldeo por soplado, moldeo por inyección, moldeo rotacional, película soplada, película colada, extrusión (por ejemplo, extrusión de lámina, extrusión de tubería y corrugada, extrusión por recubrimiento/laminación, etc.), etcétera. El moldeo por soplado es un procedimiento usado para producir partes de plástico hueco, y puede emplear equipo de moldeo por soplado, tal como máquinas de husillo con movimiento de vaivén, máquinas de cabeza de acumulación, etcétera. El procedimiento de moldeo por soplado puede ajustarse para encontrar las necesidades del consumidor, y para fabricar productos que oscilan de botellas de leche de plástico a los depósitos de combustible de automóvil mencionados anteriormente. De forma similar, en el moldeo por inyección, productos y componentes pueden moldearse para un amplio intervalo de aplicaciones, que incluyen contenedores, envases de comida y productos químicos, juguetes, automoción, cajones, tapones y cierres, por nombrar unos pocos.

También pueden usarse procedimientos de extrusión. La tubería de poliolefina, por ejemplo tubería de polietileno, puede extrudirse a partir de resinas de gránulos de polietileno y usarse en una selección de aplicaciones debido a su resistencia química, relativa facilidad de instalación, durabilidad, ventajas de coste, y similares. De hecho, la canalización de polietileno de plástico ha alcanzado un uso significativo para cañerías, distribución de gas, alcantarillas pluviales y sanitarias, fontanería interior, conductos eléctricos, conductos de energía y comunicaciones, canalización de agua enfriada, entubado del pozo, por nombrar una pocas aplicaciones. Además, el polietileno de alta densidad (HDPE), que constituye generalmente el mayor volumen del grupo de poliolefina de plásticos usados para tubería, es duro, resistente a la abrasión y flexible (incluso a temperaturas por debajo de la congelación). Además, la tubería HDPE puede usarse en entubado de pequeño diámetro y en tuberías de hasta más que 2,43 m (8 pies) de diámetro. En general, los gránulos de polietileno (resinas) pueden suministrarse para los mercados de canalización a presión, tal como en distribución de gas natural, y para los mercados de canalización sin presión, tal como para conducto y canalización corrugada.

El moldeo rotacional es un procedimiento a alta temperatura, baja presión usado para formar partes huecas a través de la aplicación de calor a moldes rotados de forma biaxial. Las resinas de gránulo de polietileno generalmente aplicables en este procedimiento son aquellas resinas que fluyen juntas en ausencia de presión cuando se funden para formar una parte libre de burbujas. Los gránulos, tal como ciertas resinas Marlex® HDPE y MDPE, ofrecen dichas características de flujo y una amplia ventana de procesamiento. Además, estas resinas de polietileno adecuadas para el moldeo rotacional pueden mostrar fuerza de impacto a baja temperatura deseable, buenas propiedades que portan carga, y buena estabilidad ultravioleta (UV). Por consiguiente, las aplicaciones para resinas Marlex® moldeadas de forma rotacional incluyen tanques agrícolas, tanques químicos industriales, tanques de almacenaje de agua potable, contenedores de desechos industriales, equipo de recreo, productos marinos, más muchos más.

La extrusión de lámina es una técnica para hacer láminas de plástico planas a partir de una variedad de resinas de gránulos 38. Las láminas de calibre relativamente más delgado están generalmente termoformadas en aplicaciones de envasado tal como tazas de bebida, contenedores de fiambres, bandejas de producto, contenedores de toallitas para bebés y botes de margarina. Otros mercados para la extrusión de láminas de poliolefina incluyen aquellos que utilizan láminas relativamente gruesas para aplicaciones industriales y recreativas, tal como revestimientos de plataforma, palés, madera para embalaje de automoción, equipamiento de juegos infantiles y botes. Un tercer uso para lámina extrudida, por ejemplo, es en geomembranas, donde material de polietileno de lámina plana se suelda en grandes sistemas de contención para aplicaciones de minería y eliminación de residuos municipales.

- 5 El procedimiento de película soplada es un sistema de conversión relativamente diverso usado para polietileno. La Sociedad Americana para Ensayo y Materiales (ASTM) define películas como menores de 0,254 milímetros (10 mils) de espesor. Sin embargo, el procedimiento de película soplada puede producir materiales tan gruesos como 0,5 milímetros (20 mils), y mayores. Además, el moldeo por soplado junto con tecnologías de coextrusión monocapa y/o multicapa sientan las bases de diversas aplicaciones. Las propiedades ventajosas de los productos de moldeo por soplado pueden incluir claridad, resistencia, capacidad de desgarro, propiedades ópticas y dureza, por nombrar unas pocas. Las aplicaciones pueden incluir envases de comida y de productos al por menor, envases industriales y aplicaciones que no son envases, tal como películas agrícolas, películas higiénicas, etcétera.
- 10 El procedimiento de película colada puede diferir del procedimiento de película soplada a través de las capacidades de apagado rápido y orientación unidireccional virtual. Estas características permiten una línea de película colada, por ejemplo, para operar a mayores velocidades de producción mientras se producen ópticas beneficiosas. Las aplicaciones en envases de comida y de productos al por menor sacan provecho de estas resistencias. Finalmente, los gránulos de poliolefina pueden suministrarse también para la industria de recubrimiento por extrusión y laminado.
- 15 Mientras la invención puede ser susceptible a varias modificaciones y formas alternativas, las realizaciones específicas se han mostrado por medio de ejemplo en los dibujos y se describirán en detalle en esta memoria. Sin embargo, debería entenderse que la invención no pretender limitarse a las formas particulares descritas. Más bien, la invención va a cubrir todas las realizaciones que caen en el alcance de la invención como se define mediante las reivindicaciones añadidas siguientes.

REIVINDICACIONES

1. Un método para operar un reactor de polimerización (10) que comprende los actos de:
 hacer circular un monómero y un catalizador en un reactor (10);
 polimerizar el monómero en el catalizador para formar una pluralidad de partículas poliméricas en el reactor (10);
- 5 analizar un conjunto de datos de operaciones del reactor que comprenden los datos de consumo de energía de una bomba que hace circular el monómero y el catalizador adquirido a lo largo del tiempo para identificar los componentes periódicos con los datos de operaciones del reactor;
 evaluar los componentes periódicos para detectar uno o más indicadores predictivos en los componentes periódicos, en donde el uno o más indicadores predictivos son indicativos de un ensuciamiento del reactor (10) y en donde el
 10 uno o más indicadores predictivos comprenden un cruce de dos trazas (60, 62) que representan componentes periódicos del consumo de energía de la bomba (16) que hace circular el monómero y el catalizador; y
 ajustar una o más condiciones del reactor del reactor (10) en respuesta a la detección del uno o más indicadores predictivos.
- 15 2. El método según la reivindicación 1, en donde el ajuste de una o más condiciones del reactor comprende disminuir los sólidos del reactor.
3. El método según la reivindicación 2, en donde la disminución de sólidos del reactor comprende al menos uno de aumento de una velocidad de toma de las partículas poliméricas, disminución de la velocidad de adición del monómero o disminución de la velocidad de adición del catalizador.
- 20 4. El método según la reivindicación 1, en donde el ajuste de una o más condiciones del reactor comprende la adición de un agente anti-estático al reactor (10).
5. El método según la reivindicación 1, en donde el uno o más indicadores predictivos proporcionan un aviso de más de tres horas del ensuciamiento del reactor.
- 25 6. El método según la reivindicación 1, en donde analizar el conjunto de datos de operaciones del reactor comprende realizar un análisis de periodograma en el consumo de energía de la bomba (16) que hace circular el monómero y el catalizador.
7. El método según la reivindicación 1, en donde analizar el conjunto de datos de operaciones del reactor comprende realizar un análisis de serie temporal del consumo de energía de la bomba (16) que hace circular el monómero y el catalizador.
- 30 8. Un reactor de polimerización de poliolefina (10), que comprende:
 un recipiente del reactor, que comprende:
 un volumen de reactor configurado para hacer reaccionar un reactivo monómero y un catalizador para producir un producto de poliolefina; y
 una bomba (16) configurada para hacer circular el reactivo monómero, el catalizador, y el producto polimérico; y
- 35 un sistema informático (74) configurado para analizar un conjunto de datos de operaciones del reactor para el recipiente del reactor adquiridos a lo largo del tiempo para identificar los componentes periódicos en los datos de operaciones del reactor y para evaluar los componentes periódicos para detectar uno o más indicadores predictivos en los componentes periódicos, en donde el conjunto de datos de operaciones del reactor comprende los datos de consumo de energía de la bomba que hace circular el monómero y el catalizador, en donde los indicadores predictivos son indicativos de un ensuciamiento del reactor en el reactor y en donde los indicadores predictivos
 40 comprenden un cruce de dos trazas (60, 62) que representan componentes periódicos del consumo de energía de la bomba (16) que hace circular el monómero y el catalizador.
9. El reactor de polimerización de poliolefina según la reivindicación 8, en donde el sistema informático (74) se configura para ajustar una o más condiciones de reacción del recipiente del reactor si se detectan el uno o más indicadores predictivos.
- 45 10. El reactor de polimerización de poliolefina según la reivindicación 8, en donde el sistema informático (74) se configura para analizar el conjunto de datos de operaciones del reactor realizando un análisis de serie temporal del conjunto de datos de operaciones del reactor que comprende los datos de consumo de energía de una bomba que hace circular el monómero y el catalizador.

11. El reactor de polimerización de poliolefina según la reivindicación 8, en donde el sistema informático (74) se configura para analizar el conjunto de datos de operaciones del reactor realizando un análisis de periodograma del conjunto de datos de operaciones del reactor que comprende los datos de consumo de energía de una bomba que hace circular el monómero y el catalizador.
- 5 12. Un procedimiento para fabricar un producto que comprende una poliolefina, el procedimiento que comprende el acto de fabricar un producto una parte del cual al menos comprende una poliolefina, en donde la poliolefina se produce por un método según la reivindicación 1.

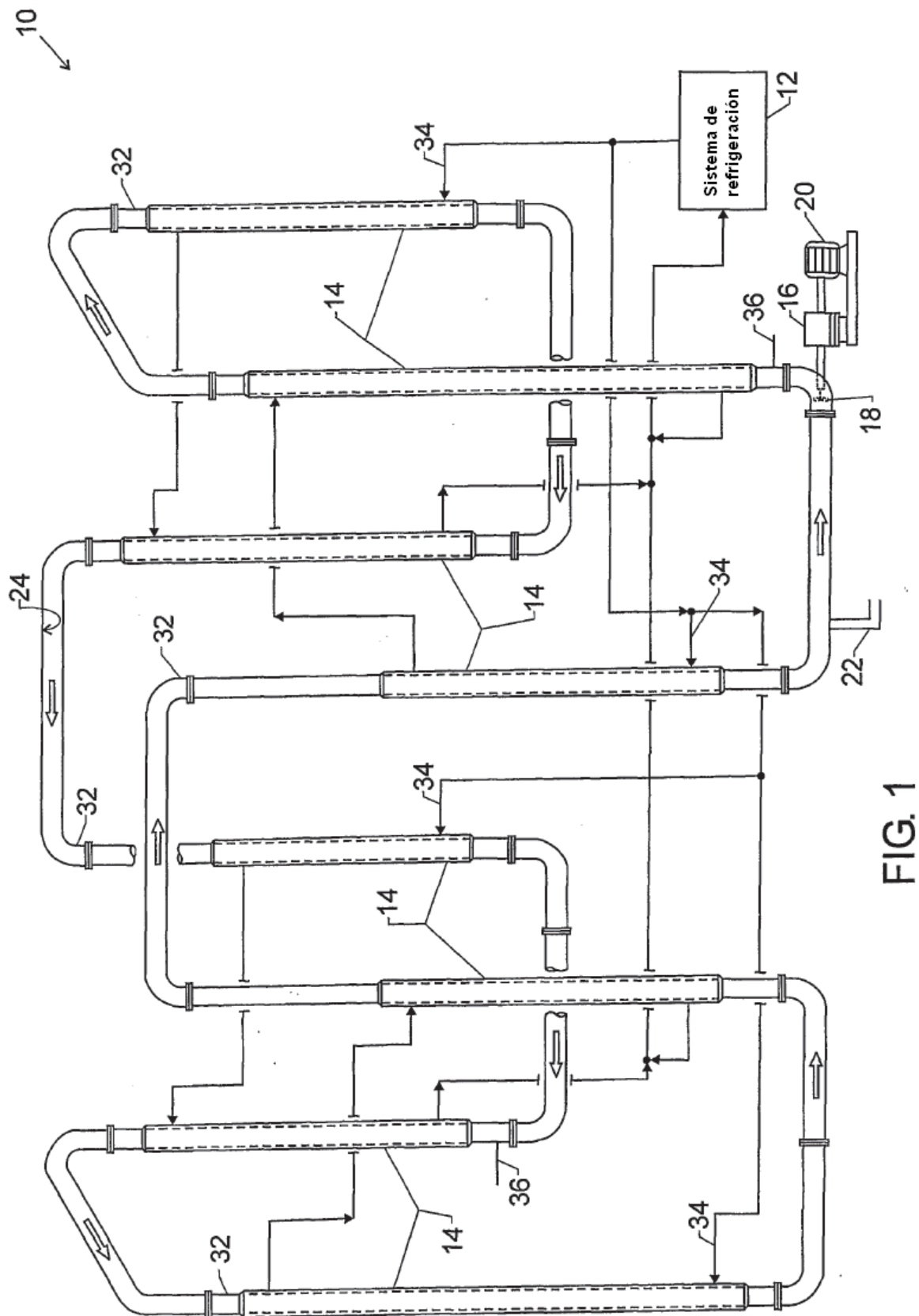


FIG. 1

Granalla liviana en intervalo de tamaño, % en peso

Intervalo de tamaño de partícula μ	EP30X CC03-7-224 100 μ	969MPI CC03-7-224 100 μ	EP30X CC04-7-268 50 μ	HALDS CC04-7-327 40 μ	EP30X CC04-7-308 25 μ
1690-2000	0	0,11	0	,030	0
1410-1690	1,70	2,44	0	0,43	0
1190-1410	5,12	5,37	2,46	1,27	0
1000-1190	8,70	8,71	6,38	4,01	1,48
841-1000	12,31	12,00	10,23	6,97	4,22
707-841	15,53	14,83	14,00	10,04	7,01
595-707	15,97	15,10	16,00	12,51	9,72
500-595	13,83	13,15	15,11	13,19	11,84
420-500	10,61	10,35	12,24	11,79	12,63
354-420	6,87	7,04	8,71	9,48	11,07
297-354	4,14	4,53	5,84	7,43	9,54
250-297	2,18	2,57	3,46	5,28	7,53
210-250	1,11	1,41	2,03	3,79	5,95
177-210	0,49	0,68	1,10	2,65	4,49
149-177	0,19	0,30	0,57	1,97	3,49
125-149	0,09	0,15	0,31	1,58	2,75
105-125	0,09	0,12	0,23	1,33	2,15
88-105	0,11	0,15	0,25	1,20	1,71
74-88	0,12	0,16	0,26	1,04	1,31
63-74	0,11	0,13	0,22	0,80	0,93
53-63	0,09	0,11	0,19	0,68	0,72
44-53	0,07	0,09	0,14	0,54	0,52
37-44	0,04	0,05	0,09	0,35	0,31
Total, % en peso	99,47	99,55	99,82	98,63	99,37

FIG. 2

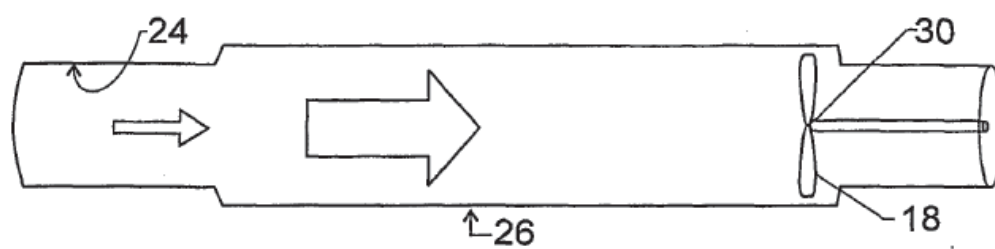


FIG. 3

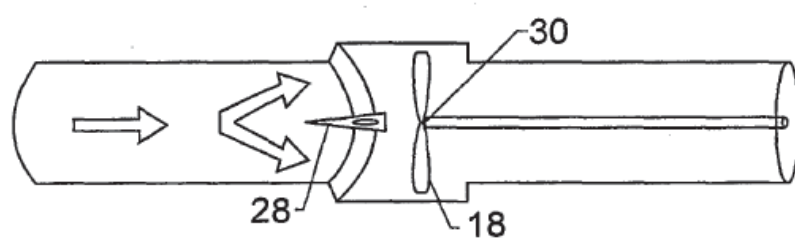


FIG. 4

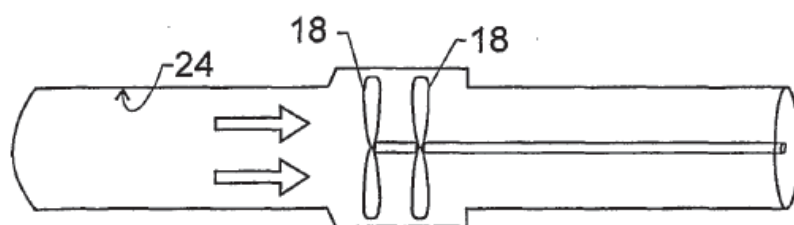


FIG. 5

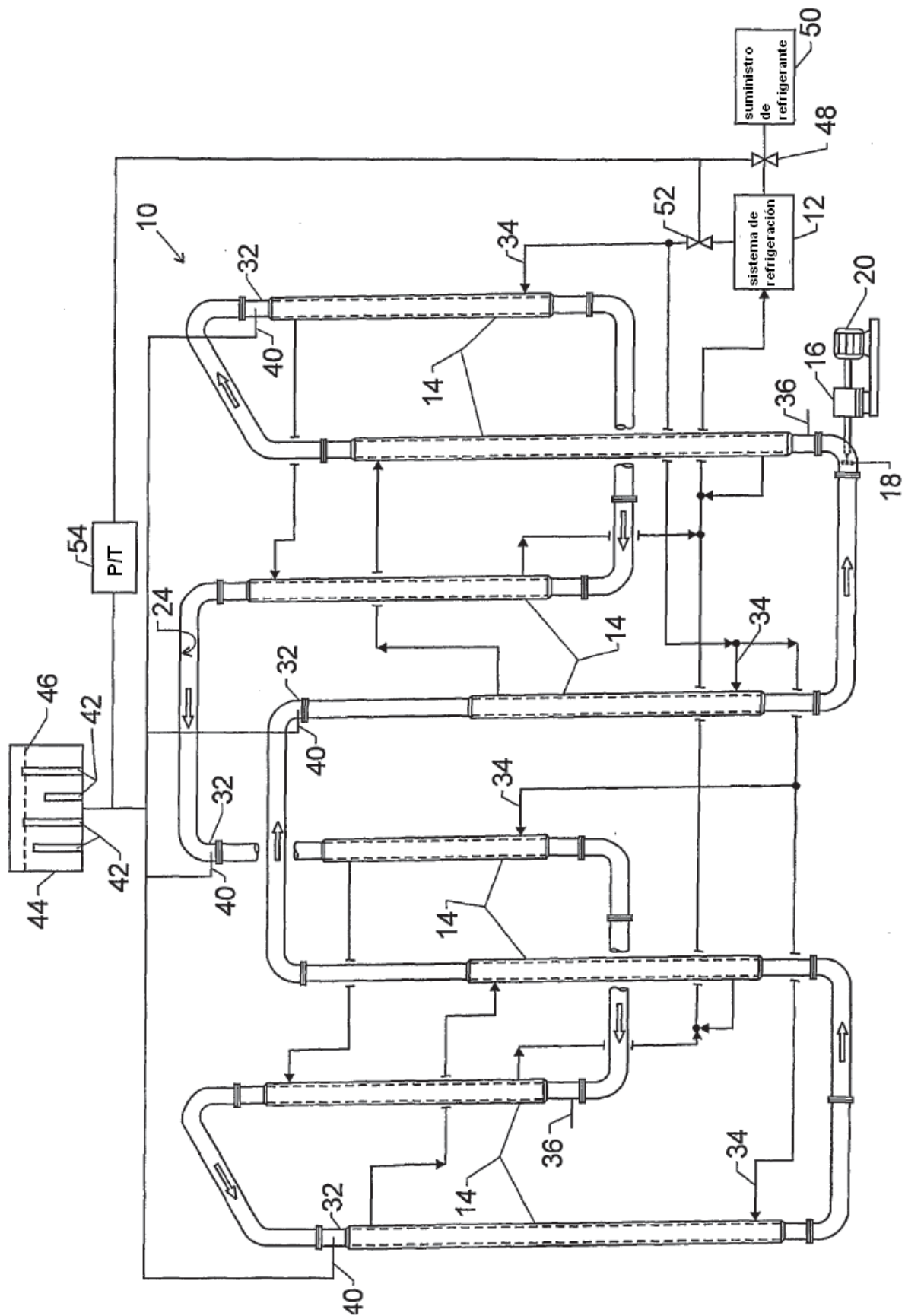


FIG. 6

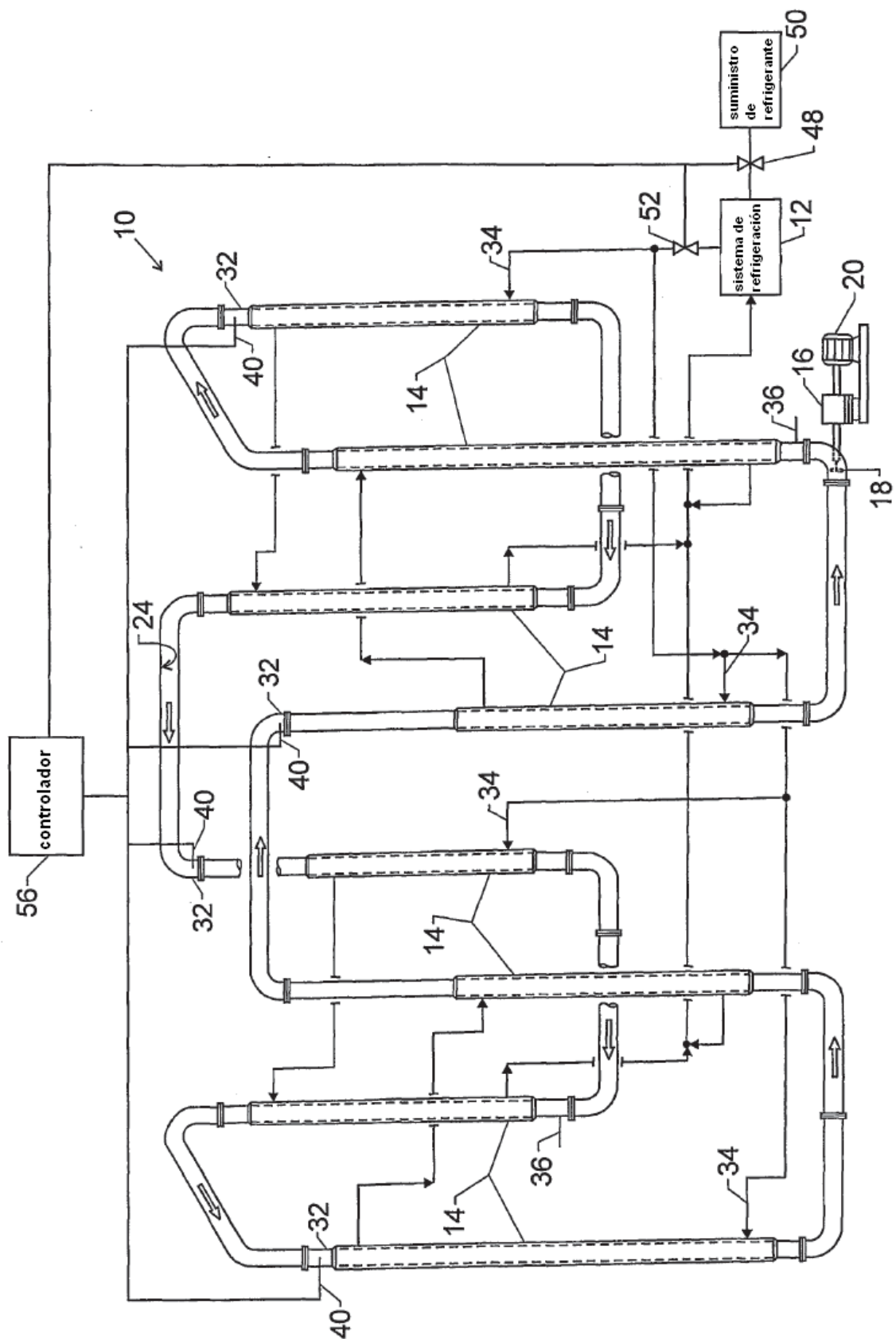


FIG. 7

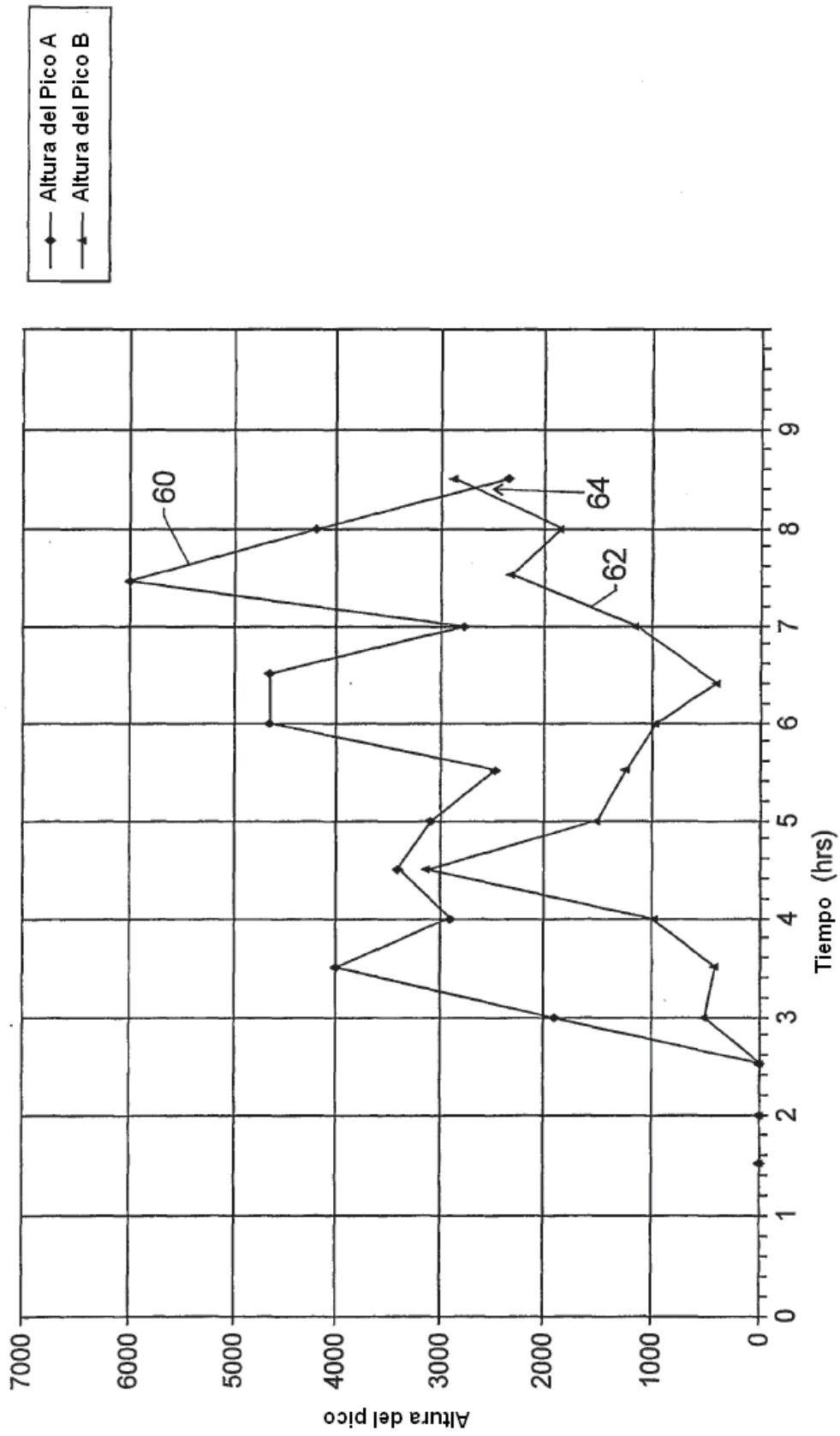


FIG. 8

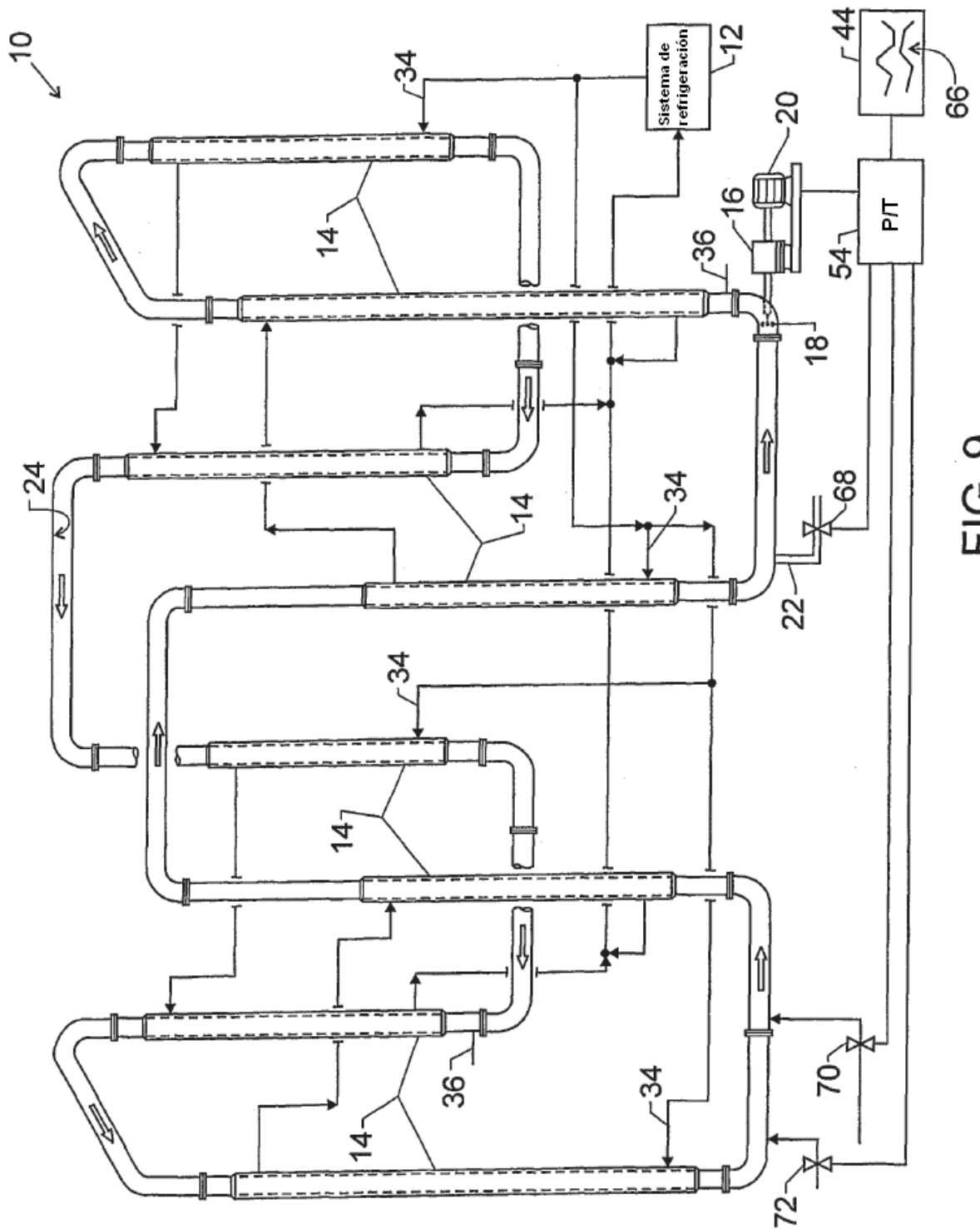


FIG. 9

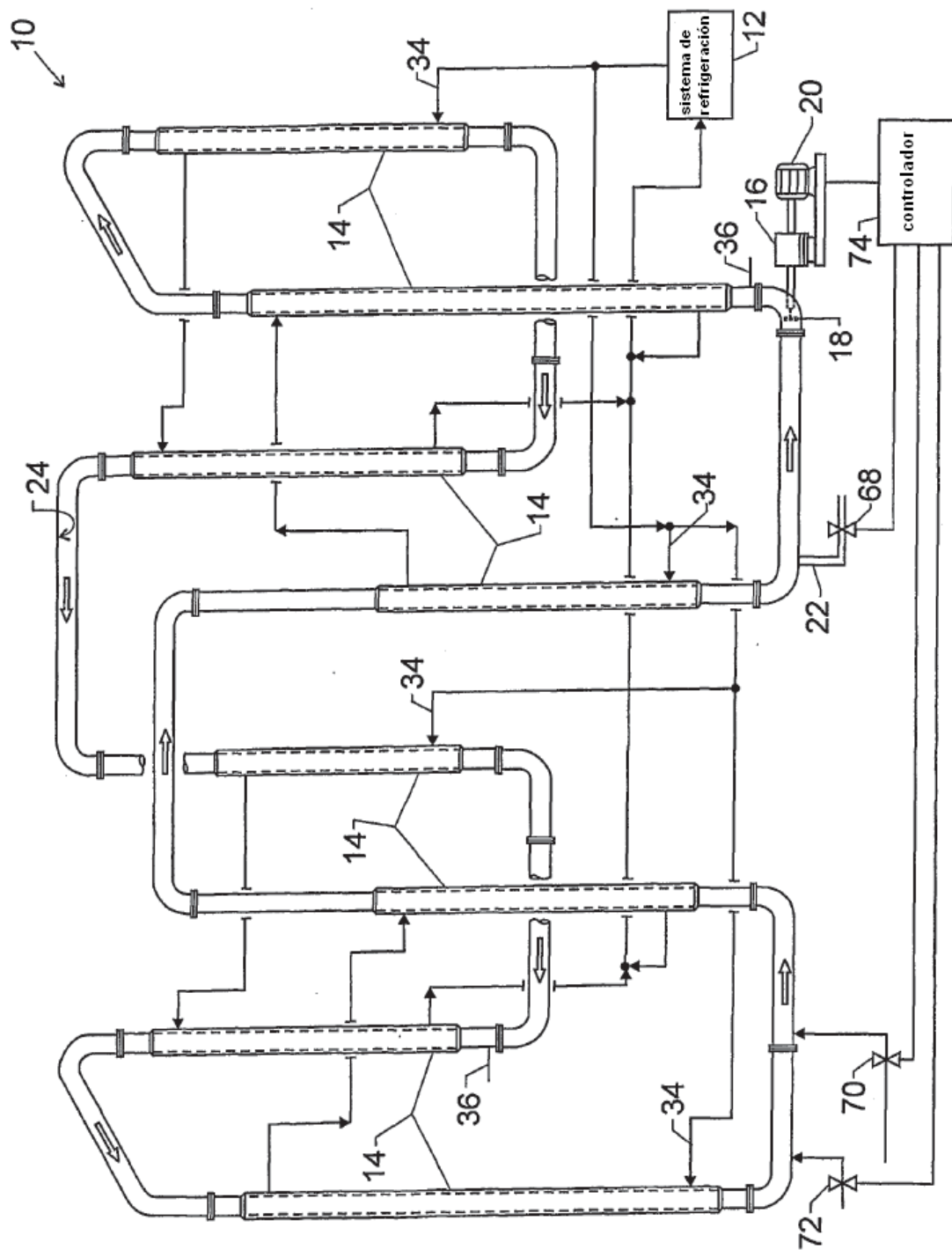


FIG. 10

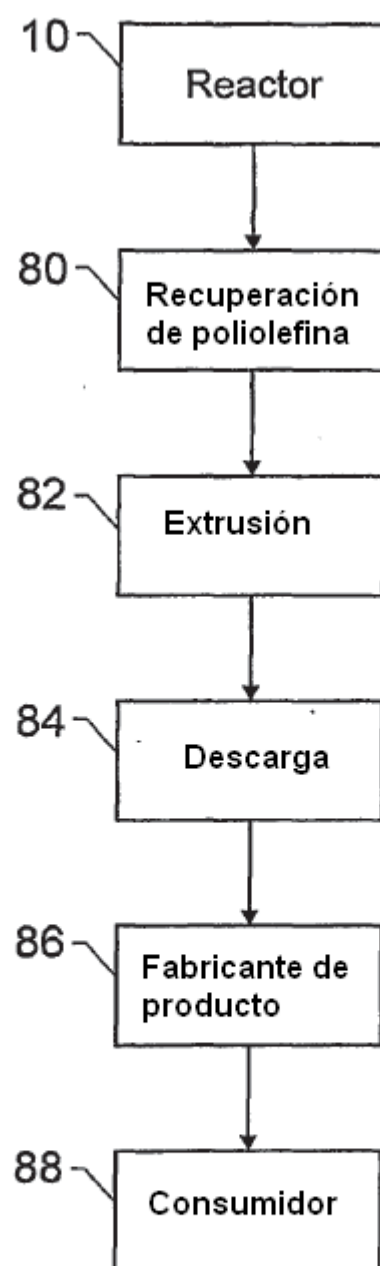


FIG. 11