

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 980 401**

51 Int. Cl.:

C08F 2/01 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

C08F 2/02 (2006.01)

C08F 110/14 (2006.01)

C08F 210/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.01.2020 PCT/GB2020/050234**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2020 WO20161473**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.01.2020 E 20706013 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2024 EP 3921348**

54 Título: **Método de polimerización y aparato para ello**

30 Prioridad:

04.02.2019 GB 201901496

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

01.10.2024

73 Titular/es:

**INNOSPEC LIMITED (100.0%)
Innospec Manufacturing Park, Oil Sites Road
Ellesmere Port, Cheshire CH65 4EY, GB**

72 Inventor/es:

**WATERSON, CARL;
HAYTON, RICHARD DAVID y
MCROBBIE, IAN MALCOLM**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 980 401 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 de polimerización y aparato para ello

5 La presente invención hace referencia a reacciones químicas y, en particular, aunque no exclusivamente, hace referencia a reacciones para la preparación de polímeros. Las formas de realización preferidas hacen referencia al montaje y/o funcionamiento de aparatos para llevar a cabo una reacción química, por ejemplo, una reacción de polimerización. Las formas de realización preferidas hacen referencia a polímeros reductores de arrastre y a la utilización de los mismos en la reducción del arrastre, por ejemplo, para reducir el efecto de fricción ("arrastre") experimentado por un hidrocarburo líquido que fluye a través de una tubería de transporte de hidrocarburos.

10 La utilización de polímeros y/o copolímeros de alfa-olefinas para reducir el efecto de fricción ("arrastre") experimentado por un hidrocarburo líquido que fluye a través de una tubería de transporte de hidrocarburos es bien conocido en la técnica. La reducción del arrastre disminuye la cantidad de energía necesaria para lograr dicho flujo y, por consiguiente, también disminuye los costes asociados al bombeo. Estos materiales, a menudo denominados agentes reductores de arrastre (DRA), pueden adoptar diversas formas, incluidos determinados polímeros en suspensiones solubles en aceite, emulsiones, gránulos, geles, polvos microfinos y lodos particulados, por ejemplo, que comprenden disolventes acuosos, orgánicos o mixtos acuosos/orgánicos. En algunos casos, el DRA puede comprender una solución "verdadera" en un disolvente portador adecuado (por ejemplo, un producto de solución polimérica diluida, producido en un proceso de polimerización en solución). Sin embargo, los lodos particulados que comprenden polímeros molidos suelen ser la forma menos costosa.

15 Los polímeros más utilizados comúnmente en la preparación de DRA son las poli(alfa-olefinas) con cadenas de carbono de longitudes que oscilan desde 2 aproximadamente a 40. Normalmente, estos polímeros se preparan utilizando catalizadores Ziegler-Natta y, con frecuencia, también cocatalizadores como por ejemplo los compuestos de alquilaluminio. Estas reacciones de polimerización tienden a ser muy eficientes, produciendo un rendimiento relativamente alto cuando se llevan a cabo en masa. Sin embargo, también suelen ser altamente exotérmicas. La propia exotermia crea problemas que reducen la utilidad del producto si no se controla de forma eficaz. Estos problemas incluyen, entre otros, una reducción sustancial del peso molecular del polímero. Esto puede reducir sustancialmente la eficacia del polímero en una formulación de agente reductor de arrastre.

20 Se han descrito diversos tipos diferentes de aparatos para producir polímeros y/o copolímeros de alfa-olefinas según se describe a continuación.

25 Los documentos US5504132 y US5504131 describen la preparación y la utilización de polímeros reductores de arrastre solubles en hidrocarburos de alto peso molecular no cristalinos. Los documentos describen recipientes de reacción de polimerización adecuados como botellas y bolsas poliméricas. Se afirma que la invención allí descrita se ha demostrado con botellas y bolsas que contienen de cinco a siete capas, incluyendo una poliolefina impermeable al agua como por ejemplo polipropileno, polietileno, polibutileno, un polímero de unión, y barrera de oxígeno de etileno vinil alcohol copolímero, otro polímero de unión, y recubierta externamente con polietileno, polipropileno o polibutileno. Se afirma que la utilización de tereftalato de polietileno como capa adicional para añadir resistencia al reactor a altas temperaturas es el más preferido. Una desventaja de la utilización de la botella y la bolsa descritas es que el polímero de poli(alfa-olefina) producido es extremadamente adherente a las paredes de los recipientes del reactor. Como resultado, los recipientes poliméricos no se pueden separar del polímero de poli(alfa-olefina). En su lugar, los recipientes o bolsas se Trituran junto con el polímero al formar el material reductor de arrastre. Sin embargo, esto tiene desventajas y no es deseable: el material de las botellas o bolsas puede contaminar los procesos o productos posteriores, por ejemplo, dentro de las refinerías de petróleo. Cuando la contaminación llega al combustible refinado, se pueden producir efectos adversos, como por ejemplo obstrucciones de filtros, en la aplicación final del combustible.

30 Los documentos US7534403, US7582708, US8105547 y US8110150 describen reactores de polimerización para crear polímeros que reducen el arrastre. Se dice que los reactores abordan el problema de la retirada del calor del reactor de polimerización DRA sin la adición de aditivos refrigerantes. La solución al problema implica la utilización de un reactor que incluye un depósito el cuál incorpora un conjunto de placas las cuales definen un intercambiador de calor. En una forma de realización, diecisiete, placas de intercambiador del calor de 4 pies se separan 4 13/16 de pulgada. Desventajosamente, conseguir una calidad de producto constante es difícil utilizando el aparato, debido a las dimensiones y separar el polímero de las placas del intercambiador de calor puede ser difícil.

35 El documento US6649670B describe métodos de polimerización continua y molienda en ambiente para agentes reductores de arrastre de poliolefinas. En una forma de realización, se describe un método de polimerización continua que implica un proceso de envasado de "formar, llenar y sellar". El aparato de polimerización puede comprender un reactor de depósito agitado en continuo (CSTR) en el que las materias primas (por ejemplo, monómeros y catalizadores) son cargadas de forma continua, y se dejan un tiempo de permanencia o residencia apropiado en el sistema del reactor, de tal forma que se mantiene un peso molecular o viscosidad adecuados y, posteriormente, se descargan de forma continua en un dispositivo de envasado de "forma, llenado y sellado". El dispositivo de envasado puede formar bolsas que sirven como recipientes de reactor temporales y aislados que se recogen, se mantienen en presencia de una atmósfera inerte y se permite que los reactivos polimericen a alta conversión.

El documento US6906150 describe un método de preparación de polímeros que son agentes reductores de arrastre. El método comprende permitir que una mezcla de polimerización polimerice en al menos una cámara de reacción cerrada configurada como un espacio vacío lineal con un eje lineal y una sección transversal y un primer y segundo extremos, donde el espacio vacío lineal está rodeado por una pared de cámara que tiene una superficie de cámara interior y una superficie de intercambio de calor exterior. El refrigerante pasa sobre la superficie exterior de intercambio de calor para eliminar el calor de la misma. Los extremos de la cámara de reacción se abren y se extrae esencialmente todo el polímero de cada cámara de reacción con un émbolo de recolección. El émbolo de recolección se desplaza a lo largo del eje lineal del espacio vacío desde el primer extremo hasta el segundo del mismo. Sin embargo, la utilización de émbolos de recolección es poco práctico, ya que los aparatos que comprenden dichos émbolos son caros de fabricar, los émbolos no son muy eficaces para extraer el polímero sólido de las cámaras de reacción y, además, la limpieza del aparato listo para recargar las cámaras de reacción requiere mucho tiempo y es difícil.

Un objetivo de la presente invención es abordar problemas asociados con la fabricación de polímeros reductores de arrastre que puedan ser ventajosos.

De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un método de ensamblaje y/o funcionamiento de aparatos para llevar a cabo una reacción química, siendo el método según se describe en la reivindicación 1.

Dicha carcasa se dispone preferiblemente para soportar el precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido. En la etapa (i), el precursor de dicho receptáculo es preferiblemente, en esencia, lácido. Preferiblemente, el receptáculo lácido descansa sobre una superficie de la carcasa que lo soporta adecuadamente. Preferiblemente, dicha superficie es, en esencia, horizontal o se inclina hasta 10° (por ejemplo, hasta 5°) con respecto a la horizontal. Preferiblemente, el receptáculo lácido descansa sobre una o más superficies de la carcasa que lo soportan adecuadamente. Preferiblemente, dicha(s) superficie(s) es(son), en esencia, horizontal(es) o se inclinada(n) hasta 45°, como por ejemplo, hasta 40°, o 30° o más preferiblemente hasta 10° (por ejemplo, hasta 5°) con respecto a la horizontal.

Preferiblemente, dicho precursor de dicho receptáculo tiene una longitud (L) y, preferiblemente, en la combinación descrita en la etapa (i), al menos el 60 %, al menos el 80 %, o al menos el 90 % de la longitud (L) del precursor de dicho receptáculo está en contacto y/o soportado por una superficie de la carcasa.

Preferiblemente, dicha carcasa es alargada y, en la combinación descrita en la etapa (i), la longitud (L) del precursor del receptáculo se extiende al menos un 60 %, al menos un 80 %, o al menos un 90 % a lo largo de la extensión alargada de una región interna de la carcasa en la que se dispone dicho precursor de dicho receptáculo.

Preferiblemente, dicha carcasa tiene un volumen en el que se dispone dicho precursor del receptáculo, en donde, en la combinación descrita en la etapa (i), dicho precursor del receptáculo ocupa menos del 70 % de dicho volumen, por ejemplo, menos del 55 %, o menos del 30 %. En algunas formas de realización dicho precursor del receptáculo ocupa menos del 20 %, convenientemente menos del 10 % o menos del 5 % de dicho volumen.

En la combinación descrita en la etapa (i), dicho precursor del receptáculo se fija preferiblemente en su posición, convenientemente en relación con la carcasa. Se fija preferiblemente en su posición en un extremo del precursor del receptáculo, cuyo extremo es preferiblemente un extremo abierto del precursor del receptáculo y/o un extremo del precursor del receptáculo en el que se puede introducir fluido, por ejemplo, en la etapa (ii) del método.

Dicho precursor de dicho receptáculo no es preferiblemente autoportante. Es preferiblemente lácido a menos que se infle o se soporte de otro modo por medios externos, por ejemplo, una superficie de apoyo de dicha carcasa.

Dicho precursor de dicho receptáculo comprende preferiblemente un material plástico (por ejemplo, un material polimérico), por ejemplo, un material de película plástica. Dicho material de película puede tener un espesor de al menos 20 μm , convenientemente al menos 50 μm , preferiblemente al menos 100 μm .

El espesor del material de la película puede ser inferior a 2000 μm , preferiblemente inferior a 1 000 μm , más preferiblemente inferior a 500 μm . El área de la pared interna del precursor de dicho receptáculo (y/o el receptáculo distendido de la etapa (ii)) se puede definir como el área del receptáculo que se prepara para contener material (por ejemplo, polímero durante su utilización). Convenientemente, al menos el 50 %, preferiblemente al menos el 75 %, más preferiblemente al menos el 90 %, especialmente alrededor del 100 % del área de la pared interna se define mediante dicho material de película plástica que tiene un espesor en el rango definido. El espesor del material de película puede estar comprendido entre 20 μm y 1000 μm , preferiblemente entre 50 μm y 500 μm .

El área de la pared interna del precursor del receptáculo según se describe está definida preferiblemente por un material de película plástica que está formada por una sola capa. Por lo tanto, el precursor del receptáculo preferiblemente no comprende un laminado y/o un material multicapa. Dicha área de pared interna del precursor del receptáculo tiene preferiblemente una superficie, en esencia, lisa.

5 Un área de la pared externa del precursor del recipiente, que es la zona de la pared del precursor del receptáculo en un lado opuesto del material de la película al del área de la pared interna, tiene preferiblemente una superficie, en esencia, lisa como la descrita para el área de la pared interna. Dicha área de pared interna y dicha área de pared externa están formadas preferiblemente por materiales idénticos y, preferiblemente, representan superficies opuestas del mismo material.

Preferiblemente, en esencia, la totalidad de dicho precursor del receptáculo comprende dicho material plástico, más preferiblemente dicho material de película plástica, tal como se ha descrito.

10 Según se ha descrito, dicho precursor del receptáculo comprende preferiblemente un material plástico, por ejemplo, un material de película plástica. Convenientemente, al menos el 90 % en peso, preferiblemente al menos el 95 % en peso, más preferiblemente el 100 % en peso de dicho precursor del receptáculo está formado por dicho material plástico.

15 Dicho material plástico es convenientemente lo suficientemente resistente e inerte como para soportar la reacción de polimerización y no adherirse significativamente al polímero mientras se está formando. También es preferible que sea relativamente barato, para que se pueda desechar después de su utilización. Dicho material plástico es preferiblemente termosellable. Es preferiblemente un polímero termoplástico. Preferiblemente es químicamente compatible con los reactivos utilizados y el polímero producido en la reacción de polimerización. Dicho material plástico comprende preferiblemente unidades de repetición de alquileno (por ejemplo, etileno) opcionalmente sustituidas, preferiblemente no sustituidas, que pueden ser componentes de un homopolímero o copolímero. Dicho material plástico comprende preferiblemente un polímero de poliolefina opcionalmente sustituido, preferiblemente no sustituido, como por ejemplo un polímero de polialquileno, por ejemplo, polietileno.

25 Dicho precursor del receptáculo incluye preferiblemente un primer extremo y un segundo extremo que están separados a lo largo de la extensión alargada del precursor del receptáculo. Dicho primer extremo preferiblemente es un extremo cerrado y, más preferiblemente, se cierra, en esencia, de forma permanente, es decir, preferiblemente no se puede abrir, excepto, por ejemplo, mediante la destrucción del precursor del receptáculo. Dicho primer extremo incluye preferiblemente una región sellada, por ejemplo, una región sellada por calor, convenientemente por la que las paredes opuestas del precursor del receptáculo se han fijado juntas, por ejemplo, unidas por calor, para definir de este modo el extremo cerrado.

35 En el contexto de la presente memoria descriptiva y a menos que el contexto requiera otra cosa, el diámetro del receptáculo hace referencia a la línea recta más larga que pasa de un lado de la sección transversal del receptáculo a un lado opuesto, cuando el receptáculo está en un estado distendido (por ejemplo, inflado) y/o cuando se configura para definir su área de sección transversal máxima.

40 En el contexto de un receptáculo que tiene una forma de sección transversal, en esencia, simétrica (por ejemplo, que tiene una sección transversal, en esencia, circular), el diámetro del receptáculo hace referencia a una línea recta que pasa de un lado a un lado opuesto del receptáculo, a través del centro de la sección transversal, cuando el recipiente se encuentra en un estado distendido (por ejemplo, inflado) y/o cuando se configura para definir su área de sección transversal máxima.

45 Preferiblemente, aparte de cualquier medio mediante el cual el primer extremo del precursor del receptáculo se prepara para definir el extremo cerrado, preferiblemente, el precursor del receptáculo no incluye costuras entre dichos extremos primero y segundo. Dicho precursor de dicho receptáculo se forma preferiblemente a partir de tubos planos. Preferiblemente, en dicho primer extremo, según se ha descrito, está sellado y es divergente (por ejemplo, abocardándose) en dicho segundo extremo, convenientemente, según se describe en la presente memoria.

50 Antes de la etapa (i), el método puede comprender una etapa (i)* que comprende seleccionar dicha carcasa e introducir dicho precursor de dicho receptáculo en la carcasa, convenientemente para definir la combinación descrita en la etapa (i).

55 Cuando dicho precursor de dicho receptáculo incluye un primer y un segundo extremos que están separados a lo largo de la extensión alargada del precursor del receptáculo y en donde el primer extremo es convenientemente un extremo cerrado, el método puede incluir una etapa de selección de un precursor de dicho receptáculo que incluye una región adyacente a dicho segundo extremo que diverge (o está convenientemente ensanchada), convenientemente de modo que una abertura del receptáculo en dicho segundo extremo (convenientemente por medio de la cual se puede introducir fluido en el precursor en la etapa (ii) del método) tenga un diámetro mayor que una región del precursor hacia el interior del segundo extremo.

65 La longitud del receptáculo es convenientemente la distancia lineal entre dicho primer extremo y dicho segundo extremo. Preferiblemente, el diámetro del precursor del receptáculo es, en esencia, constante durante al menos el 80 % (preferiblemente al menos el 90 % o el 95 %) de la distancia desde el primer extremo hacia dicho segundo extremo. En una forma de realización preferida, una región del precursor de dicho receptáculo adyacente a dicho segundo extremo diverge (o se ensancha convenientemente) de modo que una abertura del precursor de dicho

receptáculo en dicho segundo extremo tiene un diámetro mayor que una región del precursor de dicho receptáculo hacia el interior del segundo extremo. Una disposición de este tipo facilita la fijación y el sellado del segundo extremo en su posición de forma que se minimice la creación de entrehierros durante la utilización.

5 El diámetro del precursor del receptáculo puede estar en el rango de 1 cm a 45 cm en toda su extensión. Cuando el segundo extremo diverge según se ha descrito, el diámetro máximo de la región divergente puede ser hasta un 30 % mayor que el diámetro del receptáculo situado aguas arriba de la región divergente. La longitud del precursor del receptáculo está en el rango de 15 cm a 60 m.

10 En la etapa (i)*, el método puede comprender la sujeción del precursor de dicho receptáculo en su posición. Se sujeta convenientemente en su posición de modo que la posición de dicho precursor de dicho receptáculo se fija con respecto a aquella de dicha carcasa. Un extremo divergente según se describe de dicho precursor de dicho receptáculo se sujeta convenientemente en su posición.

15 La etapa (ii) del método puede comprender la introducción de un fluido inerte (F1), por ejemplo, un gas inerte como por ejemplo el nitrógeno, en dicho precursor de dicho receptáculo para hacer que el precursor de dicho receptáculo se distienda y defina convenientemente un receptáculo distendido. El volumen del receptáculo distendido puede estar en el rango de 4000 cm³ a 0,5 m³. Preferiblemente, el diámetro del receptáculo distendido (convenientemente a lo largo de al menos el 80 % de la longitud del receptáculo) es inferior a 30 cm. Es más preferible que sea inferior a 11 cm. Puede ser de al menos 5 cm o de al menos 7 cm. La longitud del receptáculo distendido está preferiblemente en el rango de 3 a 15 m, especialmente en el rango de 4 a 11 m.

20 El volumen del receptáculo está preferiblemente en el rango de 4000cm³ a 0,5m³, por ejemplo, en el rango de 10000cm³ a 0,15m³, más preferiblemente en el rango de 20000cm³ a 0,12m³. El diámetro, la longitud y/o el volumen se seleccionan convenientemente según se ha descrito para optimizar el proceso de polimerización y/o el curado del polímero dentro del receptáculo. Se ha descubierto que si el diámetro, la longitud y/o el volumen son demasiado grandes, la transferencia de calor durante la polimerización puede ser insuficiente. Esto puede significar que el grado de polimerización a través del diámetro y/o dentro del volumen puede ser inaceptablemente variable, lo que puede dar lugar a la producción de un polímero reductor de arrastre inferior.

25 La relación de aspecto del receptáculo distendido se puede definir como la longitud del volumen interno del receptáculo dividida por el diámetro del volumen interno del receptáculo. Dicha relación de aspecto puede ser al menos 10, convenientemente al menos 20, preferiblemente al menos 30. Dicha relación de aspecto puede ser inferior a 600, preferiblemente inferior a 300, más preferiblemente inferior a 150. Dicha relación de aspecto está comprendida preferiblemente entre 10 y 300, más preferiblemente entre 30 y 150.

30 El método comprende preferiblemente la introducción de dicho fluido inerte (F1), convenientemente de modo que se descargue fluido, por ejemplo, gas, como por ejemplo oxígeno, desde el precursor de dicho receptáculo, de modo que el nivel de oxígeno dentro del receptáculo distendido tras la introducción de dicho fluido (F1), sea inferior a un nivel predeterminado. Por lo tanto, inicialmente en la etapa (ii), dicho fluido inerte (F1) puede impulsar gas (por ejemplo, oxígeno) del precursor de dicho receptáculo a medida que se distiende (por ejemplo, se infla). Por lo tanto, parte del fluido (F1) introducido en el precursor de dicho receptáculo puede salir del precursor de dicho receptáculo en la etapa (ii), convenientemente junto con el oxígeno arrastrado.

35 La etapa (ii) puede comprender la introducción de dicho fluido (F1) por medio de dicho segundo extremo del precursor del receptáculo.

40 El método puede incluir una etapa opcional (iii) que comprende introducir un fluido (F2) en la carcasa, convenientemente entre una pared de dicha carcasa y una superficie exterior del precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido.

El fluido (F2) puede ser un fluido inerte, por ejemplo, un gas inerte como por ejemplo el nitrógeno.

45 El fluido (F2) se dispone convenientemente para inertizar una región alrededor del precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido - es decir, para inertizar una región fuera del volumen del precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido que recibe fluido (F1) y/o reactivos para la reacción en el aparato.

La etapa (iii) se puede realizar antes, simultáneamente o después de la etapa (ii).

50 Dicha carcasa se dispone preferiblemente para soportar el receptáculo que se dispone convenientemente dentro de la carcasa.

Dicha carcasa incluye preferiblemente medios de refrigeración para refrigerar los reactivos y el polímero contenidos en el aparato durante su utilización.

65

ES 2 980 401 T3

Dicha carcasa incluye preferiblemente medios de inertización para introducir y/o mantener una atmósfera inerte en y/o alrededor del receptáculo.

5 Dicha carcasa es preferiblemente alargada. Dicha carcasa alargada comprende preferiblemente un primer tubo
alargado en el que se coloca dicho precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido. Durante su
utilización (por ejemplo, cuando está inflado y/o cuando contiene reactivos para la preparación de un polímero según
se describe en la presente memoria), dicho receptáculo distendido entra preferiblemente en contacto con una
10 superficie interna del primer tubo alargado. Al menos el 60 %, al menos el 75 %, o al menos el 90 % del área de una
pared externa de dicho receptáculo distendido entra en contacto preferiblemente con dicha superficie interna. Dicho
receptáculo distendido tiene preferiblemente una sección transversal, en esencia, de forma circular, por ejemplo, a lo
largo de al menos el 50 %, al menos el 75 %, al menos el 90 % o al menos el 95 % de su longitud. El área de la sección
transversal del receptáculo distendido puede ser, en esencia, constante, por ejemplo, a lo largo de al menos el 50 %,
al menos el 75 %, al menos el 90 % o al menos el 95 % de su longitud.

15 Preferiblemente, dicho primer tubo alargado tiene una sección transversal circular y dicho receptáculo distendido tiene
una sección transversal circular. La relación entre el diámetro máximo del receptáculo distendido dividido por el
diámetro del primer tubo alargado, convenientemente en una región en donde el primer tubo alargado y el receptáculo
son opuestos entre sí, puede ser de al menos 0,8, preferiblemente de al menos 0,9, más preferiblemente de al menos
0,95. Dicha relación puede ser de 1,2 o menos, preferiblemente de menos de 1,1, más preferiblemente de menos de
20 1,05. Convenientemente, las proporciones mencionadas anteriormente se aplican a lo largo de al menos el 50 % o el
80 % de la longitud del receptáculo distendido. Por lo tanto, en una forma de realización preferida, la relación entre el
diámetro máximo del receptáculo distendido (medido en cualquier posición a lo largo de al menos el 50 % o al menos
el 80 % de la longitud del receptáculo) dividido por el diámetro interno del primer tubo alargado en una posición opuesta
a la posición en la que se mide el diámetro del primer tubo alargado, está en el rango de 0,8 a 1,2, preferiblemente en
25 el rango de 0,95 a 1,1.

Dicha superficie interna de dicho primer tubo alargado es preferiblemente una superficie, en esencia, lisa; y/o
preferiblemente incluye un coeficiente de fricción relativamente bajo para permitir que el receptáculo distendido se
deslice sobre la superficie interna, cuando se le insta a hacerlo. Dicha superficie interna es preferiblemente
30 ininterrumpida en la mayor parte de su área (por ejemplo, más del 80 % o más del 90 %). Dicha superficie interna es
preferiblemente cilíndrica, preferiblemente cilíndrica de forma circular. Dicha superficie interna tiene preferiblemente
una sección transversal constante a lo largo de, en esencia, toda su extensión.

35 Dicho primer tubo alargado es preferiblemente cilíndrico, por ejemplo, cilíndrico de forma circular. Dicho primer tubo
alargado es preferiblemente rígido y/o autoportante. Puede ser metálico, por ejemplo, de acero.

Dicho primer tubo alargado puede incluir un puerto (A) a través de una pared del mismo para permitir que el fluido
pase dentro y/o fuera del primer tubo durante su utilización. Dicho tubo alargado puede incluir uno o varios de dichos
40 puertos.

Dicha carcasa alargada comprende preferiblemente un segundo tubo alargado que es convenientemente coaxial con
dicho primer tubo y dicho primer tubo se coloca convenientemente dentro del segundo tubo. Dichos tubos primero y
segundo preferiblemente se separan radialmente de modo que se define un hueco anular entre los tubos primero y
segundo, existiendo convenientemente medios separadores para mantener el hueco. Dicho hueco anular
45 preferiblemente define un paso de fluido para un fluido refrigerante.

El hueco anular se extiende preferiblemente alrededor de, en esencia, la totalidad del área superficial del primer tubo,
de modo que el fluido refrigerante entre en contacto convenientemente con al menos el 20 %, al menos el 50 %, al
menos el 70 %, al menos el 80 %, al menos el 90 %, especialmente, en esencia, la totalidad del área superficial del
50 primer tubo durante su utilización por el mismo para enfriar el primer tubo (y, en consecuencia, el receptáculo dentro
del mismo). Por lo tanto, la disposición puede definir parte de unos o dichos medios de refrigeración para refrigerar los
reactivos en el receptáculo distendido (por ejemplo, el receptáculo que contiene reactivo descrito en la presente
memoria) durante su utilización.

55 Dicho segundo tubo es preferiblemente cilíndrico, por ejemplo, cilíndrico de forma circular.

Dicho segundo tubo alargado es preferiblemente rígido y/o autoportante. Puede ser metálico, por ejemplo, de acero.

60 Dicho segundo tubo alargado puede incluir uno o, preferiblemente, varios puertos (por ejemplo, un puerto (B) y un
puerto (C)) a través de una pared del segundo tubo para permitir que el fluido pase dentro y fuera del segundo tubo (y
convenientemente dentro y/o fuera de dicho hueco anular), durante su utilización. El método puede incluir la etapa de
introducir un fluido (por ejemplo, un líquido refrigerante, por ejemplo, una mezcla de etilenglicol y agua) por medio de
uno o varios de dichos puertos (por ejemplo, puerto (B) y / o puerto (C)).

65 Dicho primer tubo alargado está preferiblemente cerrado en un primer extremo (que es convenientemente adyacente
al primer extremo de dicho precursor y/o receptáculo distendido) por una primera placa de extremo. La primera placa

de extremo puede incluir un puerto (por ejemplo, puerto (D)) que se extiende a través de ella para permitir que el fluido pase dentro y fuera de los tubos primero y/o segundo.

5 Dicha carcasa alargada incluye preferentemente medios de fijación para fijar de forma liberable dicho precursor y/o receptáculo distendido en su posición, convenientemente dentro de los tubos primero y/o segundo, según se ha descrito. Por lo tanto, la carcasa se prepara preferiblemente para la extracción del receptáculo alargado de la misma convenientemente después de que se haya producido un polímero en el mismo. En una forma de realización preferida en la que la carcasa incluye un primer tubo, según se ha descrito, la carcasa y/o el primer tubo se pueden preparar para que el receptáculo se deslice fuera del primer tubo y, de este modo, se retire y/o desenganche del mismo.

10 Dichos medios de fijación pueden comprender una abrazadera para sujetar el precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido en su posición. Cuando el precursor de dicho receptáculo incluye un segundo extremo (que está convenientemente ensanchado según se ha descrito), los medios de fijación pueden sujetar el segundo extremo y/o las regiones adyacentes al mismo en su posición. Dicha abrazadera puede incluir una segunda placa de extremo que se prepara convenientemente para conectarse de forma operativa al primer tubo alargado (cuándo se proporciona) de la carcasa alargada.

15 Dicha segunda placa de extremo puede incluir uno o varios puertos (por ejemplo, puertos (E) y (F)) que se extienden a través de la misma para permitir que el fluido pase dentro y/o fuera de la carcasa alargada y/o dicho precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido, durante su utilización.

20 Preferiblemente en el método, el mismo puerto (por ejemplo, el puerto (E)) se utiliza en diferentes momentos tanto para introducir fluido (F1) en dicho precursor de dicho receptáculo para hacer que se distienda (por ejemplo, inflar) y, posteriormente, para suministrar reactivos (por ejemplo, monómero y / o catalizador) en el receptáculo distendido.

25 Cuando dicho aparato incluye medios de refrigeración según se ha descrito, dicho aparato puede incluir un contenedor (C1) para contener un fluido refrigerante, en donde el aparato se dispone para el suministro de fluido refrigerante desde el recipiente (C1) a una región fuera de dicho receptáculo distendido y/o fuera de un receptáculo que contiene reactivo. Cuando el aparato incluye tubos primero y segundo y un hueco anular según se ha descrito, dicho aparato se dispone preferiblemente para suministrar fluido refrigerante desde el contenedor (C1) a dicho hueco anular. El fluido refrigerante puede circular durante su utilización. El método comprende preferiblemente la circulación de un fluido refrigerante dentro del aparato (por ejemplo, dentro de dicho hueco anular) para refrigerar los reactivos, por ejemplo, los monómeros y un polímero formado a partir de los mismos. En el caso de que se desee calentar reactivos en el receptáculo, como alternativa, se puede utilizar un fluido calefactor (por ejemplo, que tenga una temperatura superior a la temperatura ambiente) en lugar de dicho fluido refrigerante. En algunos casos, durante una reacción de polimerización con el aparato se puede suministrar un fluido refrigerante y, en otro momento, un fluido calefactor.

30 Como alternativa a la provisión de dicho segundo tubo alargado que coopera con dicho primer tubo alargado para definir un hueco anular para la circulación de fluido refrigerante según se ha descrito, se puede utilizar un dispositivo de refrigeración alternativo. Este puede comprender un conjunto de refrigeración que incluye un tubo alargado (por ejemplo, de sección transversal, en esencia, rectangular) que se prepara para fijarse (por ejemplo, fijado de forma liberable) adyacente a una superficie exterior del primer tubo alargado. La sección transversal se configura convenientemente de modo que una cara de la misma pueda hacer contacto térmico íntimo (por ejemplo, contacto cara a cara) con el primer tubo alargado. El fluido refrigerante puede circular durante su utilización a través del tubo de sección transversal rectangular para de este modo refrigerar el primer tubo alargado y, en consecuencia, el receptáculo en contacto térmico con el mismo.

35 En una forma de realización, dicho contenedor (C1) contiene fluido refrigerante para refrigerar los reactivos y/o el polímero en el receptáculo distendido y/o un receptáculo que contiene reactivos durante su utilización. Dicho contenedor (C1) se dispone preferiblemente de forma operativa, convenientemente por medio de una tubería, para suministrar fluido refrigerante en dicho hueco anular.

40 Dicho aparato incluye un contenedor (C2) que contiene un monómero, en donde el aparato se dispone para el suministro de monómero en el receptáculo. El método comprende preferiblemente, después de la etapa (ii), introducir uno o más monómeros en el receptáculo distendido, convenientemente para definir un receptáculo que contiene reactivo. Dicho contenedor (C2) se dispone preferiblemente de forma operativa, convenientemente por medio de una tubería, para suministrar monómero a dicho receptáculo.

45 Dicho aparato puede incluir un contenedor (C3) para contener un catalizador, en donde el aparato se dispone para el suministro de catalizador en el receptáculo. En una forma de realización, dicho contenedor (C3) contiene catalizador para el suministro en el receptáculo. El método comprende preferiblemente, después de la etapa (ii), introducir un catalizador en el receptáculo distendido, convenientemente para definir un receptáculo que contiene reactivo. Dicho contenedor (C3) se dispone preferiblemente de forma operativa, convenientemente por medio de una tubería, para suministrar catalizador a dicho receptáculo.

50

55

60

65

Los contenedores (C2) y (C3) se pueden preparar para suministrar el monómero y el catalizador respectivamente a una región de mezcla donde se ponen en contacto y se mezclan, en donde la región de mezcla está aguas arriba de dicho receptáculo. Una tubería se prepara para suministrar convenientemente de forma operativa una mezcla que comprende monómero y catalizador desde la dicha región de mezcla a dicho receptáculo. Por lo tanto, el método comprende preferiblemente mezclar el monómero y el catalizador aguas arriba de dicho receptáculo distendido e introducir dicha mezcla, después de la etapa (iii), en el receptáculo distendido.

El aparato puede incluir un dispositivo de mezcla para mezclar monómero y catalizador y, preferiblemente, dicho dispositivo de mezcla se proporciona aguas arriba de dicho receptáculo distendido.

Dicho aparato puede incluir un contenedor (C4) para contener un fluido inerte (por ejemplo, un gas inerte como por ejemplo el nitrógeno), en donde el aparato se prepara para suministrar el fluido inerte en el aparato y/o en el receptáculo para inertizar el aparato y/o el receptáculo. En una forma de realización, dicho contenedor (C4) contiene fluido inerte. Dicho contenedor (C4) se dispone preferiblemente de forma operativa, convenientemente para suministrar fluido inerte para inertizar el aparato y/o el receptáculo.

El método puede incluir una etapa (iv) que comprende la introducción de reactivos (por ejemplo, al menos un monómero y al menos un catalizador) para la preparación de un polímero en dicho receptáculo distendido de dicho aparato.

El método puede comprender el control de las condiciones alrededor de dicho receptáculo distendido para controlar la polimerización de dichos reactivos dentro del mismo.

El método puede comprender una etapa (v) que comprende el funcionamiento de dichos medios de refrigeración para refrigerar los reactivos y/o el polímero en el receptáculo que contiene reactivos durante la polimerización.

El método sirve preferiblemente para llevar a cabo una reacción de polimerización.

El peso total de los reactivos introducidos en dicho receptáculo distendido puede ser de al menos 12 g, convenientemente de al menos 1000 g, preferiblemente de al menos 10000 g, más preferiblemente de al menos 20000 g y, especialmente, de al menos 30000 g. El peso total puede ser inferior a 3300 kg, convenientemente inferior a 1000 kg, preferiblemente inferior a 500 kg, más preferiblemente inferior a 250 kg, especialmente inferior a 100 kg. El peso total de los reactivos introducidos en dicho receptáculo distendido puede estar comprendido entre 1000 g y 250 kg, preferiblemente entre 10000 g y 100 kg.

El polímero producido en el método es convenientemente una poli(alfa-olefina). Dicho monómero comprende una alfa-olefina. Las alfaolefinas preferidas pueden tener una longitud de cadena de carbono en el rango de 2 a 40 átomos de carbono, preferiblemente de 4 a 25, más preferiblemente de 6 a 12 átomos de carbono. Dicho al menos un monómero se puede seleccionar del grupo que comprende: 1-hexeno, 1-hepteno, 1-noneno, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, isobutileno; alquilacrilatos; alquilmetacrilatos; estireno y alquilestireno. Los copolímeros (que pueden incluir dos o más monómeros distintos) de estos monómeros también pueden ser agentes reductores de arrastre adecuados. Los monómeros preferidos incluyen alfa-olefinas con una longitud de cadena de carbono en el rango de 4 a 25, más preferiblemente de 6 a 12 átomos de carbono. Los monómeros preferidos se seleccionan del grupo que comprende: 1-hexeno, 1-hepteno, 1-noneno, 1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, isobutileno. Un monómero especialmente preferido es el 1-deceno.

Los agentes reductores de arrastre de copolímeros preferidos pueden comprender unidades de repetición derivadas del 1-dodeceno, opcionalmente (pero preferiblemente) en combinación con unidades de repetición de uno o más monómeros adicionales. Dichos monómeros adicionales se pueden seleccionar entre 1-hexeno, 1-octeno y 1-dodeceno, por ejemplo, en una proporción molar de 1:9 a 9:1. Un copolímero especialmente preferido que arrastra agente reductor se puede preparar a partir de una mezcla de monómero que comprende 1-hexeno y 1-deceno.

En el método se puede utilizar cualquier catalizador y/o cocatalizador adecuado conocido, siempre que catalice la reacción en grado suficiente. Los metalocenos son catalizadores útiles para polimerizar algunos monómeros. En el caso de las alfa-olefinas, la polimerización se puede realizar mediante la inclusión de una mezcla de catalizador Ziegler-Natta y cocatalizador(es) en el monómero. Los catalizadores para la polimerización de alfa-olefinas incluyen, entre otros, el catalizador en polvo $TiCl_3$.AA (tricloruro de titanio activado con aluminio); cocatalizador(es), cloruro de dietilaluminio (DEAC) y etóxido de dietilaluminio (DEALE); TEAL (cloruro de trietilaluminio), tri-metilaluminio, tri-isobutilaluminio, MAO (metilaluminoxano), haloalcanos (por ejemplo, 1, 2-dicloreto) y similares. Por supuesto, será necesario hacer coincidir el cocatalizador con el catalizador principal, de modo que la actividad catalítica del catalizador principal se active sólo por la presencia de un cocatalizador particular o de una clase del mismo.

El método puede comprender, tras la introducción de reactivos en el receptáculo distendido en la etapa (iv), cerrar el acceso al receptáculo que contiene reactivos (por ejemplo, sellándolo), excepto, opcionalmente, para una vía de entrada a través de la cual se introduce en el receptáculo un fluido inerte, por ejemplo, un gas inerte como por ejemplo el nitrógeno, por ejemplo, a una presión relativamente baja (por ejemplo, de aproximadamente 0,5 psi). Después de

la etapa (iv), el método comprende convenientemente una reacción de polimerización que se puede llevar a cabo durante un tiempo de al menos 10 horas, al menos 1 día, al menos 2 días, al menos 3 días, al menos 4 días o al menos 5 días. Dichos periodos de tiempo se miden convenientemente a partir de la finalización de la introducción de reactivos en el receptáculo distendido, para definir de este modo dicho receptáculo que contiene reactivos. Dicha reacción de polimerización se lleva a cabo preferiblemente durante menos de 20 días. Después de un tiempo seleccionado, el polímero se puede retirar del aparato.

El método incluye preferiblemente una etapa de retirar un receptáculo que contiene el polímero de la dicha carcasa, convenientemente después de la etapa (iv). El método puede comprender la liberación de dicho medio de fijación, por ejemplo, dicha abrazadera que sujeta dicho receptáculo en su posición. Por lo tanto, preferiblemente, después de que el polímero se prepare en dicho receptáculo que contiene reactivo, un receptáculo que contiene polímero se puede retirar de la carcasa.

El método comprende preferiblemente el deslizamiento del receptáculo que contiene el polímero fuera de la carcasa. Se puede deslizar desde la carcasa en la dirección de la extensión alargada de la carcasa. Por ejemplo, cuando la carcasa incluye un primer tubo alargado según se ha descrito, dicho receptáculo se puede deslizar sobre una superficie interna de dicho primer tubo, para retirarlo de este modo de dicho primer tubo, convenientemente de modo que dicho receptáculo quede totalmente desacoplado de todas las demás partes del aparato.

Dicho método es preferiblemente un proceso por lotes, por ejemplo, para producir de 12 g a 3300 kg, preferiblemente de 20 kg a 100 kg, más preferiblemente de 30 kg a 50 kg de polímero, por ejemplo, en dicho precursor de dicho receptáculo.

El método puede incluir una etapa de retirada del polímero del receptáculo en el que está preparado. Dicho método puede comprender separar, por ejemplo, despegando la película del receptáculo del polímero. Ventajosamente, esto se puede lograr sin dejar ninguna película derivada del receptáculo sobre el polímero. Por lo tanto, en una forma de realización preferida, al menos el 95 % en peso, preferiblemente al menos el 99 % en peso, más preferiblemente el 100 % en peso de la película del receptáculo se separa del polímero. Por lo tanto, el polímero se puede aislar del receptáculo y, por consiguiente, preferiblemente incluye menos de 1 % en peso, más preferiblemente menos de 0,1 % en peso, especialmente, en esencia, 0 % en peso de película derivada de dicho receptáculo.

El método comprende preferiblemente la reutilización de la carcasa. Por ejemplo, el método puede comprender la conexión de un nuevo precursor de dicho receptáculo con dicha carcasa y la repetición de las etapas descritas para producir polímero en el nuevo precursor de dicho receptáculo. Dicho nuevo precursor de dicho receptáculo puede tener cualquier característica del precursor de dicho receptáculo mencionada anteriormente.

En una forma de realización (I), el método del primer aspecto puede comprender las etapas de:

- (i) seleccionar una carcasa en el que se disponga un precursor de un receptáculo; y
- (ii) introducir un fluido (F1) en dicho precursor de dicho receptáculo para hacer que el precursor se distienda (por ejemplo, se infle) para definir un receptáculo distendido para recibir reactivos para la reacción en el aparato;
 - en donde el precursor de dicho receptáculo comprende una película de polialquileno de una sola capa;
 - el espesor de dicha película de polialquileno está comprendido entre 50 μm y 500 μm (por ejemplo, entre 125 μm y 500 μm);
 - el diámetro del precursor de un receptáculo en su estado distendido (por ejemplo, inflado) está comprendido entre 7 cm y 25 cm (por ejemplo, entre 7 cm y 11 cm);
 - la longitud del precursor del receptáculo está comprendida entre 300 cm y 1500 cm; y
 - el precursor del receptáculo tiene una región divergente (por ejemplo, en un segundo extremo del precursor de un receptáculo según se ha descrito en la presente memoria) que tiene un diámetro máximo de hasta un 30 % mayor que el diámetro del precursor del receptáculo aguas arriba de la región divergente.

En dicha forma de realización (I), el método puede incluir la introducción de reactivos para la reacción (por ejemplo, polimerización) en el aparato, en donde convenientemente los reactivos son según se ha descrito en la presente memoria.

De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona un aparato para llevar a cabo una reacción química según se describe en la reivindicación 15.

Dicho receptáculo distendido incluye convenientemente un fluido (F1) que convenientemente está contenido dentro del receptáculo distendido y/o que provoca la distensión (por ejemplo, inflado) del receptáculo.

El aparato puede ser según se ha descrito en el primer aspecto.

La carcasa puede ser según se ha descrito en el primer aspecto.

5 Dicho receptáculo distendido y un precursor de dicho receptáculo distendido pueden ser según se han descrito en el primer aspecto.

10 Dicho aparato puede incluir cualquier característica del aparato del primer aspecto y/o utilizada en el método del primer aspecto.

En una forma de realización, dicho contenedor (C1) contiene fluido refrigerante para refrigerar los reactivos y/o el polímero en el receptáculo durante su utilización.

15 En una forma de realización, dicho contenedor (C3) contiene catalizador para el suministro en el receptáculo.

Los contenedores (C2) y (C3) se pueden preparar para suministrar el monómero y el catalizador respectivamente a una región de mezcla donde se contraen y se mezclan, en donde la región de mezcla se encuentra aguas arriba de dicho receptáculo.

20 El aparato puede incluir un dispositivo de mezcla para mezclar el monómero y el catalizador y, preferiblemente, dicho dispositivo de mezcla se proporciona aguas arriba de dicho receptáculo.

25 Dicho aparato puede incluir un contenedor (C4) para contener un fluido inerte (por ejemplo, un gas inerte como por ejemplo el nitrógeno), en donde el aparato se prepara para suministrar el fluido inerte en el aparato y/o en el receptáculo para inertizar el aparato y/o el receptáculo. En una forma de realización, dicho contenedor (C4) contiene fluido inerte.

30 El volumen del receptáculo distendido puede estar en el rango de 12cm^3 a 4m^3 . Preferiblemente, el diámetro del receptáculo distendido (convenientemente a lo largo de al menos el 80 % de la longitud del receptáculo) es inferior a 30 cm. Es más preferible que sea inferior a 11 cm. Puede ser de al menos 7 cm. La longitud del receptáculo distendido esta preferiblemente en el rango de 3 a 15 m, especialmente en el rango de 4 a 11 m. El volumen del receptáculo se encuentra preferiblemente en el rango de 10000cm^3 a $0,15\text{m}^3$, más preferiblemente en el rango de 20000cm^3 a $0,12\text{m}^3$.

35 Las formas de realización específicas de la invención se describirán a continuación, a modo de ejemplo, con referencia a los dibujos adjuntos en los cuales:

La Figura 1 es una representación esquemática de un aparato para producir un polímero

40 Las Figuras 2(a) a 2(d) ilustran, en sección esquemática, las etapas de fabricación implicadas en la producción de un tubo de reacción de plástico del aparato;

Las Figuras 3(a) a 3(d) ilustran las etapas implicadas en el ensamblaje del aparato, incluido el tubo de reacción de plástico;

45 Las Figuras 4(a) y 4(b) ilustran los etapas implicadas en preparar el aparato ensamblado de la Figura 3(d) para su utilización en un proceso de polimerización;

La Figura 5 ilustra el aparato cargándose para la polimerización en masa;

50 Las Figuras 6 y 7 muestran los etapas para la retirada del tubo de reacción de plástico de otras partes del aparato; y

La Figura 8 muestra un tubo sellado que contiene polímero;

55 La Figura 9 muestra un tronco de polímero extraído del tubo de reacción;

La Figura 10(a) es una representación del aparato de la Figura 1, pero incluyendo además un termopar para supervisar la temperatura durante el proceso de polimerización;

60 La Figura 10(b) es una representación del termopar en vista de perfil;

La Figura 10(c) es una vista de alzado en la dirección de la flecha X(c) de la Figura 10(b); y

65 La Figura 11 es un diagrama esquemático de un aparato simplificado para producir un polímero.

En las Figuras, las partes iguales o similares se indican con los mismos números de referencia.

Con referencia a la Figura 1, el aparato 2 para llevar a cabo una reacción de polimerización para producir, por ejemplo, un DRA que incluye monómero(s) y catalizador comprende un conjunto de tubo de soporte alargado rígido 4 que incluye una camisa de refrigeración 6 que contiene refrigerante. La camisa 6 incluye una entrada de refrigerante 8 y una salida de refrigerante 10. Dentro del conjunto de tubo de soporte 4 se dispone un tubo de reacción de plástico inflable 12 (mostrado en un estado, en esencia, lleno en la Figura 1) que hace tope con una pared interna 14 del conjunto de tubo de soporte 4. El accesorio de extremo 16 en un extremo del conjunto de tubo de soporte 4 incluye un puerto de fluido 18 por medio del cual un gas inerte puede salir del aparato. El accesorio de extremo 20 en un extremo opuesto del conjunto de tubo de soporte 4 incluye puertos de fluido 22, 24 en los que los fluidos (por ejemplo, monómero(s) y/o catalizador(es) y/o gas inerte) se pueden introducir y/o extraer del aparato durante el funcionamiento. Cuando se utiliza el aparato, el polímero se produce dentro del tubo de reacción de plástico 12 mientras que el tubo 12 se refrigera por contacto con la pared interna 14 del conjunto de soporte 4 que se refrigera mediante el refrigerante que pasa dentro de la camisa de refrigeración 6 y mientras que se mantiene una presión positiva de gas inerte alrededor del tubo 12. El contenido del tubo de reacción de plástico se puede mantener en condiciones de gas inerte, mediante la aplicación de gas inerte por medio de los puertos 22 y/o 24 mientras se lleva a cabo el proceso de polimerización. Una vez finalizada la polimerización, se retira el accesorio terminal 20 y el tubo de reacción de plástico 12 que contiene el polímero producido se extrae del conjunto 4. El tubo de reacción 12 (es decir, el material plástico que lo compone) se separa, por ejemplo, se pela, del polímero para aislar el polímero del tubo de reacción. A continuación, el polímero se puede triturar y formular para su utilización como aditivo reductor del arrastre.

A continuación, se describen con más detalle las características del aparato y los procesos asociados.

Las Figuras 2(a) a (d) ilustran los etapas necesarias para fabricar el tubo de reacción hinchable de plástico 12 que, en su estado acabado, es como se representa en la Figura 2(d).

El tubo de reacción 12 se fabrica a partir de un tubo plano de polietileno 26 de una capa plana de 125 µm (calibre 500) que inicialmente no está cerrado en ninguno de sus extremos. El tubo tiene una longitud de aproximadamente 600 cm, más entre 5 cm y 10 cm adicionales (para poder sujetarlo en su posición según se describe a continuación en la presente memoria) y una anchura de aproximadamente 153 mm ± 5 mm cuando se encuentra en su estado aplanado, según se muestra en la Figura 2(a).

En una primera etapa, que se muestra en la Figura 2(b), un extremo del tubo se sella térmicamente, según se representa con el número 28, para cerrar de este modo por completo el extremo y definir un extremo cerrado de un receptáculo para una mezcla polimerizable.

En una segunda etapa, mostrada en la Figura 2(c), el extremo abierto del tubo 26 (opuesto al extremo cerrado) se estira (según se ilustra con el número de referencia 27) sobre un cono calentado 30, con lo que el tubo se ensancha en una región del mismo hacia su extremo abierto. Como resultado, el diámetro del tubo 26 adyacente a su extremo abierto aumenta gradualmente al pasar de la región 32, hacia el interior del extremo abierto, a la región 34, situada en dicho extremo abierto.

En una tercera etapa, mostrada en la Figura 2(d), el cono 30 y el tubo 26 se separan de este modo para dejar el extremo abierto ensanchado 35 que se ha deformado de forma permanente por el tratamiento térmico utilizando el cono 30 calentado.

El extremo abierto se ensancha según se ha indicado anteriormente para facilitar la fijación del extremo abierto dentro del aparato de tal manera que se reduzcan al mínimo los entrehierros entre el tubo de reacción de plástico 12 y los accesorios asociados del aparato. Si quedara aire atrapado en los pliegues del tubo de reacción de plástico 12, dicho aire podría ser perjudicial para el proceso de polimerización y/o los reactivos utilizados en el mismo. Además, el ensanchamiento facilita la producción de un sello hermético a los fluidos entre el tubo de plástico y los accesorios del aparato.

El aparato 2 se puede ensamblar según se describe con referencia a las Figuras 3(a) a 3(d).

Con referencia a la Figura 3(a), el conjunto de tubo de soporte 4 incluye un tubo rígido interior 38 dispuesto dentro de un tubo rígido exterior 40. Entre los tubos 38, 40 se proporcionan separadores (no mostrados) para mantener la separación entre los mismos y definir de este modo una vía de paso 42 entre los tubos 38, 40 por la que puede fluir el fluido refrigerante. Los extremos del tubo rígido exterior se sueldan a la superficie exterior del tubo rígido interior, para cerrar los extremos del conjunto de la camisa. La entrada de refrigerante 8 comunica con la vía de paso 42 para el paso de fluido refrigerante desde el exterior a la vía de paso 42 por medio de la entrada 8 y fuera de la misma por medio de la salida 10. El fluido refrigerante puede fluir dentro de la vía de paso alrededor de, en esencia, la totalidad del tubo 38, antes de salir de la vía de paso por medio de la salida de refrigerante 10. Por lo tanto, se dispone un conjunto de tubo de soporte refrigerado y encamisado alrededor del tubo de reacción de plástico 12.

ES 2 980 401 T3

El tubo interior 38 se puede fabricar convenientemente de acero inoxidable (por ejemplo, SS304L) de un espesor de 0,083" (2,1 mm) y puede tener un diámetro exterior de 4" (101,6 mm). La longitud puede ser de 20 pies (609,6 cm).

5 Se ha previsto una entrada 13 (Figura 1) para la introducción de gas en el interior del tubo interior 38, según se describe a continuación.

El tubo exterior 40 se puede fabricar convenientemente de acero inoxidable (por ejemplo, SS304L) de un espesor de 0,12" (3 mm) y puede tener un diámetro interior de 108 mm y un diámetro exterior de 4,5" (114,3 mm). La longitud puede ser de 19 pies, 7½" (598,2 cm).

10 La entrada de refrigerante 8 y la salida 10 se pueden fabricar con un Weldolet NPT de 0,5" (marca registrada). Se puede utilizar un adaptador de ajuste a presión para facilitar la conexión o retirada del tubo de refrigerante.

15 El accesorio final 16 puede comprender una junta adecuada y una placa de extremo de acero inoxidable sanitario con una rosca de un solo macho para el puerto 18.

20 En el extremo izquierdo de la Figura 3(a), se muestra una junta de tres abrazaderas 44 de Viton (marca comercial) de 4" (101,6 mm) y una placa de extremo 46. La placa de extremo 46 incorpora entradas/salidas 22, 24 que se pueden roscar en la placa de extremo. Se puede prever un adaptador de ajuste a presión que permita conectar y retirar cómodamente los tubos de polietileno (PE). La entrada/salida 24 incorpora una válvula de bola NPT de ½". Según se describe a continuación en la presente memoria, durante el proceso descrito, la entrada/salida 24 se utiliza en tres etapas diferentes: (a) inflado y lavado con gas inerte del tubo de reacción 12; (b) carga de la mezcla de monómero/catalizador; y (c) lavado con gas inerte después de la carga con la mezcla de monómero/catalizador (para despejar las líneas de suministro y proporcionar una inertización adicional del contenido del aparato).

25 También según se describe a continuación en la presente memoria, durante el proceso descrito la entrada/salida 22 se puede utilizar como salida de gas inerte durante el inflado del tubo de reacción 12, la inertización y la carga de monómero/catalizador; y posteriormente como entrada de gas inerte (para mantener una pequeña presión positiva en el interior del tubo de reacción 12 durante el resto del proceso de polimerización en masa).

30 Aunque en las figuras el aparato se muestra con los ejes alargados de los tubos 38, 40 del conjunto de tubos de soporte 4 horizontales, se prefiere que los tubos estén elevados en el extremo izquierdo de las Figuras 3(a) a (d) para facilitar el flujo de fluidos desde su posición de introducción y hacia el tubo de reacción 12 definido por el tubo 26; y para evitar la pérdida de monómero/catalizador por medio del puerto 22 durante la carga. Normalmente, el ángulo definido por los tubos 38, 40 con respecto a la horizontal es de aproximadamente 2 a 3° (o el gradiente es de aproximadamente 1 en 20).

35 El tubo de reacción 12, fabricado a partir del tubo 26 según se describe en la Figura 2(d), se inserta en el tubo interior 38 y se empuja dentro del mismo de modo que su extremo sellado térmicamente 28 quede adyacente al accesorio de extremo 16. Según se muestra en la Figura 3(b), inicialmente el extremo abierto ensanchado 35 sobresale del tubo interior 38. A continuación, según se muestra en la Figura 3(c), el extremo abierto ensanchado 35 se gira hacia atrás sobre el reborde 48 producido en el tubo interior 38. A continuación, según se representa en la Figura 3(d), la junta 44 y la placa de extremo 46 se fijan en su posición, sujetando de este modo firmemente (y de forma estanca) el extremo abierto 35 en su posición, según se representa en la Figura 3(d). Obsérvese que en la Figura 3(d) se han omitido las abrazaderas de los accesorios sanitarios en aras de la claridad.

40 Según se observará en la Figura 3(d), tras la inserción del tubo 12 (y antes de inflar el mismo), el tubo está flácido, como según se representa en la Figura 3(d).

45 50 Tras el montaje del aparato, según se describe en las Figuras 3(a) a 3(d), el aparato se puede preparar para su utilización, según se describe en las Figuras 4(a) y 4(b), inflando el tubo 12 e inertizando cualquier región del aparato que pueda entrar en contacto con el monómero/catalizador introducido posteriormente en el aparato, incluido el contacto indirecto que se produce por medio de la difusión de gas a través del tubo.

55 Con referencia a la Figura 4(a), inicialmente el volumen dentro del aparato fuera del tubo 12 y dentro del tubo interior 38 se inertiza a un nivel especificado (por ejemplo, menos de 0,3 % vol. de oxígeno mediante la introducción de gas inerte (por ejemplo, nitrógeno) por medio de la entrada del puerto 13 según se representa con flechas en la Figura 4(a). El gas inerte sale por medio del puerto 18. El contenido de oxígeno del gas que sale del tubo interior 38 se puede supervisar en un punto de muestreo aguas abajo (no mostrado) utilizando métodos estándar.

60 65 A continuación, el tubo 12 se infla según se muestra en la Figura 4(b), utilizando un gas inerte (por ejemplo, nitrógeno). El gas inerte se hace pasar a través del tubo hasta que el gas inerte que sale por medio del puerto 22 tiene un contenido de oxígeno (por ejemplo, inferior al 0,3 % en vol.), medido en un punto de muestreo aguas abajo (no mostrado). El inflado implica la introducción del gas inerte por medio del puerto 24 en el tubo 12.

El gas circula por el interior del tubo 12 para inflarlo y sale por medio del puerto 22. Durante el inflado del tubo 12, se interrumpe el suministro de gas inerte por medio del puerto 13. El inflado del tubo 12 se puede verificar observando el flujo de gas desde el puerto 18, resultante del desplazamiento de un volumen de gas desde el exterior del tubo 12 debido al inflado del tubo 12. Una vez se ha completado el inflado del tubo 12, según se muestra en la Figura 4(b), el puerto 18 se cierra temporalmente, mientras se completa la inertización del tubo 12, para evitar la entrada de aire por medio del puerto 18. El puerto 18 se vuelve a abrir antes de cargar monómero(s)/catalizador(es) en el aparato.

Como alternativa a la secuencia de etapas descrita con referencia a las Figuras 4(a) y 4(b), la secuencia de etapas se puede intercambiar - por ejemplo, el tubo 12 se puede inflar primero y, a continuación, sellarse antes de inertizar la región fuera del tubo 12. Como alternativa, las etapas de las Figuras 4(a) y 4(b) se podrían realizar, en esencia, de forma simultánea, con una presión de gas ligeramente superior dentro del tubo 12 para mantenerlo en un estado inflado.

Una vez completada la etapa 4(b), el aparato está listo para ser cargado con reactivos y proceder a la polimerización. Con referencia a la Figura 5, el flujo de refrigerante en la vía de paso 42 entre los tubos 38, 40 avanza mediante la introducción de refrigerante en la misma por medio de la entrada 8 y la retirada de refrigerante de la misma por medio de la salida 10. A continuación, se introduce una mezcla de monómero/catalizador en el tubo inflado 12 por medio del puerto 24, con lo que se llena el tubo 12. A continuación, se deja que la reacción de polimerización continúe durante un periodo de tiempo adecuado (normalmente aproximadamente 6 días). Durante este tiempo, el refrigerante fluye de forma continua y se puede supervisar la temperatura. Por ejemplo, algunos aparatos pueden incluir un termopar 91 colocado convenientemente (Figura 10). Además, se aplica una presión relativamente baja (aprox. 0,5 psi) de gas inerte por medio de los puertos 22 y 13 para garantizar que el tubo 12 (y su contenido polimerizante) se mantiene en una atmósfera inerte.

La mezcla de monómero(s)/catalizador(es) se prepara convenientemente para producir un polímero de peso molecular ultraelevado para su utilización en la reducción del arrastre. El polímero puede ser convenientemente un polímero y/o copolímero de alfa-olefina(s).

Utilizando el aparato, se preparó polímero a partir de monómero de 1-deceno, según se describe en el Ejemplo 1.

Ejemplo 1 - Producción de polímero

El monómero de 1-deceno (31,6 kg) se purgó con nitrógeno durante 60 minutos para eliminar el oxígeno disuelto que, de otro modo, sería venenoso para el catalizador utilizado. El monómero se hizo pasar por una columna de pretratamiento que contenía 1,5 kg de una mezcla 50:50 de tamices moleculares 13X y 5 Å (que se habían secado previamente al vacío a alta temperatura). Después de la columna de pretratamiento, el monómero se bombeó a un reactor de 90 litros revestido de vidrio, agitado y encamisado, que previamente se había secado e inertizado a 0,3 % vol. de oxígeno o menos.

El 1-deceno se enfrió a 5 °C y, a continuación, se transfirió un 25 % en peso de cloruro de dietilaluminio (DEAC) (80,45 g) en heptano a una bomba Swagelok (marca comercial) dentro de una guantera. A continuación, se añadió al 1-deceno en atmósfera inerte para rebuscar cualquier resto de agua o impurezas próticas. A continuación, la mezcla se agitó durante 20-30 minutos en un reactor de 90 litros.

En el interior de una guantera, se dispersó con agitación tricloruro de titanio activado con aluminio $TiCl_3$ (AAD) (3,7888 g) en heptano anhidro (157,6 ml), 1,2-dicloroetano anhidro (1,37 ml) y se añadió isobutilaluminóxano (IBAO) en heptano (3,5 % en peso de contenido de aluminio en heptano) (41,4 ml) a la dispersión del catalizador. La mezcla se agitó y, a continuación, se transfirió a una bomba Swagelok y posteriormente al reactor de 90 litros, manteniendo una atmósfera inerte, para iniciar la polimerización Ziegler Natta.

Se observa que, al mezclarse el monómero y el catalizador, la polimerización se inicia instantáneamente y, por tanto, procede con rapidez. A continuación, la mezcla se introdujo rápidamente utilizando presión de gas inerte en el tubo inflado 12 por medio del puerto 24, según se ha descrito anteriormente con referencia a la Figura 5.

La mezcla de reacción se mantuvo dentro del tubo 12, según se muestra en la Figura 5, a una temperatura de camisa de 5 °C. Por la vía de paso 42 circuló agua refrigerada. Transcurridas 24 horas, se aumentó la temperatura del fluido en la vía de paso 42 y continuó la reacción.

Durante todo el proceso, tanto el exterior como el interior del tubo 12 se mantuvieron bajo una presión de nitrógeno de aproximadamente 0,5 psi mediante la introducción de nitrógeno por medio de los puertos 13 y 22 para ayudar a restringir la entrada de oxígeno en la mezcla de polimerización.

Al final del mencionado anteriormente tiempo de reacción de 6 días, la junta 44 y la placa de extremo 46 se soltaron, según se muestra en la Figura 6, para permitir el acceso al tubo 12 que contenía el polímero 50. La placa de extremo 16 también se puede retirar opcionalmente para permitir la inspección visual del polímero en el tubo 12. A continuación, el tubo 12 (y el polímero) se extrajeron manualmente del tubo interior 38, según se muestra en la Figura 7. Durante la

extracción, el extremo abierto del tubo 26 se cerró mediante una brida 52 fuertemente apretada (o similar). Posteriormente, el tubo se retiró completamente para aislar el tubo 12 sellado que contenía un tronco de polímero 50 de aproximadamente 20 pies (610 cm), según se muestra en la Figura 8.

5 El tubo 12 (que se fabrica de polietileno, según se ha descrito) se puede separar fácilmente, por ejemplo, cortarse y/o pelarse del tronco de polímero 50, para producir de este modo un tronco de polímero 50 aislado, como una sola pieza, según se muestra en la Figura 9. Una vez retirado el tubo 12, no queda prácticamente ningún residuo de PE que contamine el polímero, lo que puede reducir al mínimo la contaminación del polímero y, a su vez, puede ser ventajoso en usos posteriores del mismo. Sin querer ceñirse a ninguna teoría, la facilidad con la que el tubo se puede cortar del polímero 50 puede estar relacionada con el hecho de que el polímero tiene una densidad aparente más alta (aproximadamente 0,85 g/cm³) que el material de partida de 1-deceno (densidad 0,74 g/cm³), lo que significa que el polímero tiende a encogerse alejándose de la pared del receptáculo a medida que se forma.

15 El tronco de polímero 50 de la Figura 9 puede procesarse, por métodos conocidos y ponerse en contacto con un portador para producir una formulación que comprenda un DRA.

Otros procedimientos realizados se describen en los Ejemplos 2 a 7. En los ejemplos 2 a 6 se describen los procedimientos para evaluar las características de los polímeros producidos según se describe en la presente memoria y los resultados de dichas evaluaciones.

20 **Ejemplo 2 - Determinación del porcentaje de conversión del polímero en un polímero producido**

Se pesó un plato de aluminio desechable con cuatro decimales y se registró el peso (A). Se colocó una muestra del material de ensayo (2 - 3 g) en el plato y se pesó también el peso combinado del plato y la muestra con cuatro decimales (B). La muestra se secó en una estufa de vacío (200 °C, 0,04 Torr) durante una hora, se retiró y se volvió a pesar. Este proceso se repitió hasta conseguir un peso constante (C).

El porcentaje de conversión del polímero se calculó de la siguiente manera:

$$30 \quad \% \text{ conversión} = (C - A) / ((B - A) * D)$$

donde D equivale al porcentaje de pureza del monómero alfaolefina comercial utilizado/100. Por ejemplo, D = 0,994 para el 1-deceno comercial de una pureza del 99,4 %.

35 **Ejemplo 3 - Determinación del porcentaje de reducción de arrastre del polímero producido**

Etapla 1 - Preparación de la solución de trabajo

40 Se cargó n-Hexano (~ 80 ml) en una botella de 250 ml. Se tomó una muestra del polímero de ensayo directamente del registro del polímero, según se preparó en la reacción de polimerización en masa, y se pesó con precisión de cuatro decimales (0,0150 - 0,0200 g). A continuación, se disolvió el polímero en el n-hexano mezclándolo durante 2 días en condiciones de bajo cizallamiento, para obtener una solución (A).

45 A continuación, la solución (A) se transfirió a una botella limpia y previamente pesada de 500 ml y se rellenó con precisión con más n-hexano para obtener una concentración final de polímero de 100 mg/kg (100 ppm p/p). La muestra se mezcló manualmente, evitando agitarla enérgicamente, proporcionando una solución parcialmente diluida (B).

50 Se pesó con precisión una alícuota de la solución (B) (4 g) en una botella limpia y previamente pesada de 1000 ml y, a continuación, se rellenó con precisión con más n-hexano hasta alcanzar el peso objetivo de la muestra (400 g). La muestra se mezcló manualmente según se ha indicado anteriormente para obtener una solución de trabajo (C) de 1 mg/kg (1 ppm p/p).

Etapla 2 - Procedimiento de prueba de la reducción de arrastre

55 Se utilizaron botellas de recogida limpias y previamente pesadas (1000 ml) para recoger los líquidos durante las pruebas.

60 El aparato de ensayo consistía en un recipiente a presión de 2 litros, provisto de una entrada de carga para el disolvente, un desagüe de fondo (utilizado con fines de limpieza al final de los experimentos) y una pata de inmersión conectada a un trozo de tubo de acero inoxidable externo al recipiente (de 7 pies de longitud, 6,35 mm de diámetro exterior y 0,89 mm de espesor de pared). El tubo estaba equipado con una válvula de control en la salida. El recipiente a presión también estaba equipado con una entrada de gas inerte, conectada a una línea de suministro por medio de una válvula de control de presión de precisión. Ésta se fijó a una presión constante (2,6 psi) para todos los experimentos.

65

- 5 El recipiente se cargó o bien con ~ 400 g de solución de trabajo (C) según se preparó en la etapa 1, o bien con n-hexano sin tratar (muestra de control) y, a continuación, se cerró herméticamente y se presurizó con gas inerte (2,6 psi) con la válvula de control de salida cerrada. A continuación, se abrió esta válvula para permitir que el líquido purgara el tubo externo y, a continuación, se cerró (este líquido se desechó). Se colocó una botella de recogida previamente pesada (1000 ml) en la salida y, a continuación, se volvió a abrir la válvula durante 12 - 13 segundos para permitir que el líquido fluyera de nuevo, registrando el tiempo transcurrido utilizando un cronómetro. A continuación, se desechó el líquido restante en el recipiente, enjuagándolo a fondo con n-hexano no tratado (para los ciclos de ensayo en los que se utilizó la solución (C)).
- 10 El porcentaje de mejora del flujo (% FI) y el porcentaje de reducción del arrastre (% DR) se calcularon a partir del caudal de hexano en bruto (F0) y del caudal de la muestra tratada (solución (C)) (Fa) de la siguiente manera:

$$F0 \text{ in g / sec} = (\text{peso en g recogido} / \text{tiempo en s que estuvo abierta la válvula})$$

15 $Fa \text{ in g / sec} = (\text{peso en g recogido} / \text{tiempo en s que estuvo abierta la válvula})$

entonces

20 $\%FI = 100 * (Fa - F0) / F0$

$$\%DR = [(1 + \%FI)^{1.9} - 1] / (1 + \%FI)^{1.9}$$

Ejemplos 4 a 6 -Producción de polímeros utilizando diferentes cantidades de catalizador

- 25 Se llevaron a cabo tres reacciones separadas de polimerización en masa (Ejemplos 4 a 6 respectivamente) utilizando el aparato descrito anteriormente, con 1-deceno como monómero. El procedimiento de síntesis fue idéntico al descrito en el Ejemplo 1, salvo la modificación de las cargas de $TiCl_3$ (AAD), 1,2-dicloroetano, solución de isobutilaluminóxano y diluyente de heptano, para proporcionar diferentes niveles de carga de catalizador (expresados como ppm p/p de Ti en relación con el peso de la carga de monómero). Una vez finalizada la polimerización en masa, se retiró el tubo de reacción que contenía el polímero de acuerdo con el procedimiento anterior, y se tomaron muestras del polímero para su análisis, según se ha descrito en los Ejemplos 2 y 3.

- 35 Para cada uno de los productos poliméricos, se determinaron los porcentajes de conversión del polímero para 10 muestras, tomadas de diferentes puntos dentro del tronco polimérico. Estos puntos se seleccionaron para proporcionar información sobre la consistencia de la polimerización a lo largo tanto del eje longitudinal como del diámetro transversal del tronco de polímero.

- 40 Para cada uno de los productos poliméricos, se determinó el porcentaje de reducción de arrastre (% DR) según se ha descrito en el Ejemplo 3 para cuatro muestras tomadas de diferentes puntos dentro del tronco del polímero. Estos puntos se seleccionaron para proporcionar información sobre la consistencia de las características de rendimiento del producto a lo largo del eje longitudinal del tronco del polímero.

Los resultados de estos experimentos se muestran en la Tabla 1.

45 **Tabla 1**

Ejemplo N.º	Catalizador (ppm p/p Ti)	% de conversión del polímero		% de reducción de arrastre	
		Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
4	120	87	1	50,49	1,61
5	100	87	1	49,60	0,81
6	80	83	1	51,62	0,68

- 50 Los resultados muestran que, cuando se llevaron a cabo polimerizaciones en masa utilizando el aparato descrito, se obtuvieron productos con excelentes características de rendimiento. Los datos muestran que la polimerización se puede realizar con éxito utilizando el aparato en un rango de concentraciones de catalizador típicas para esta aplicación. Además, para cada experimento individual, los datos mostraron una excelente consistencia tanto en la composición química como en las características de rendimiento, en todo el volumen de reacción polimerizado.

Ejemplos 7 a 9 -Producción de copolímeros

Se llevaron a cabo tres reacciones separadas de polimerización en masa (Ejemplos 7 a 9 respectivamente) utilizando el aparato descrito anteriormente, con una mezcla de monómeros de 1-hexeno y 1-deceno. El procedimiento de síntesis fue idéntico al descrito en el Ejemplo 1 (120 ppm p/p de Ti en relación con el peso de la carga del monómero), salvo la selección de los monómeros. Una vez finalizada la polimerización en masa, se retiró el tubo de reacción 12 que contenía el polímero de acuerdo con el procedimiento anterior, y se tomaron muestras del polímero para su análisis, según se describe en los Ejemplos 2 y 3.

Los porcentajes de conversión del polímero y las mediciones del porcentaje de reducción de arrastre (% DR), a partir de múltiples puntos dentro del registro del polímero, se tomaron e informaron de manera idéntica a los Ejemplos 4 a 6.

Los resultados de estos experimentos se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

Ejemplo N.º	1-hexeno		1-deceno		% de conversión del polímero		% de reducción de arrastre	
	% en peso	% molar	% en peso	% molar	Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
7	60,0	71,4	40,0	28,6	87	1	51,92	0,67
8	35,7	48,0	64,3	52,0	88	3	50,90	0,68
9	28,6	40,0	71,4	60,0	89	3	51,66	0,35

Los resultados muestran que, cuando se llevaron a cabo polimerizaciones en masa utilizando el aparato descrito para fabricar copolímeros, también se obtuvieron productos con excelentes características de rendimiento. De forma similar a los Ejemplos 4 a 6, los datos mostraron una excelente consistencia tanto en la composición química como en las características de rendimiento, en todo el volumen de reacción polimerizado.

En la Figura 11 se muestra un aparato 110 alternativo y simplificado. El aparato 110 para llevar a cabo una reacción química comprende una carcasa alargada 112 y un receptáculo 114. La carcasa alargada 112 incluye un medio de refrigeración 116 y accesorios de extremo 118, 120 que incluyen puertos por medio de los cuales se pueden introducir y/o retirar fluidos. Cuando se utiliza el aparato 110, se forma un producto de reacción química dentro del receptáculo 114. Posteriormente, el receptáculo 114 que contiene el producto de reacción química se extrae de la carcasa alargada 112.

Aunque sólo se ha descrito un aparato 2, 110, se puede proporcionar un conjunto que incluya múltiples aparatos 2, 110 para fabricar mayores cantidades de polímero. Dichos reactores se podrían llenar de forma secuencial o simultánea, opcionalmente mediante la utilización de un sistema de colectores.

En otra forma de realización, mostrada en la Figura 11, el aparato para llevar a cabo una reacción de polimerización puede comprender múltiples conjuntos, cada uno de los cuales comprende un tubo de reacción 2 dentro de un tubo rígido 38. Los conjuntos se pueden rodear colectivamente por una única camisa de refrigeración que se prepara para refrigerar todos los tubos de reacción al mismo tiempo. Por ejemplo, dos o más conjuntos, cada uno de los cuales comprende un tubo de reacción 2 dentro de un tubo rígido 38, se pueden alinear axialmente y una única camisa de refrigeración puede envolver los tubos. Alternativamente, varios conjuntos, cada uno de los cuales comprende un tubo de reacción 2 dentro de un tubo rígido 38, pueden estar en una disposición apilada, con un único medio de refrigeración dispuesto para refrigerarlos todos.

REIVINDICACIONES

1. Método de ensamblaje y/o puesta en funcionamiento de un aparato para llevar a cabo una reacción química, comprendiendo el método las etapas de:
- 5 (i) seleccionar una carcasa en el que se disponga un precursor de un receptáculo; y
(ii) introducir un fluido (F1) en dicho precursor de dicho receptáculo para hacer que el precursor se distienda (por ejemplo, se infle) para definir un receptáculo distendido para recibir reactivos para la reacción en el aparato; en donde dicho aparato incluye un contenedor (C2) que contiene un monómero, comprendiendo el método suministrar monómero en el receptáculo distendido, en donde dicho monómero comprende una alfa-olefina.
- 10 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde, en la etapa (i), el precursor de dicho receptáculo está, en esencia, flácido y, opcionalmente, dicho precursor de dicho receptáculo comprende un material plástico que es una película que comprende unidades de alquileno opcionalmente sustituidas.
- 15 3. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde dicha carcasa tiene un volumen en el que se dispone dicho precursor del receptáculo en donde, en la combinación descrita en la etapa (i), dicho precursor del receptáculo ocupa menos del 70 %, preferiblemente menos del 5 %, de dicho volumen.
- 20 4. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde:
dicha carcasa soporta dicho precursor de dicho receptáculo y/o dicho receptáculo distendido; y/o
dicha carcasa es alargada y, en la combinación descrita en la etapa (i), la longitud (L) del precursor del receptáculo se extiende al menos un 60 % (o al menos un 90 %) a lo largo de la extensión alargada de una región interna de la carcasa en la que se dispone dicho precursor de dicho receptáculo; y/o
25 dicha carcasa es alargada e incluye medios de fijación para fijar de forma liberable dicho precursor y/o receptáculo distendido en su posición; y/o
en donde, en la combinación descrita en la etapa (i), dicho precursor del receptáculo se fija en su posición relativa a la carcasa.
- 30 5. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde dicho receptáculo incluye un primer extremo y un segundo extremo que están separados a lo largo de la extensión alargada del receptáculo, en donde dicho primer extremo es un extremo cerrado e incluye una región sellada, por ejemplo, una región sellada térmicamente; y/o en donde la longitud del receptáculo es la distancia lineal entre un primer extremo y un segundo extremo del mismo, en donde el diámetro del receptáculo es, en esencia, constante durante al menos el 80 % (preferiblemente al menos el 90 % o el 95 %) de la distancia desde el primer extremo hacia dicho segundo extremo; y en donde una región del receptáculo adyacente a dicho segundo extremo diverge de modo que una abertura del receptáculo en dicho segundo extremo tiene un diámetro mayor que una región del receptáculo hacia el interior del segundo extremo.
- 35 6. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde el diámetro del receptáculo está en el rango de 1 cm a 45 cm en toda su extensión; y/o la longitud del receptáculo está en el rango de 3 m a 15 m (y preferiblemente en el rango de 4 m a 11 m); y/o el volumen del receptáculo está en el rango de 4000 cm³ a 0,5 m³ (preferiblemente en el rango de 10000 cm³ a 0,15 m³).
- 40 7. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde:
la etapa (ii) comprende introducir un fluido inerte (F1) en dicho precursor de dicho receptáculo para hacer que el precursor de dicho receptáculo se distienda y defina un receptáculo distendido, en donde, opcionalmente, el método comprende introducir dicho fluido inerte (F1) de modo que descargue fluido del precursor de dicho recipiente de modo que el nivel de oxígeno dentro del recipiente distendido tras la introducción de dicho fluido (F1) sea inferior a un nivel predeterminado; y/o
45 dicho método comprende una etapa (iii) que comprende la introducción de un fluido (F2) en la carcasa entre una pared de dicha carcasa y una superficie exterior del precursor de dicho receptáculo y/o de dicho receptáculo distendido; y/o dicha carcasa incluye medios de refrigeración para refrigerar los reactivos y el polímero contenidos en el aparato durante su utilización.
- 50 8. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde dicha carcasa alargada comprende un primer tubo alargado en el que se coloca dicho precursor de dicho receptáculo, en donde preferiblemente después de la etapa(ii) dicho receptáculo distendido entra en contacto con una superficie interna del primer tubo, en donde al menos el 60 % del área de un área de pared externa de dicho receptáculo distendido entra en contacto con dicha superficie interna;
en donde dicha carcasa alargada comprende un segundo tubo alargado que es coaxial con dicho primer tubo y dicho primer tubo se coloca dentro del segundo tubo, estando dichos tubos primero y segundo separados radialmente de modo que se define un hueco anular entre los tubos primero y segundo, en donde dicho hueco anular define un paso de fluido para un fluido refrigerante;
60 en donde el hueco anular se extiende alrededor de, en esencia, la totalidad del primer tubo alargado, de modo que el fluido refrigerante pueda entrar en contacto con al menos el 20 % (preferiblemente al menos el 70 %) del primer tubo alargado cuando se utiliza de este modo para refrigerar el primer tubo alargado;
65 en donde, opcionalmente, dichos tubos primero y segundo son cilíndricos.

- 5 9. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde, en el método, el mismo puerto se utiliza en diferentes momentos para introducir tanto un fluido (F1) en dicho precursor de dicho receptáculo para provocar su distensión como, posteriormente, para suministrar reactivos en el receptáculo distendido.
- 10 10. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde el aparato utilizado en el método incluye medios de refrigeración que incluyen un contenedor (C1) para contener un fluido refrigerante, comprendiendo el método suministrar fluido refrigerante desde el contenedor (C1) a una región fuera de dicho receptáculo distendido y/o fuera de un receptáculo que contiene reactivos.
- 15 11. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde dicho aparato incluye un contenedor (C3) para contener un catalizador, en donde el método comprende suministrar catalizador en el receptáculo distendido; en donde, opcionalmente, los contenedores (C2) y (C3) se preparan para suministrar monómero y catalizador respectivamente a una región de mezcla en la que se ponen en contacto y se mezclan, en donde la región de mezcla está aguas arriba de dicho receptáculo distendido.
- 20 12. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, que incluye una etapa (iv) que comprende introducir reactivos para la preparación de un polímero en dicho receptáculo distendido, en donde el peso total de los reactivos introducidos en dicho receptáculo distendido es de al menos 1000 g (y puede ser de al menos 10000 g; y puede ser inferior a 3300 kg o inferior a 1000 kg), en donde dicho polímero preparado es una poli(alfa-olefina).
- 25 13. Un método de acuerdo con la reivindicación 12, comprendiendo el método llevar a cabo una reacción durante un tiempo de al menos 10 horas (por ejemplo, al menos 3 días) y, posteriormente, incluye una etapa de retirar de un receptáculo que contiene polímero de dicha carcasa.
- 30 14. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en donde se prepara un polímero en dicho método y el método comprende extraer un receptáculo que contiene polímero de la carcasa y posteriormente acoplar un nuevo precursor de dicho receptáculo con dicha carcasa y producir un polímero en el nuevo precursor de dicho receptáculo.
- 35 15. Aparato para llevar a cabo una reacción de polimerización para producir un polímero reductor de arrastre, comprendiendo dicho aparato una carcasa en la que se dispone un receptáculo distendido, en donde dicho receptáculo distendido se prepara para recibir reactivos para la reacción en el aparato, en donde: dicho receptáculo distendido incluye un fluido (F1) que está contenido dentro del receptáculo distendido y/o que provoca la distensión;
- 40 dicho aparato incluye un contenedor (C1) para contener un fluido refrigerante, en donde el aparato se dispone para el suministro de fluido refrigerante desde el contenedor (C1) a una región fuera del receptáculo distendido; dicho aparato incluye un contenedor (C2) que contiene un monómero que comprende una alfa-olefina, en donde el aparato se dispone para el suministro del monómero en el receptáculo distendido; y, opcionalmente, dicho aparato incluye un contenedor (C3) para contener un catalizador, en donde el aparato se dispone para el suministro de catalizador en el receptáculo; el aparato incluye un dispositivo mezclador para mezclar monómero y catalizador aguas arriba de dicho receptáculo distendido; y el volumen del receptáculo distendido está en el rango de 20000cm³ a 0,12m³.

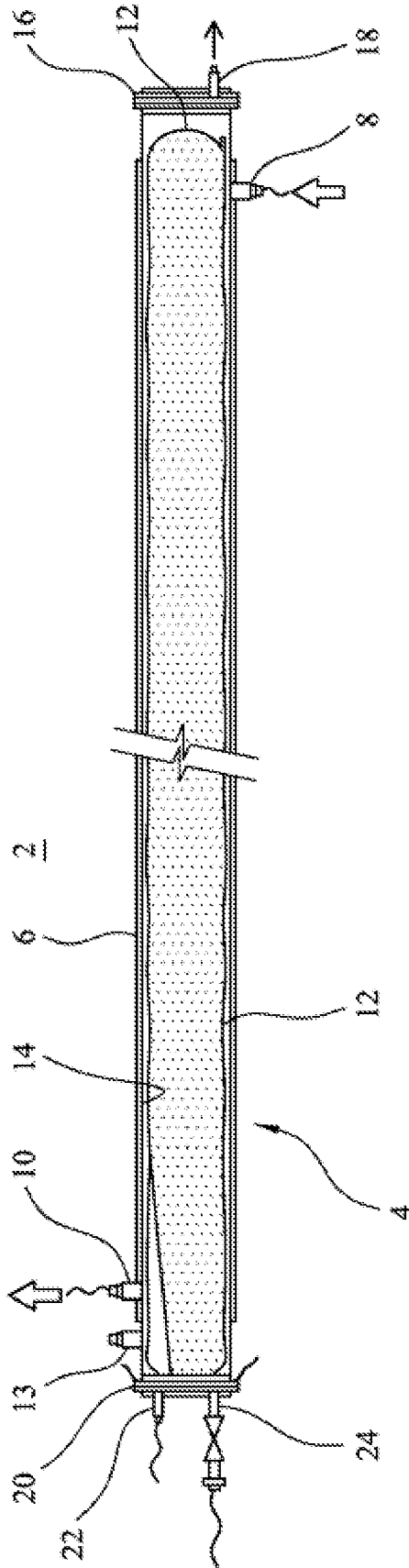


FIG. 1



FIG. 2(a)

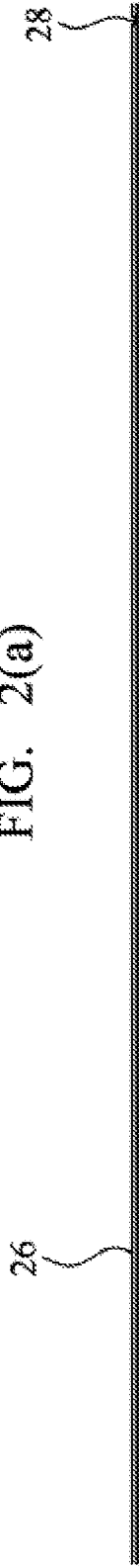


FIG. 2(b)

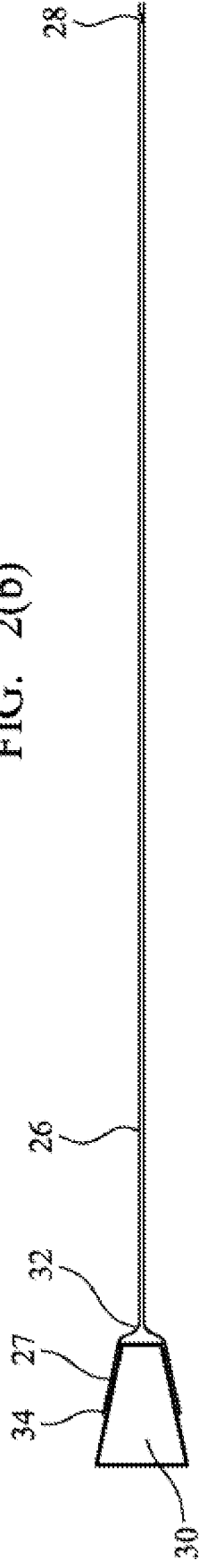


FIG. 2(c)

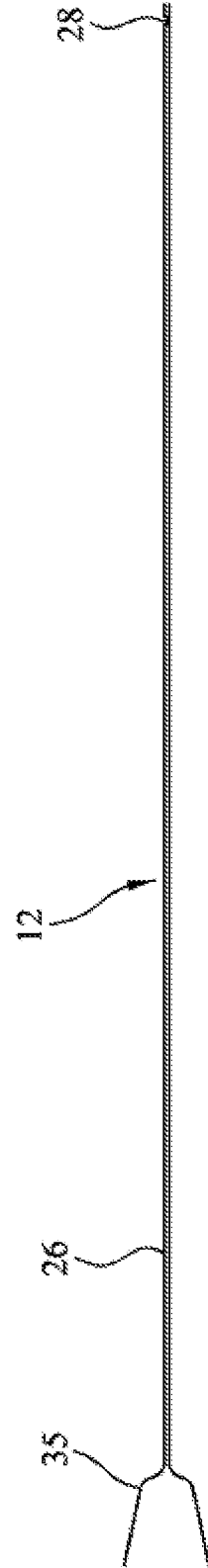


FIG. 2(d)

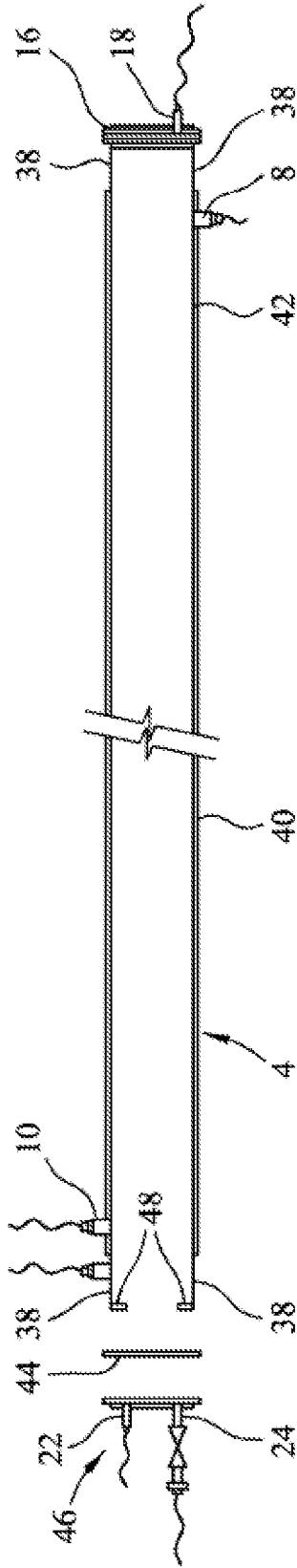


FIG. 3(a)

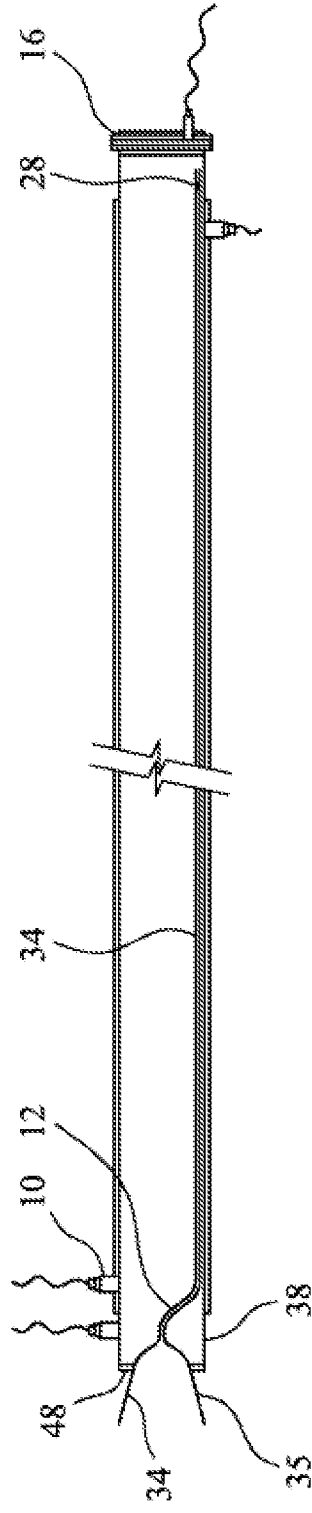


FIG. 3(b)

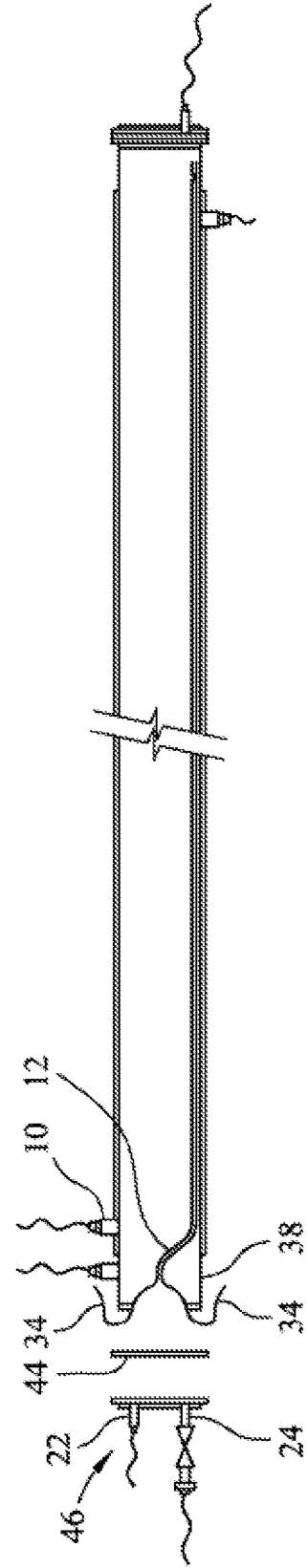


FIG. 3(c)

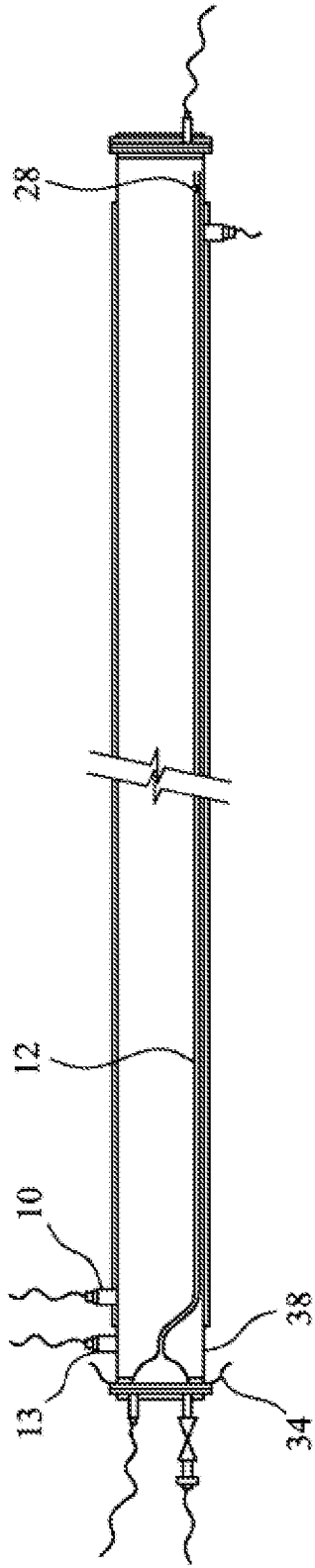


FIG. 3(d)

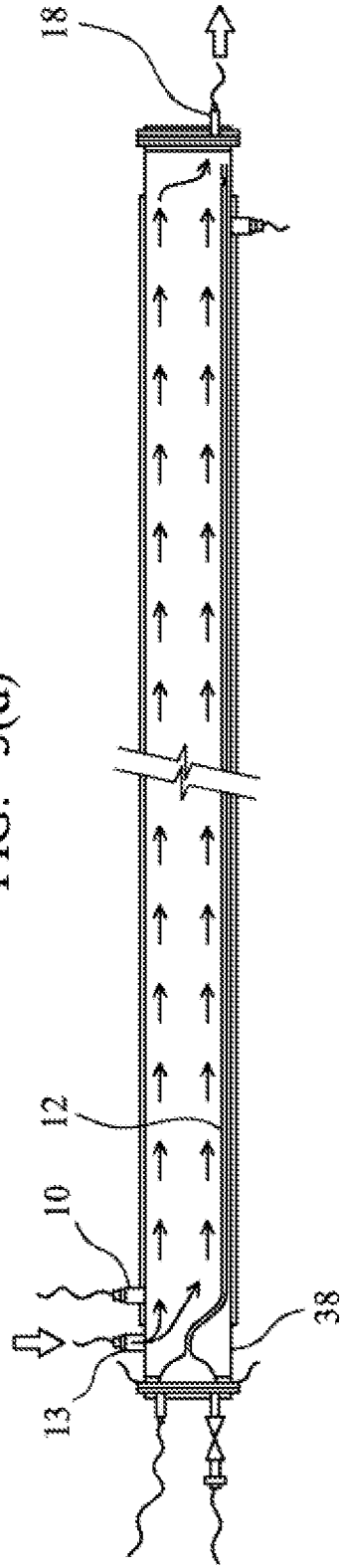


FIG. 4(a)

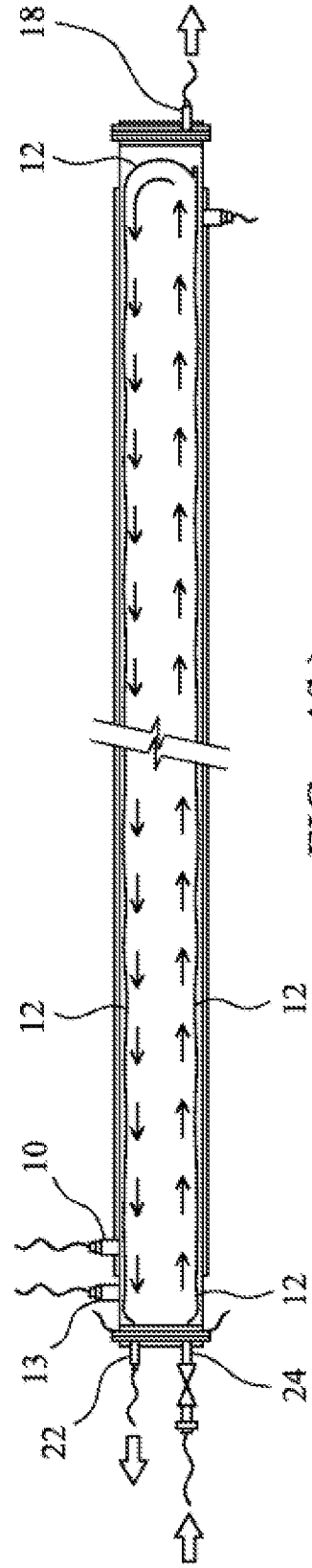


FIG. 4(b)

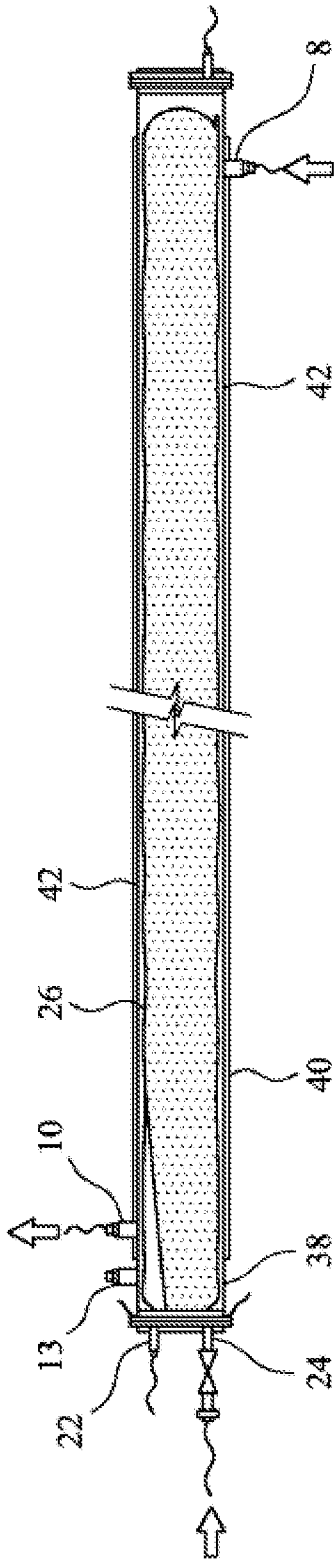


FIG. 5

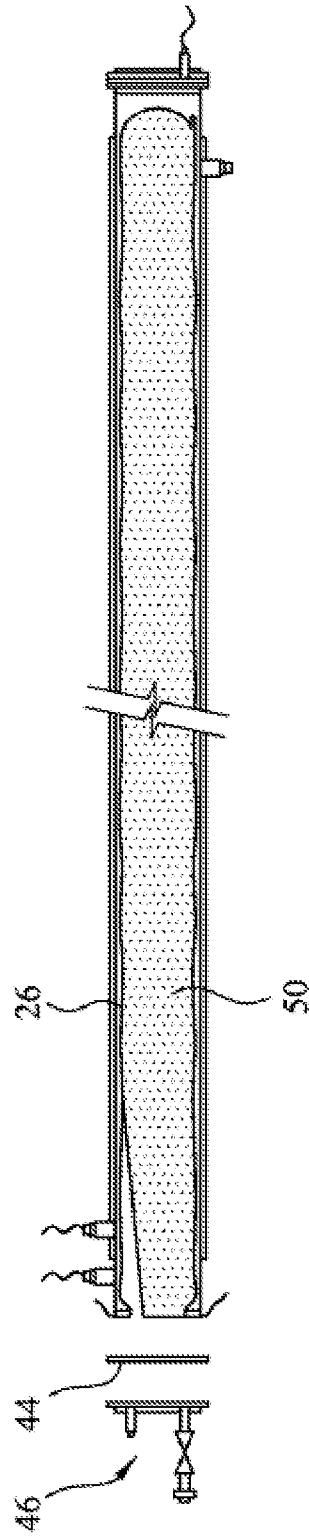


FIG. 6

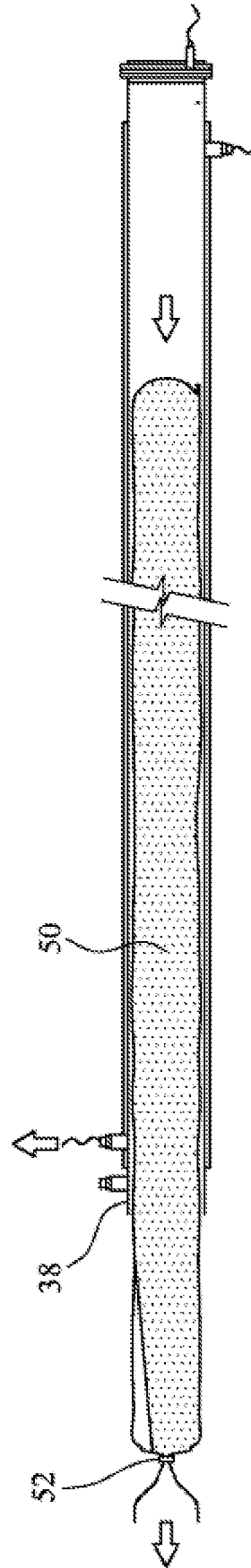


FIG. 7

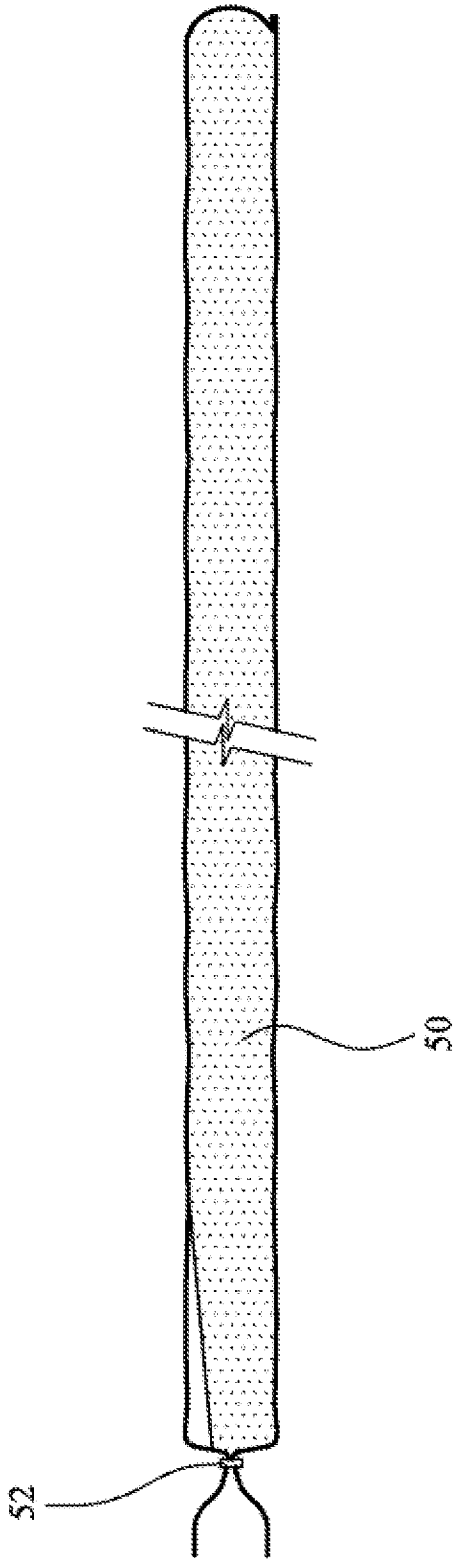


FIG. 8

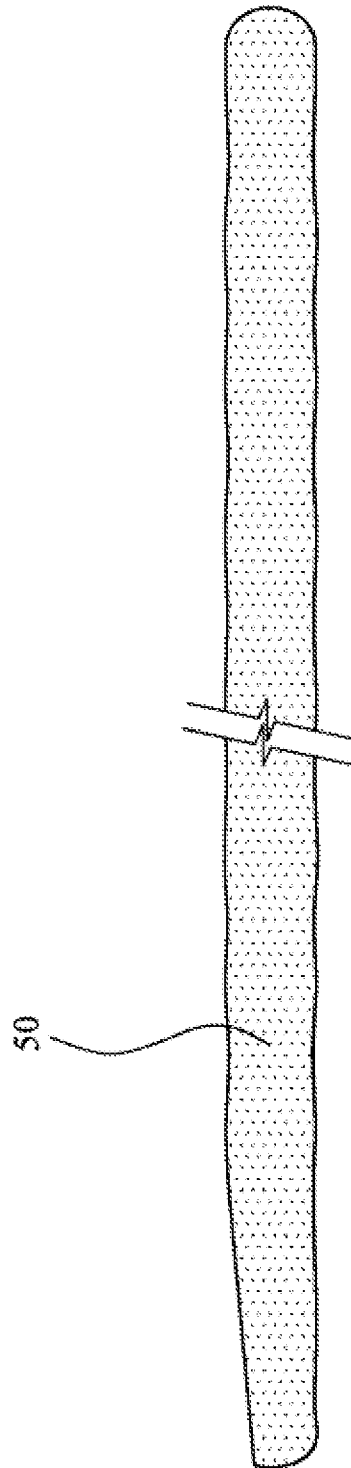


FIG. 9

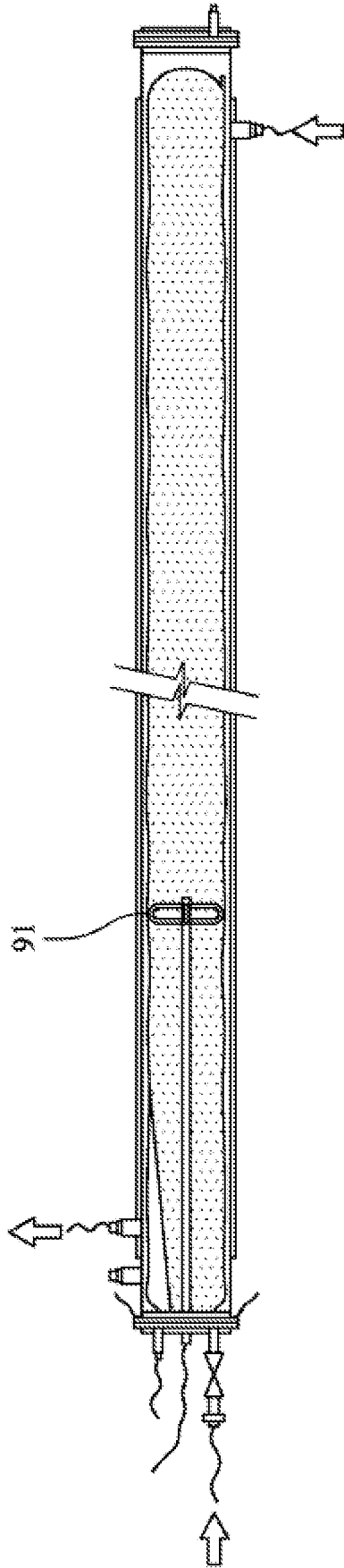


FIG. 10(a)

← X(c)

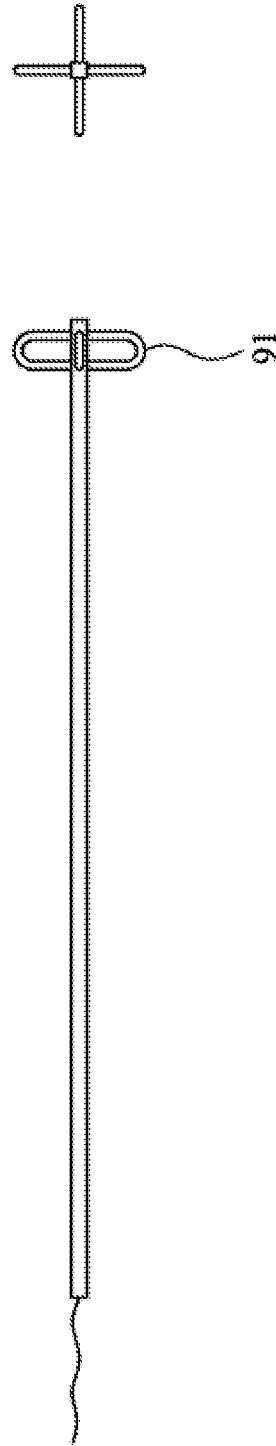


FIG. 10(b)

FIG. 10(c)

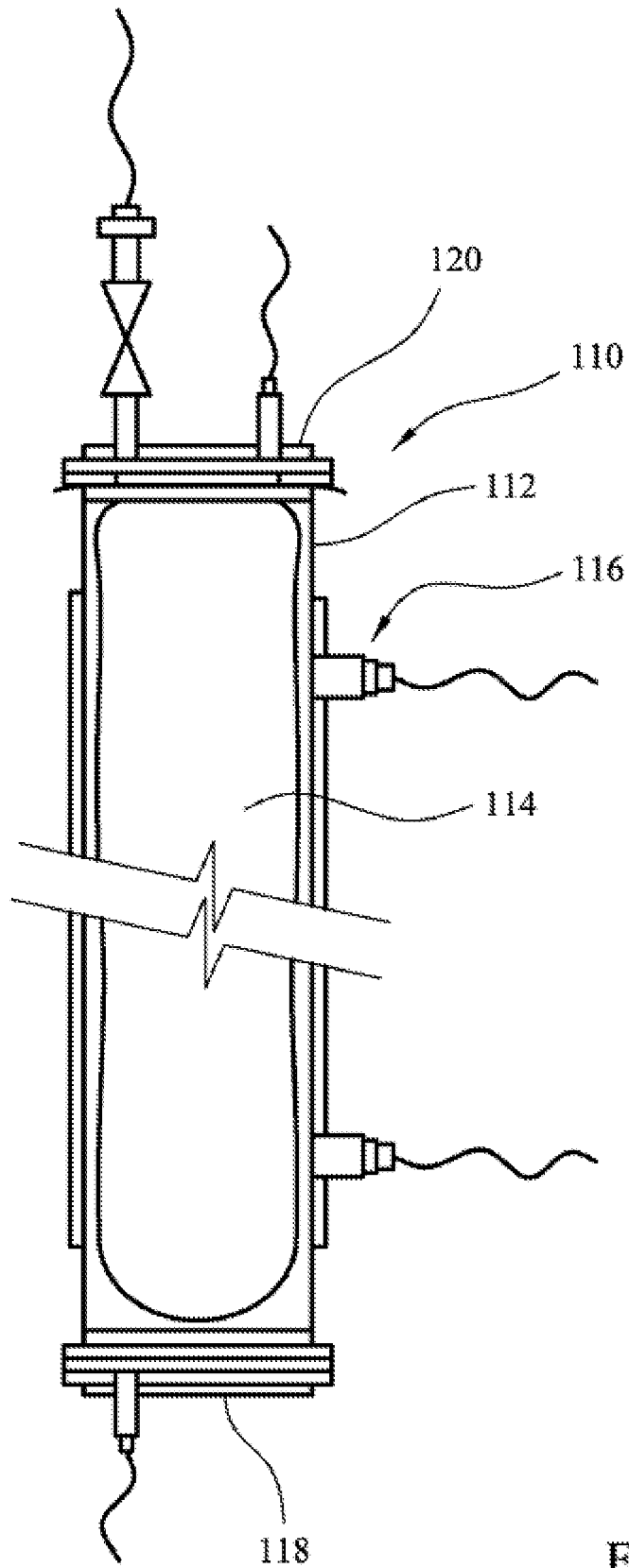


FIG. 11