



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 60 2005 000 510 T2** 2007.11.08

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 660 229 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **60 2005 000 510.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/EP2005/050538**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **05 707 962.6**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2005/079971**

(86) PCT-Anmeldetag: **08.02.2005**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **01.09.2005**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **31.05.2006**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **24.01.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **08.11.2007**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **B01J 19/00** (2006.01)

**B01J 19/18** (2006.01)

**B01J 19/24** (2006.01)

**C08F 10/00** (2006.01)

(30) Unionspriorität:

**04100569**      **13.02.2004**      **EP**

(73) Patentinhaber:

**Total Petrochemicals Research Feluy, Seneffe,  
Feluy, BE**

(74) Vertreter:

**Michalski Hüttermann Patentanwälte GbR, 40221  
Düsseldorf**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,  
GR, HU, IE, IS, IT, LI, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO,  
SE, SI, SK, TR**

(72) Erfinder:

**FOUARGE, Louis, B-B - 1700 DILBEEK, BE**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR OPTIMIERUNG DER KATALYSATORSZUFUHR FÜR EINEN POLYMERISATIONSREAKTOR**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

## Gebiet der Erfindung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft katalytische Reaktionen. In einem ersten Aspekt betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Optimierung der Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor. In einem anderen Aspekt betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor.

## Hintergrund

**[0002]** Polyethylen (PE) wird über das Polymerisieren von Ethylen ( $\text{CH}_2=\text{CH}_2$ )-Monomeren synthetisiert. Da PE billig, sicher, stabil gegenüber den meisten Umgebungen und leicht zu verarbeiten ist, sind Polyethylenpolymere in vielen Anwendungen gebrauchsgerecht. Gemäß den Syntheseverfahren kann PE generell in mehrere Typen eingeteilt werden, wie etwa LDPE (Polyethylen niedriger Dichte), LLDPE (lineares Polyethylen niedriger Dichte) und HDPE (Polyethylen hoher Dichte). Jeder Polyethylenotyp hat unterschiedliche Eigenschaften und Merkmale.

**[0003]** Es ist bekannt, dass die Polymerisation von Olefinen, z.B. Ethylen, die Polymerisation von Olefinmonomer mit Hilfe eines Organometallkatalysators von Ziegler-Natta und eines Cokatalysators einbezieht. Als Ziegler-Natta-Systeme bekannte Katalysatorsysteme zur Polymerisierung und Copolymerisierung von Olefinen bestehen einerseits, als Katalysator, aus Verbindungen von Übergangsmetallen, die zu den Gruppen IV bis VII der Periodentafel der Elemente gehören, und andererseits, als Cokatalysatoren, aus Organometallverbindungen von Metallen der Gruppen I bis III dieser Tafel. Die am häufigsten verwendeten Katalysatoren sind die halogenierten Derivate von Titan und Vanadium, vorzugsweise mit Magnesiumverbindungen assoziiert. Außerdem sind die am häufigsten verwendeten Cokatalysatoren Organoaluminium- oder Organozinkverbindungen. Wenn der Katalysator sehr aktiv ist, insbesondere, wenn er in Gegenwart einer großen Menge Cokatalysator eingesetzt wird, kann eine Bildung von Polymeragglomeraten, die beträchtlich sein kann, beobachtet werden. In einem typischen Ziegler-Natta-Katalysesystem wird das Monomer, z.B. Ethylen oder Propylen, in den suspendierten Katalysator eingeblasen, und das Ethylen oder Propylen polymerisiert rasch zu einem linearen Polyethylen oder Polypropylen mit hoher Molmasse. Ein Kennzeichen aller Ziegler-Natta-Katalysatoren ist, dass sie alle geradkettige Polymere erbringen.

**[0004]** Die Verwendung von Ziegler-Natta-Katalysatoren in einem Polymerisationsverfahren ist seit der ursprünglichen Arbeit von Ziegler und Natta in den

50er Jahren des 20. Jahrhunderts über eine Anzahl von Generationen verbessert worden. Das Bestreben, sowohl die Aktivität als auch die Stereoselektivität zu steigern, war die treibende Kraft für die kontinuierliche Entwicklung des Katalysatorsystems. Zusätzlich zu dem Trägermaterial umfasst dieses als eigentlichen Katalysator eine Übergangsmetallverbindung, z.B. eine Titanverbindung, die nur durch Zusatz eines aluminiumhaltigen Cokatalysators aktiviert wird.

**[0005]** Beim Einsatz von Ziegler-Natta-Katalysatoren war es gebräuchlich, den Katalysator als eine Aufschlämmung in einem Verdünner in eine Reaktionszone des Reaktors einzuspritzen und auch die Olefine einzubringen, die polymerisiert wurden. Im Stand der Technik sind mehrere Verfahren zum Zuführen von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor beschrieben worden.

**[0006]** US 3,846,394 beschreibt ein Verfahren zur Einbringung von Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung in einen Reaktor. Das Verfahren umfasst die Herstellung von Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung, die Beförderung der Aufschlämmung mittels einer Zufuhrleitung von einer Lagerzone zu einer Dosierzone, und die Einbringung der Aufschlämmung in einen Reaktor. Zur Vermeidung des Rückflusses von Monomer und anderer Inhalte des Reaktors in die Ziegler-Natta-Katalysatorleitungen sieht das Verfahren vor, die Katalysatorzufuhrleitung mit einem gegenüber den Ziegler-Natta-Katalysator inerten Verdünner zu spülen, wobei besagter Verdünner stromabwärts von der Dosierzone in besagte Leitung eingebracht wird.

**[0007]** WO 2004/026455 offenbart eine Katalysatoraufschlämmungszufuhrbaugruppe für einen Polymerisationsreaktor. Katalysatoraufschlämmung wird in einem Mischbehälter hergestellt und anschließend einem oder mehreren Vorratsbehältern zugeführt. Die Vorratsbehälter umfassen Rührwerke, sodass die Katalysatoraufschlämmung auf einem im Wesentlichen homogenen Verhältnis von Feststoffen zu Flüssigkeit gehalten wird. Von den Vorratsbehältern wird die Katalysatoraufschlämmung entlang einem Fluiddurchgang mit einem Durchflussmesser zu dem Polymerisationsreaktor gepumpt. Der Fluss der Katalysatoraufschlämmung kann kontinuierlich und/oder auf Basis eines gemessenen Parameters eingestellt sein. Ein Hauptmangel des dargelegten Systems ist, dass es nicht die Einbringung von Katalysator, der mit einem geeigneten Cokatalysator vorreagiert worden ist, in einen Polymerisationsreaktor einbezieht.

**[0008]** Es ist wohlbekannt, dass die Polymerisationsreaktion recht empfindlich in Hinblick auf die verwendete Katalysatormenge ist, und es ist auch bekannt, dass die dem Reaktor zugesetzte Katalysatormenge auf der Durchflussrate des Katalysators zu dem Reaktor basiert ist. Eines der Hauptprobleme

beim Einspritzen von Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlammung in einem Verdünnern in einen Reaktor in Verfahren des Standes der Technik ist jedoch, dass es schwierig ist, die Menge eingespritzten Ziegler-Natta-Katalysators zu steuern. Auch neigt der Katalysator dazu, Katalysatoreinspritzmittel, wie etwa Pumpen und dergleichen, und die Aufschlammung befördernde Leitungen zu verstopfen.

**[0009]** Beispielsweise beschreibt US 3,726,845 die Zufuhr und Steuerung der Katalysatormenge und das Freihalten der Katalysatorleitung und -pumpe durch abwechselndes Zuführen von Katalysatoraufschlammung und Verdünnern zur Reaktionszone, was eine sorgfältige Steuerung der Katalysatormenge und Steuerung der Sauberkeit der Ausrüstung, wie etwa Leitungen und Pumpen, und Freiheit von Verstopfung gestattet.

**[0010]** GB 838,395 betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung einer Aufschlammung eines Feststoffkatalysators in Kohlenwasserstoffverdünner zur Verwendung in einer chemischen Reaktion. Das Verfahren umfasst das Herstellen konzentrierter Katalysatoraufschlammung in einem Kohlenwasserstoffverdünner und Vermischen besagter konzentrierter Aufschlammung mit zusätzlichem Verdünnern und Einbringen besagter Mischung in eine Reaktionszone. Verfahrensgemäß wird die spezifische induzierende Kapazität der Aufschlammung vor der Einbringung derselben in besagte Reaktionszone kontinuierlich ermittelt, wobei die induzierende Kapazität der Aufschlammung von der Konzentration von Katalysator in der Aufschlammung abhängig ist. Das Verfahren umfasst weiter das Regulieren des Verhältnisses von konzentrierter Aufschlammung zu zugesetztem Verdünnern in Reaktion auf Veränderungen besagter spezifischer induzierender Kapazität von einem vorbestimmten Wert, um eine Aufschlammung mit im Wesentlichen konstantem dielektrischem Wert aufrechtzuerhalten.

**[0011]** Außerdem ist ein anderes, Katalysatorzufuhr betreffendes Problem, das es schwierig war, die Ziegler-Natta-Katalysatordurchflussrate auf adäquate Weise zu steuern. Die Ziegler-Natta-Katalysatordurchflussrate wird generell für einen bestimmten Vorgang festgelegt und Katalysatorzufuhrsysteme ziehen keine Schwankungen in der Eintragsflussrate in Betracht.

**[0012]** Es sind gewisse Systeme offenbart worden, worin die Katalysatorflussrate gesteuert und eingestellt werden kann. Beispielsweise offenbart US 5,098,667 ein System, wobei ein kontinuierlicher Fluss teilchenförmiger Feststoffe einem Polymerisationsreaktor zugeführt wird, indem kontinuierlich eine verdünnte Katalysatoraufschlammung in den Reaktor gepumpt wird. Die Durchflussrate der verdünnten Aufschlammung wird kontinuierlich manipuliert, um

eine gewünschte Flussrate von in der verdünnten Aufschlammung enthaltenen Feststoffpartikeln zu dem Reaktor aufrechtzuerhalten. In einem anderen Beispiel offenbart US 4,619,901 ein System, wobei die Konzentration unreaktierten Monomers in dem aus einem Polymerisationsreaktor entfernten Reaktionsaustrag durch Manipulieren der Katalysatoreintragsrate zu dem Polymerisationsreaktor aufrechterhalten wird. Ein Nachteil dieser oben erwähnten Systeme ist, dass diese Systeme recht kompliziert sind und sich auf eine adäquate Messung von Katalysatoraufschlammungsmerkmalen und Polymerisationsbedingungen stützen.

**[0013]** Ein anderes, das Gebiet der Katalysatorzufuhr zu einem Reaktor betreffendes Problem besteht aus dem Zuführen eines Cokatalysators während einer Polymerisationsreaktion. Es ist bekannt, dass die Aktivität gewisser Ziegler-Natta-Katalysatorsysteme durch Erhöhen der Menge von als Cokatalysator verwendeter Organometallverbindung verbessert werden kann. In diesem Fall ist es generell notwendig, relativ große Mengen von Organometallverbindungen als Cokatalysatoren in dem Polymerisationsmedium zu verwenden. Dies verschafft jedoch Nachteile, einschließlich Sicherheitsproblemen, die mit der Tatsache zusammenhängen, dass diese Organometallverbindungen sich beim Kontakt mit Luft spontan entzünden.

**[0014]** Es ist bereits eine Anzahl von Techniken zur Einbringung des Cokatalysators vorgeschlagen worden. Eine Technik besteht beispielsweise aus dem Einbringen des Cokatalysators direkt in den Polymerisationsreaktor. Solche Verfahren gestatten jedoch nicht das Inkontaktbringen von Cokatalysator mit dem Ziegler-Natta-Katalysator vor dem Eintritt in den Reaktor, obwohl solcher Vorkontakt besonders wünschenswert ist, um effiziente Gemische von Ziegler-Natta-Katalysator und Cokatalysator zu verschaffen.

**[0015]** Eine andere Technik besteht aus dem Inkontaktbringen des Katalysators und Cokatalysators vor ihrem Einbringen in das Polymerisationsmedium. Beispielsweise offenbart US 3,726,845 ein System und Verfahren, wobei ein Ziegler-Natta-Katalysator mit einem Aluminiumalkyl-Cokatalysator in Kontakt gebracht wird, bevor er nach Mischen mit einem Verdünnern in einen Polymerisationsreaktor abgegeben wird. In diesem letzteren Fall ist es jedoch schwierig, die Vorkontaktzeit des Katalysators mit dem Cokatalysator zu steuern. Außerdem kann unzureichender Vorkontakt eines Katalysators mit seinem Cokatalysator die Bildung unerwünschter Wachse anregen.

**[0016]** Es ist daher ein genereller Gegenstand dieser Erfindung, ein verbessertes Verfahren zur Optimierung von Katalysatoreinbringung in einen Polymerisationsreaktor zu verschaffen. Es ist ein Gegen-

stand der vorliegenden Erfindung, die Zufuhr eines Ziegler-Natta-Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, zu optimieren. Spezieller bezweckt die vorliegende Erfindung auch die Verschaffung eines Verfahrens, das eine effiziente Steuerung der Zuflussrate eines Katalysators, und insbesondere eines Ziegler-Natta-Katalysators, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, ermöglicht.

**[0017]** Es ist ein anderer Gegenstand der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zur Zufuhr von Katalysator, und insbesondere eines Ziegler-Natta-Katalysators, in Vorkontakt mit einem Cokatalysator, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, zu verschaffen. Die Erfindung bezweckt auch die Verschaffung eines Verfahrens zur Herstellung und Zufuhr eines optimierten Gemischs von Ziegler-Natta-Katalysator und Cokatalysator zu einem Polymerisationsreaktor.

**[0018]** Weiterhin bezweckt die vorliegende Erfindung die Verschaffung einer Vorrichtung zur Herstellung von Katalysatoraufschlammung, insbesondere eines Ziegler-Natta-Katalysators, und zur Zufuhr besagter Katalysatoraufschlammung zu einem Polymerisationsreaktor auf kontrollierte und effiziente Weise. Außerdem ist ein anderer Zweck der Erfindung die Verschaffung einer Vorrichtung zur Herstellung eines geeigneten Gemischs von Katalysator und Cokatalysator und zur Zufuhr besagten Gemischs zu einem Polymerisationsreaktor auf kontrollierte und effiziente Weise.

#### Zusammenfassung

**[0019]** Die vorliegende Erfindung betrifft in einem ersten Aspekt ein Verfahren zur Optimierung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor, umfassend die Schritte des

- a) Herstellens von Katalysatoraufschlammung in einem Behälter, wobei besagte Aufschlammung festen Ziegler-Natta-Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner umfasst, welche eine geeignete Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion hat,
- b) Verbringens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Behälter zu einem Pufferbehälter, wobei besagte Aufschlammung gelagert wird,
- c) Zuführens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor durch Leitungen auf einer geeigneten Durchflussrate, und
- d) Inkontaktbringens einer geeigneten Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung in besagten Leitungen vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor.

**[0020]** Die vorliegende Erfindung ist insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass ein geeignetes Katalysator-Cokatalysatorgemisch dem Polymerisationsreaktor zugeführt wird. Insbesondere umfasst das Verfahren das Inkontaktbringen einer geeigneten Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung für eine geeignete Zeitspanne, vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor. Das vorliegende Verfahren verschafft einen besseren Kontakt und Bildung eines Cokatalysator-Katalysator-Gemischs als in dem Fall, wenn Cokatalysator einem Reaktor direkt zugeführt wird. Die Zufuhr eines geeigneten Cokatalysator-Katalysator-Gemischs zu dem Reaktor verschafft ein gesteuerteres und gleichförmigeres Niveau der Polymerisationsreaktivität in dem Reaktor. Auch beeinflusst der Vorkontakt zwischen Katalysator und Cokatalysator die Granulometrie des letztendlichen Polymerisationsprodukts und verbessert die Schüttdichte und die Absetzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polymerisationsprodukts. Solches Verfahren ermöglicht auch eine präzisere Steuerung des Katalysator-Cokatalysator-Einspritzverhältnisses. Überraschenderweise bewirkt der Zusatz eines Cokatalysators zu der Katalysatoraufschlammung vor dem Einspritzen in den Polymerisationsreaktor kein Verstopfen der Einspritzmittel und Leitungen, welche die Aufschlammung befördern.

**[0021]** Das vorliegende Verfahren ist insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass die Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung adäquat gesteuert und eingestellt werden kann. Der Cokatalysator kann der Katalysatoraufschlammung entweder in dem Pufferbehälter zugeführt werden, was geeignet ist, wenn eine relativ lange Vorkontaktzeit zwischen dem Katalysator und dem Cokatalysator erforderlich ist. Alternativ umfasst das Verfahren das Inkontaktbringen eines Cokatalysators, bevorzugt eines Cokatalysators, wie oben definiert, mit besagter Katalysatoraufschlammung, die sich in den besagten Leitungen befindet, welche den Pufferbehälter mit dem Polymerisationsreaktor verbinden.

**[0022]** In einer bevorzugten Ausführung wird die Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in den Leitungen, die den Pufferbehälter mit dem Polymerisationsreaktor verbinden, erhöht, indem örtlich das Volumen besagter Leitungen erhöht wird. In Übereinstimmung mit dem vorliegenden Verfahren kann die Vorkontaktzeit zwischen Katalysator und Cokatalysator vor dem Einspritzen in die Polymerisationsreaktion gut gesteuert werden und kann die Bildung unerwünschter Wachse, die ein Verstopfen der Katalysatoraufschlammungszufuhrleitungen und Unterbrechen des Katalysatorzufuhrvorgangs verursachen könnten, effektiv vermieden werden.

**[0023]** Die vorliegende Erfindung verschafft insbesondere auch ein Verfahren, das die Zufuhr von Katalysatoraufschlammung zu einem Reaktor auf einer perfekt steuerbaren Durchflussrate der Katalysatorzufuhr ermöglicht. Daher verschafft die vorliegende Erfindung insbesondere ein Verfahren, welches die Steuerung des Niveaus besagter Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter umfasst. In einer noch bevorzugteren Ausführung verschafft die Erfindung ein Verfahren, welches das Aufrechterhalten des Niveaus an Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter im wesentlichen konstant zwischen geeigneten Bereichen über einem gewissen geeigneten Niveau, und bevorzugt zwischen 80 und 90 % des Behältervolumens, umfasst. In der Praxis wird das Niveau an Katalysatoraufschlammung in dem Pufferbehälter im Wesentlichen konstant gehalten durch Verbinden eines Behälters, worin die Aufschlammung hergestellt wird und der eine fluktuierende Menge an Aufschlammung enthält, mit dem Pufferbehälter. Diese Verbindung ermöglicht das Übertragen von Aufschlammung von dem Behälter zu dem Pufferbehälter, wenn das Niveau der Aufschlammung in dem Pufferbehälter besagtes geeignetes Niveau unterschreitet. Durch Steuern des Niveaus von Katalysatoraufschlammung, sodass sie eine geeignete Konzentration in dem Pufferbehälter bei einem im Wesentlichen konstanten Pegel aufweist, wird die Zufuhr von Katalysatoraufschlammung zu einem Polymerisationsreaktor gewährleistet und kann sie auf kontrollierte Weise durchgeführt werden.

**[0024]** Zusätzlich verschafft die vorliegende Erfindung, gemäß einer anderen bevorzugten Ausführungsform, ein Verfahren, das das Steuern der geeigneten Durchflussrate besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor durch Ermitteln der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor umfasst. Vorteilhafterweise ermöglicht die vorliegende Erfindung die Feinabstimmung der Katalysatorzufuhr zu einem Reaktor in Funktion der Polymerisationsreaktion in dem Reaktor. Die Polymerisationsproduktionsrate in dem Reaktor kann durch Steuerung der Rate des Katalysatoreintrags in den Reaktor gesteuert werden. Gemäß diesem Aspekt wird der Reaktor mit einer adäquaten und optimalen Konzentration von Katalysatoraufschlammung auf einer geeigneten Eintragsrate gespeist, und folglich werden die Produktivität in dem Polymerisationsreaktor und die Konsistenz des Polymerisationsprodukts erheblich verbessert. Von der Polymerisationsreaktion herrührende Schwankungen in Eigenschaften und Qualität des Polymerisationsprodukts werden im Wesentlichen vermieden. Praktisch gesehen wird die Feinabstimmung der Katalysatorzufuhr zu einem Reaktor in Funktion der Polymerisationsreaktion ermöglicht, indem die Leitung, welche den Pufferbehälter mit dem Reaktor verbindet, mit Pumpmitteln versehen wird, die in Funktion einer Reaktantenkonzentra-

tion in dem Reaktor steuerbar und einstellbar sind.

**[0025]** In einem anderen Aspekt betrifft die vorliegende Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor, umfassend:  
einen Behälter zur Herstellung einer Katalysatoraufschlammung, wobei besagte Aufschlammung festen Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner mit einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion umfasst,  
einen Pufferbehälter zur Lagerung besagter Katalysatoraufschlammung auf einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion, wobei besagter Pufferbehälter mittels einer oder mehrerer Leitungen mit besagtem Behälter in Verbindung steht, und wobei er mit einer oder mehreren Leitungen versehen ist, die zum Befördern besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor geeignet sind,  
ein Pumpmittel, das an jeder der besagten Leitungen vorgesehen ist, zur Steuerung der Beförderung und Zufuhr besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor, und weiter ein Cokatalysatorverteilsystem umfassend, um eine geeignete Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor zugeführt wird, wobei besagtes System wenigstens einen Cokatalysatorvorratsbehälter und eine damit verbundene Leitung zum Befördern besagten Cokatalysators von besagtem Cokatalysatorvorratsbehälter zu besagtem Pufferbehälter und/oder zu besagter einer oder mehreren Leitung(en), die den Pufferbehälter mit dem Reaktor verbinden, umfasst.

**[0026]** Die vorliegende Erfindung verschafft eine Vorrichtung, die die Herstellung von Katalysatoraufschlammung mit einer geeigneten Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion gestattet. Besagter Katalysator wird in dem Behälter hergestellt, wo der Zusatz eines Kohlenwasserstoffverdünners so gesteuert wird, dass die Herstellung einer Aufschlammung mit geeigneter Konzentration, bevorzugt zwischen 0,1 und 10 Gewichtsprozent betragend, gestattet wird.

**[0027]** Zusätzlich gestattet die Vorrichtung das einem Polymerisationsreaktor Zuführen von Katalysatoraufschlammung in einer gesteuerten Weise. Daher ist die Vorrichtung insbesondere mit einem Pufferbehälter versehen, wobei die Katalysatoraufschlammungsmenge auf einem im Wesentlichen konstanten Niveau „bevorzugt zwischen 80 % und 90 % des Behältervolumens, gehalten wird, sodass Schwankungen beim Befördern von Aufschlammung von dem Pufferbehälter zu einem Reaktor vermieden werden. Die Aufschlammungsmenge in dem Pufferbehälter wird auf besagtem im Wesentlichen konstanten Pegel gehalten, indem der Pufferbehälter

konstant mit in dem Behälter hergestellter Aufschlammung aufgefüllt wird, sobald die Aufschlammungsmenge in dem Pufferbehälter besagten geeigneten Pegel unterschreitet.

**[0028]** Außerdem verschafft die vorliegende Erfindung eine Vorrichtung, die das Einstellen des Katalysatorflusses zu besagtem Reaktor in Funktion der Konzentration von Reaktanten und somit als eine Funktion der Polymerisationsreaktion in besagtem Reaktor gestattet. Daher ist die vorliegende Vorrichtung mit einem Pumpmittel an jeder Leitung zum Befördern und Zuführen der Katalysatoraufschlammung von dem Pufferbehälter zu dem Reaktor versehen. Mittels eines Rückkopplungsmechanismus sind die Pumpmittel in der Lage, eingestellt zu werden und die Katalysatorflussrate zu dem Reaktor in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor feinabzustimmen.

**[0029]** Die vorliegende Erfindung verschafft ein Verfahren zur Optimierung der Polymerisationsreaktion in einem Reaktor durch Optimieren des Vorgangs der Katalysatorzufuhr zu besagtem Reaktor und durch Verschaffen einer Vorrichtung, um dies zu tun, die von einfacher Gestaltung, robuster Konstruktion und wirtschaftlich zu fertigen ist. Der Ausdruck "Optimieren der Polymerisationsreaktion" bezieht sich auf die Verbesserung der Effizienz der Polymerisationsreaktion und/oder Verbesserung der Qualität des erhaltenen Polymerisationsprodukts.

**[0030]** Das Verfahren und die Vorrichtung gemäß der Erfindung sind besonders nützlich bei dem Polymerisationsverfahren von Ethylen, und vorzugsweise in einem Verfahren zur Herstellung bimodalen Polyethylens.

**[0031]** Die verschiedenen Eigenschaften, die die Erfindung kennzeichnen, sind insbesondere in den dieser Offenbarung beigefügten und einen Teil davon bildenden Ansprüchen aufgeführt. Zu einem besseren Verständnis der Erfindung, ihrer Betriebsvorteile und der durch ihre Anwendungen erhaltenen spezifischen Gegenstände wird auf die begleitenden Zeichnungen und das beschreibende Material verwiesen, worin bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung veranschaulicht sind.

#### Detaillierte Beschreibung der Figuren

**[0032]** [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor.

**[0033]** [Fig. 2](#) ist eine detaillierte Darstellung eines Systems zum Inkontaktbringen eines Cokatalysators mit Katalysatoraufschlammung in einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung.

#### Detaillierte Beschreibung der Erfindung

**[0034]** Diese Erfindung ist speziell auf ein Verfahren des Zuführens eines Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor anwendbar. Die Erfindung wird insbesondere unter Bezugnahme auf die Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor, worin Ethylen polymerisiert wird, beschrieben. Das Polymerisationsverfahren von Ethylen kann beispielsweise in Schlaufenreaktoren durchgeführt werden. Geeignete "Ethylenpolymerisation" umfasst, ist jedoch nicht begrenzt auf, Homopolymerisation von Ethylen, Copolymerisation von Ethylen und einem höheren 1-Olefin-Comonomer, wie etwa Buten, 1-Penten, 1-Hexen, 1-Okten oder 1-Decen. Ethylenpolymerisation umfasst das Zuführen der Reaktanten, einschließlich des Monomers Ethylen, eines leichten Kohlenwasserstoffverdünners, eines Katalysators und gegebenenfalls eines Comonomers und Wasserstoff, zu einem Reaktor. In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist besagtes Comonomer Hexen und ist besagter Verdünner Isobutan.

**[0035]** In einer besonders bevorzugten Ausführung betrifft die Erfindung ein Verfahren zum Zuführen eines Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin bimodales Polyethylen hergestellt wird. "Bimodales PE" bezieht sich auf PE, das unter Verwendung zweier Reaktoren gefertigt wird, die in Serie miteinander verbunden sind. Das vorliegende Verfahren zur Verbesserung und Optimierung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor sollte jedoch als auf Reaktoren anwendbar verstanden werden, worin auch andere Arten von Polymerisationsreaktoren stattfinden.

**[0036]** Gemäß der vorliegenden Erfindung ist der Begriff "Katalysator" hierin als eine Substanz definiert, die eine Veränderung in der Rate einer Polymerisationsreaktion hervorruft, ohne selbst in der Reaktion verbraucht zu werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführung ist besagter Katalysator ein Ziegler-Natta-Katalysator. In der vorliegenden Erfindung kann irgendeine der herkömmlichen geträgerten Ziegler-Natta-Übergangsmetallverbindungskatalysatorkomponenten verwendet werden.

**[0037]** Der Ziegler-Natta-Katalysator hat vorzugsweise die allgemeine Formel  $MX_n$ , wobei M eine Übergangsmetallverbindung ist, gewählt aus Gruppe IV bis VII, wobei X ein Halogen ist, und wobei n die Valenz des Metalls ist. Bevorzugt ist M ein Metall der Gruppe IV, Gruppe V oder Gruppe VI, bevorzugter Titan, Chrom oder Vanadium und höchstbevorzugt Titan. Bevorzugt ist R Chlor oder Brom, und höchstbevorzugt Chlor. Illustrative Beispiele der Übergangsmetallverbindungen umfassen, sind jedoch nicht beschränkt auf,  $TiCl_3$ ,  $TiCl_4$ . In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist besagter Katalysator ein Titantetrachlorid( $TiCl_4$ )-Katalysator.

**[0038]** Ziegler-Natta-Katalysatoren werden generell auf einem Träger angebracht, d.h. auf einem festen kristallinen Träger abgelagert. Der Träger sollte ein inerter Feststoff sein, der mit jeder der Komponenten des herkömmlichen Ziegler-Natta-Katalysators chemisch unreaktiv ist. Der Träger ist vorzugsweise eine Magnesiumverbindung. Beispiele der Magnesiumverbindungen, die zu verwenden sind, um eine Trägerquelle für die Katalysatorkomponente zu verschaffen, sind Magnesiumhalide, Dialkoxymagnesiumarten, Alkoxymagnesiumhalide, Magnesiumoxyhalide, Dialkylmagnesiumarten, Magnesiumoxid, Magnesiumhydroxid und Carboxylate von Magnesium.

**[0039]** Der Begriff "Cokatalysator", wie hierin verwendet, ist als ein Katalysator definiert, der in Zusammenwirken mit einem anderen Katalysator verwendet werden kann, um die Aktivität und die Verfügbarkeit des anderen Katalysators in einer Polymerisationsreaktion zu verbessern. In einer bevorzugten Ausführungsform ist besagter Cokatalysator ein Katalysator, der zur Anwendung im Zusammenwirken mit einem Ziegler-Natta-Katalysator geeignet ist. Der Cokatalysator wird verwendet, um die Polymerisationsaktivität des Ziegler-Natta-Katalysators zu fördern. Im weitesten Sinn können Organometallverbindungen der Periodengruppen I bis III als Cokatalysator gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet werden. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist besagter Cokatalysator ein Katalysator, der zur Verwendung in Zusammenwirken mit einem Ziegler-Natta-Katalysator geeignet ist, und ist eine Organoaluminiumverbindung, welche gegebenenfalls halogeniert ist, mit der allgemeinen Formel  $AlR_3$  oder  $AlR_2Y$ , wobei R ein Alkyl mit 1–16 Kohlenstoffatomen ist und Y Wasserstoff oder ein Halogen ist. Beispiele für Cokatalysatoren umfassen, sind jedoch nicht begrenzt auf, Trimethylaluminium, Triethylaluminium, Diisobutylaluminiumhydrid, Triisobutylaluminium, Trihexylaluminium, Diethylaluminiumchlorid oder Diethylaluminiummethoxid. Ein besonders bevorzugter Cokatalysator zur Anwendung in der vorliegenden Erfindung ist Triisobutylaluminium (TIBAL).

**[0040]** Die Erfindung wird hier nachstehend unter Bezugnahme auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Zufuhr eines Ziegler-Natta-Katalysators, insbesondere eines Titan-tetrachlorid( $TiCl_4$ )-Katalysators, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Ethylen polymerisiert wird, beschrieben. Als Cokatalysator für den Ziegler-Natta-Katalysator wird auf einen Triisobutylaluminium-Cokatalysator verwiesen. Es sollte jedoch deutlich sein, dass die vorliegende Vorrichtung auch auf andere Typen von Katalysatoren und Cokatalysatoren anwendbar ist.

**[0041]** Wie hierin verwendet, bezieht der Begriff "Katalysatoraufschlammung" sich auf eine Zusammensetzung, die Katalysatorfeststoffpartikel umfasst,

welche in einem Verdünner in Suspension sind. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung sind die Katalysatorfeststoffpartikel Ziegler-Natta-Katalysatorfeststoffpartikel und ist der Verdünner Isobutan.

**[0042]** Die hier nachstehend beschriebene Vorrichtung entspricht der erforderlichen Ausrüstung zur Herstellung und Einspritzung eines einzigen Katalysators. Wenn zwei oder mehr (verschiedene) Katalysatoren einem Reaktor zugeführt werden müssen, können zwei oder mehr Vorrichtungen gemäß der vorliegenden Erfindung angewendet werden oder kann ein Katalysatorgemisch unter Verwendung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt und zugeführt werden. Es ist auch deutlich, dass, falls zwei oder mehr Reaktoren verwendet werden, ein oder mehr erfindungsgemäße Vorrichtungen in den zwei oder mehr Reaktoren verwendet werden können, je nach Wunsch.

**[0043]** Bezugnehmend auf [Fig. 1](#) ist eine bevorzugte Ausführungsform einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung veranschaulicht. Generell umfasst die erfindungsgemäße Vorrichtung einen Behälter **3** zur Herstellung von Katalysatoraufschlammung und einen Pufferbehälter **4** zum Lagern besagter Katalysatoraufschlammung auf einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion. Die Katalysatoraufschlammung wird kontinuierlich von dem Pufferbehälter **4** durch eine oder mehrere Leitungen **8** zu einem Reaktor **1** gepumpt. Die Konstruktionsdetails von Ventilen, Pumpen usw. sind in den Zeichnungen deuthalber weggelassen worden, da es innerhalb der Kenntnis der Technik liegt, diese zu liefern.

**[0044]** Der Ziegler-Natta-Katalysator  $TiCl_4$  ist fest und wird generell in einer trockenen Form in kommerziell erhältlichen Fässern **10** vorgesehen. Im allgemeinen sind solche Fässer, die trockenes Katalysatorpulver enthalten, nicht in der Lage, hohe Drücke zu handhaben. Beispielsweise kann der Druck in einem solchen Fass etwa zwischen 1,1 und 1,5 und bevorzugt 1,3 bar umfassen. Unter Verwendung geeigneter Systeme wird der Katalysator daher vorzugsweise aus solchen Fässern in einen Containerbehälter **2** übertragen, der zur Handhabung höherer Drücke geeignet ist, wenn dies durch den Verdünner erforderlich wird. Abhängig von dem verwendeten Verdünner kann es erforderlich sein, den Katalysator in dem Containerbehälter **2** unter höhere Druckbedingungen zu bringen. Das ist beispielsweise der Fall, wenn Isobutan verwendet wird, da dieser Verdünner nur bei höheren Druckniveaus flüssig ist. Falls beispielsweise Hexan als Verdünner verwendet wird, ist der Containerbehälter **2** nicht erforderlich, da dieser Verdünner bei niedrigen Drücken flüssig ist.

**[0045]** Der Containerbehälter **2** ist generell viel grö-



ßer als die Fässer **20** und ist zur Handhabung höherer Druckniveaus geeignet als die Fässer, bevorzugt zwischen 1,1 und 16 bar. Reinigung wird in solchem Containerbehälter **2** vorzugsweise mittels Stickstoff und Entlüften zur Gasfackel durchgeführt.

**[0046]** Gemäß einer bevorzugten Ausführung wird der Ziegler-Natta-Katalysator aus Fässern **20** zu einem Containerbehälter **2** vorgesehen. In einer alternativen Ausführung kann der Ziegler-Natta-Katalysator jedoch auch in einem kommerziellen Behälter vorgesehen sein, der zur Handhabung höherer Drücke, die zwischen 1,1 und 16 bar und bevorzugt bei 6 bar liegen, geeignet ist. In solchem Fall ist die Verwendung eines Containerbehälters **2** nicht erforderlich und kann der Katalysator direkt von dem kommerziellen Container zu einem Herstellungsbehälter **3** durchgeführt werden.

**[0047]** Katalysatoraufschlammung mit einer geeigneten Konzentration wird erfindungsgemäß in einem Behälter **3** hergestellt. Die Katalysatoraufschlammung umfasst festen Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner. Bei Verwendung von  $\text{TiCl}_4$  als Katalysator können Kohlenwasserstoffe, wie etwa Hexan oder Isobutan, zur Verdünnung des Katalysators und Erhaltung einer Katalysatoraufschlammung verwendet werden. Ein Hauptnachteil der Verwendung von Hexan als Verdünner zur Herstellung des Katalysators ist jedoch, dass ein Teil des Hexans generell in das letztendliche Polymerprodukt gelangt, was unerwünscht ist. Isobutan andererseits ist leichter zu handhaben, zu reinigen und in dem Polymerisationsprozess wiederzuverwenden als Hexan. Beispielsweise kann, da in dem Polymerisationsverfahren von Ethylen Isobutan als Verdünner in der Reaktion angewendet wird, als Verdünner für den Katalysator verwendetes Isobutan auf einfache Weise in dem Polymerisationsverfahren wiederverwendet werden. Daher wird in einer bevorzugten Ausführungsform Isobutan als Verdünner für den  $\text{TiCl}_4$ -Katalysator verwendet. In einer besonders bevorzugten Ausführung wird reines Isobutan zur Herstellung des Katalysators verwendet. Isobutan liegt generell in Gasform bei Zimmertemperatur und atmosphärischem Druck vor. Um flüssiges Isobutan zur Herstellung der Katalysatoraufschlammung zu erhalten, müssen erhöhte Drücke erhalten werden. Daher werden die festen Katalysatorpartikel in einen Containerbehälter **2** eingebracht, und später weiter zu einem Behälter **3**, worin ein erhöhter Druck, der vorzugsweise zwischen 7 und 16 bar und bevorzugt bei 8 bar liegt, angelegt werden kann.

**[0048]** Die Beförderung des Ziegler-Natta-Katalysators aus dem Containerbehälter **2** in den Behälter **3** wird vorzugsweise mittels Schwerkraft durchgeführt. Vor dem Befördern des Ziegler-Natta-Katalysators von dem Containerbehälter **2** in den Behälter **3** wird Isobutan in den Behälter **3** gelassen. Der Behälter **3**

ist mit einem Einlasssystem **15** zur Zufuhr dieses Verdünners versehen. Der Verdünner wird in den Behälter **3** eingefüllt und der Containerbehälter **2** wird geleert. Zur Vermeidung verbleibenden Katalysators im Containerbehälter **2** wird der Behälter mit Isobutan gespült, sodass verbleibender Katalysator in den Herstellungsbehälter **3** befördert wird. Der Herstellungsbehälter **3** wird mittels in besagtem Behälter angebrachter Rühr- oder Mischmittel **12** gerührt, um die Homogenität der Katalysatoraufschlammung aufrechtzuerhalten.

**[0049]** Vorzugsweise wird Katalysatoraufschlammung, die festen Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner enthält, hergestellt, mit einer Konzentration, die zwischen 0,1 und 10 Gewichtsprozent liegt, und bevorzugter mit einer Konzentration, die zwischen 0,5 und 5 Gewichtsprozent liegt, und noch bevorzugter zwischen 3 und 4 Gewichtsprozent. Das Herstellen verdünnter Katalysatoraufschlammung mit diesen Konzentrationen ermöglicht auf vorteilhafte Weise die weitere Verwendung von Membranpumpen **5** zum Einspritzen der Katalysatoraufschlammung in den Reaktor **1**, wie nachstehend detaillierter beschrieben. Falls andere Konzentrationen von Katalysatoraufschlammung angewendet würden, ist deutlich, dass andere Typen von Pumpmitteln verwendet werden können.

**[0050]** Nachdem homogene Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlammung in dem Behälter **3** hergestellt worden ist, wird die Katalysatoraufschlammung von dem Behälter **3** zu dem Pufferbehälter **4** befördert, mittels einer oder mehrerer Leitungen **7**, die den Behälter **3** mit einem Pufferbehälter **4** verbinden. Ein Regelventil **16** ist in die Beförderung von dem Behälter **3** zu dem Pufferbehälter **4** einbezogen. Die Beförderung kann manuell oder automatisch stattfinden. Vorzugsweise wird die Beförderung von Katalysatoraufschlammung von dem Behälter **3** zu dem Pufferbehälter **4** mittels Rohren **7**, die durch Pumpmittel gesteuert werden, durchgeführt. Besagte Pumpmittel umfassen vorzugsweise Tauchpumpen. Die Katalysatoraufschlammungsmenge in dem Pufferbehälter **4** wird auf einem im Wesentlichen konstanten Niveau gehalten, indem in dem Behälter **3** hergestellte Katalysatoraufschlammung zu dem Pufferbehälter **4** gepumpt wird, sobald die Katalysatoraufschlammungsmenge in dem Pufferbehälter **4** ein gewisses Niveau unterschreitet.

**[0051]** Gemäß einer bevorzugten Ausführung schwankt die in dem Behälter **3** hergestellte Katalysatoraufschlammungsmenge. In einer bevorzugten Ausführungsform wird der Behälter **3** mit Ziegler-Natta-Katalysator aus dem Containerbehälter **2** gespeist, in dem Augenblick, wenn der Pegel in dem Behälter **3** unter 20 % und noch bevorzugter unter 35 liegt. Niedrigere Werte können zu unerwünschten Schwankungen in der Konzentration der Katalysa-



toraufschlammung in dem Behälter **3** führen und können veranlassen, dass die Beförderung von Katalysatoraufschlammung zu dem Pufferbehälter **4**, worin ein im Wesentlichen konstanter Pegel von Katalysatoraufschlammung aufrechterhalten wird, unterbrochen wird, was zu schwankenden Pegeln von Katalysatoraufschlammung auch in dem Pufferbehälter **4** führt, was gemäß der vorliegenden Erfindung unerwünscht ist.

**[0052]** Während jedoch die Katalysatoraufschlammungsmenge in dem Behälter **3** variieren kann, ist der Katalysatoraufschlammungspegel in dem Pufferbehälter **4** im Wesentlichen konstant, d.h. über einem bestimmten Niveau und innerhalb gewisser geeigneter Bereiche. Das Katalysatoraufschlammungsniveau in dem Pufferbehälter **4** ist im Wesentlichen konstant zwischen 40 und 100 % des Behältervolumens, und bevorzugter zwischen 60 und 95 %, und noch bevorzugter zwischen 80 und 90 %. Zur Aufrechterhaltung solch im Wesentlichen konstanten Pegels von Katalysatoraufschlammung in dem Pufferbehälter wird Aufschlammung immer dann, wenn der Pegel der Katalysatoraufschlammung in dem Pufferbehälter **4** ein Niveau unter 40 % und bevorzugter ein Niveau unter 60 %, oder noch bevorzugter, ein Niveau unter 80 erreicht, von dem Behälter **3** zu dem Pufferbehälter **4** befördert.

**[0053]** In einem Beispiel kann der Katalysatoraufschlammungspegel in dem Pufferbehälter durch Druckmessung ermittelt werden, z.B. durch Messen des Drucks im unteren Teil des Behälters und im oberen Teil des Behälters.

**[0054]** Der Pufferbehälter **4** ist vorzugsweise groß genug, um ausreichend Katalysatoraufschlammung zu enthalten, und groß genug, sodass eine Tagesbehälterkapazität der Zeit zur Herstellung einer neuen Charge entspricht. Dies ermöglicht die Gewährleistung der kontinuierlichen Produktion und Verfügbarkeit des Katalysators in der Polymerisationsreaktion. Zusätzlich wird in einer anderen bevorzugten Ausführungsform der Druck in dem Pufferbehälter **4** vorzugsweise zwischen 6 und 16 bar und bevorzugt auf 7 bar gehalten.

**[0055]** Katalysatorabfallstoffe können durch eine Leitung, die mit einem Regelventil **21** versehen ist, zu einem oder mehreren Entsorgungsbehältern **10** geleitet werden. Der Herstellungsbehälter **3** und der Pufferbehälter **4** können in einen gemeinsamen oder in getrennte Entsorgungsbehälter **10** entleert werden. Vorzugsweise sind besagte Entsorgungsbehälter **10** größer als der Behälter **3** und der Pufferbehälter **4**. Im Fall der Herstellung ungeeigneten Katalysators kann dieser aus den Behältern **3**, **4** in diese Entsorgungsbehälter **10** entleert werden. Der Entsorgungsbehälter **10** ist vorzugsweise ein beheizter Behälter mit einem Dampfmantel, wo der Verdünner,

d.h. Isobutan, verdampft wird. Der Dampfmantel wird zum Desorbieren von Isobutan bevorzugt. Der verdampfte Verdünner wird zur Destillation oder zur Gasfackel geleitet. Zur Vermeidung der Übertragung von Katalysatorfragmenten beim Befördern des verdampften Verdünners sind Schutzfilter bei den Entsorgungsbehältern **10** vorgesehen. Die Entsorgungsbehälter **10** sind auch mit Druckregelmitteln zur Regelung des Drucks in besagten Behältern versehen. Der nach Verdampfen des Verdünners verbleibende Katalysatorabfall wird, bevorzugt mittels eines am Boden des Behälters **10** vorgesehenen Ablasssystems, aus den Behältern **10** entfernt und der entfernte Abfall wird in Fässer abgelassen und weiter vernichtet.

**[0056]** Die Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlammung wird anschließend von dem Pufferbehälter **4** durch eine oder mehrere Leitungen **8** zu dem Reaktor **1** befördert. Die Leitungen **8** haben vorzugsweise einen Durchmesser, der zwischen 0,3 und 2 cm und vorzugsweise zwischen 0,6 und 1 cm beträgt. Jede Leitung **8** ist mit einem Pumpmittel **5** versehen, welches die Beförderung und Einspritzung der Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlammung in die Reaktoren **1** regelt. In einer besonders bevorzugten Ausführung sind besagte Pumpmittel Membranpumpen.

**[0057]** Wie in [Fig. 2](#) dargestellt, verlassen die Leitungen **8** den Pufferbehälter **4** vorzugsweise aufwärts unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt und bevorzugter über 30° beträgt. Zusätzlich leitet die abwärts von den Pumpmitteln **5** vorgesehene Leitung die Katalysatoraufschlammung abwärts, unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt. Solche Konfiguration verbessert die Wirkung der Pumpmittel **5** und ermöglicht auch die Vermeidung von Verstopfung in den Pumpmitteln **5**, da die Katalysatoraufschlammung bei dieser Konfiguration dazu neigt, sich von den Pumpen **5** weg abzusetzen, falls die Pumpen **5** unterbrochen oder gestoppt werden.

**[0058]** Die Leitungen **8** sind weiter mit einem Schwingungsdämpfer, Sicherheitsventilen und Isobutanspülmitteln **17**, entweder am Einlass, am Auslass oder an beiden Seiten der Membranpumpen **15**, versehen, wie in [Fig. 15](#) veranschaulicht. Isobutanspülmittel **17** ermöglichen es, Isobutan durch die Leitung **8** zu spülen und die Leitungen **8** und die Pumpmittel **5** unverstopft zu halten. Wenn verschiedene Leitungen **8** zum Anschließen des Pufferbehälters **4** an den Reaktor **1** vorgesehen sind, so wird generell eine Leitung mit einem aktiven Pumpmittel **5** wirksam sein, während die anderen Leitungen **8** und Pumpmittel **5** nicht wirksam sein werden, sondern in Bereitschaft gehalten werden. In diesem letzteren Fall bleibt die Leitung **8** offen und wird das Pumpmittel **5** vorzugsweise konstant mit einem geeigneten Verdünnerstrom gespült werden.

**[0059]** Um die Leckgefahr zu reduzieren, sollte der Katalysator auf einem niedrigeren Druck gelagert werden als der Reaktor, der generell etwa 43 bar beträgt, z.B. in dem Pufferbehälter auf annähernd 7 bar gelagert werden.

**[0060]** Der Druck in den Leitungen **8** beträgt vorzugsweise zwischen 45 und 65 bar. Dieser, im Vergleich zu den im Behälter **3** und dem Pufferbehälter **4** vorgesehenen Druckwerten erhöhte Druck ist erforderlich, um den Katalysator unter ausreichendem Druck in den Reaktor einzubringen.

**[0061]** Es ist wichtig, den Katalysatorfluss zu dem Reaktor korrekt zu steuern und Katalysatoraufschlammung mit einem gesteuerten und begrenzten Fluss in den Reaktor zu pumpen. Ein unerwarteter Zufluss zu dem Reaktor könnte zu einer Durchgangsreaktion führen. Ein fluktuierender Zufluss zu dem Reaktor könnte zu verringerter Effizienz und Fluktuationen in der Produktqualität führen. Daher werden, in einer besonders bevorzugten Ausführungsform, die Durchflussraten der Einspritzpumpe **5** durch die Aktivität des Reaktors **1** gesteuert. Die Pumpmittel sind insbesondere regelbar in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor. Vorzugsweise ist besagter Reaktant die Konzentration von Monomer, d.h. Ethylen, in dem Reaktor. Es sollte jedoch klar sein, dass die Pumpmittel in Funktion der Konzentration anderer Reaktanten regelbar sind, wie beispielsweise auch der Comonomer- oder Wasserstoffkonzentrationen in dem Reaktor. Durch die Verwendung von Pumpmitteln **5** verschafft die Erfindung eine gute Regelung des Katalysatorflusses. Insbesondere wird die Ziegler-Natta-Katalysatorflussrate zu den Reaktoren durch Einstellen des Hubs und/oder der Frequenz der Membranpumpen geregelt. Weiterhin werden die Pumpenflussraten durch die Ethylenkonzentration in dem Reaktor geregelt. Falls die Ethylenkonzentration in dem Reaktor hoch ist, wird dem Reaktor mehr Katalysator zugesetzt und umgekehrt. Auf diese Weise werden die Veränderungen in der Ethylenpolymerisationsrate berücksichtigt und fluktuieren die tatsächliche Produktionsrate und Produkteigenschaften nicht erheblich.

**[0062]** Zusätzlich sind die Leitungen **8** weiter mit Durchflussmessmitteln **9** zum einfachen Messen der Katalysatordurchflussrate in den Leitungen **8** versehen. Diese Durchflussmessmittel **9** sind bevorzugt Coriolis-Durchflussmessmittel, die bevorzugt stromabwärts von besagten Pumpmitteln **5** angebracht sind.

**[0063]** Die vorliegende Vorrichtung ist mit einem Cokatalysatorverteilsystem versehen, um einen Cokatalysator mit besagter Katalysatoraufschlammung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor zugeführt wird, wenn ein Ziegler-Natta-Katalysator verwendet wird,

wird bevorzugt Triisobutylaluminium (TIBAL) als Cokatalysator verwendet. Solcher Cokatalysator verhält sich wie ein echter Katalysator, was bedeutet, dass der Cokatalysator an der Polymerisationsreaktion in dem Reaktor teilnimmt.

**[0064]** Das Cokatalysatorverteilsystem **13** kann zwei Cokatalysatorvorratsbehälter umfassen, worin Cokatalysator hergestellt und gelagert wird. Ein Behälter enthält ein hohes Niveau an Cokatalysator und steht mittels einer Leitung **14** mit dem Herstellungsbehälter **3** zur Zufuhr von Cokatalysator dorthin in Verbindung. Dieser Behälter kann auch in Verbindung mit der Leitung **8** stehen, um Cokatalysator dorthin vorzusehen. Ein anderer Behälter steht durch Leitung **14** mit der Leitung **8** in Verbindung, um besagten Cokatalysator zu der Leitung **8** zu befördern, wie in [Fig. 2](#) dargestellt.

**[0065]** Die Kontaktzeit zwischen dem Ziegler-Natta-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator und das Verhältnis zwischen dem dem Ziegler-Natta-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator haben einen bedeutenden Einfluss auf die Granulometrie, aber auch auf die Aktivität des letztendlichen Polymerisationsprodukts. Unter Verwendung eines TIBAL-Cokatalysators können durch Aktivität größere Polyethylenpartikel erhalten werden. Auch verbessert der Vorkontakt des TIBAL-Cokatalysators mit dem Ziegler-Natta-Katalysator die Schüttdichte und die Absatzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polyethylens. Abhängig von der gewünschten Vorkontaktzeit wird eine geeignete Menge TIBAL-Cokatalysator entweder in den Behälter **3** eingespritzt, falls eine lange Vorkontaktzeit zwischen dem Ziegler-Natta-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator erforderlich ist, oder in die Leitungen **8**, stromabwärts von den Membranpumpen **5**, vor dem Eintritt in die Reaktoren **1**, falls eine kurze Vorkontaktzeit zwischen dem Ziegler-Natta-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator erforderlich ist.

**[0066]** Cokatalysatoren sind generell in kommerziellen Fässern vorgesehen. In einem Vorratsbehälter des Cokatalysatorverteilsystems **13** wird der TIBAL-Cokatalysator generell in einer Lösung von Hexan vorgesehen, kann jedoch auch in reiner Form vorgesehen werden. Der TIBAL-Cokatalysator wird von dem Vorratsbehälter durch eine Cokatalysatoreinspritzleitung **14** in die Leitung **8** befördert, die den Pufferbehälter **4** mit dem Reaktor **1** verbindet. Die Leitung **14** schneidet Leitung **8**, stromabwärts von den Membranpumpen **5** und stromaufwärts vom Reaktor **1**. Falls weiter ein Durchflussmessmittel **9** an den Leitungen **8** angebracht ist, schneidet die Cokatalysatorzufuhrleitung **14** die Leitung **8**, bevorzugt stromabwärts von besagtem Durchflussmesser **9**.

**[0067]** Falls der TIBAL-Cokatalysator in die Leitung **8** eingespritzt wird, befindet sich der Einspritzpunkt in

einem Abstand zu dem Reaktor, der eine gewisse Vorkontaktzeit mit dem Katalysator gestattet, bevor er dem Reaktor zugeführt wird. Um eine ausreichende Vorkontaktzeit, bevorzugt zwischen 5 Sekunden und 2 Minuten, und beispielsweise zwischen 5 Sekunden und 1 Minute, zwischen der Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlammung und dem TIBAL-Cokatalysator zu haben, sind kleine Kontaktbehälter **11** an den Leitungen **8** installiert, stromabwärts vom Einspritzpunkt des Cokatalysatorverteilsystems. Vorzugsweise sind besagte Kontaktbehälter **11** vertikal in besagten Leitungen **8** positioniert. Die Kontaktbehälter können gerührt werden oder nicht.

**[0068]** Vorzugsweise umfassen besagte Kontaktbehälter eine Leitung, welche einen Durchmesser hat, der wenigstens 1,5 bis 50 Mal größer, und beispielsweise 2, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 45 oder 50 Mal größer ist als der Durchmesser besagter Leitungen B. In einer bevorzugten Ausführungsform haben die Leitungen **8** einen Durchmesser, der zwischen 0,3 und 2 cm beträgt, und bevorzugt zwischen 0,6 und 1 cm beträgt, während der Durchmesser der Kontaktbehälter **11** vorzugsweise zwischen 1 und 15 cm und vorzugsweise zwischen 6 und 9 cm beträgt.

**[0069]** In einer anderen bevorzugten Ausführung, durch Betrieb in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung, können alle Leitungen, Behälter, Pumpen, Ventile usw... mittels Spülen oder Reinigen mit Stickstoff oder Verdünner, d.h. Isobutan, frei von Verstopfung gehalten werden. Es versteht sich, dass, wo es nötig ist, Spül- und Reinigungsmittel und -leitungen an der erfindungsgemäßen Vorrichtung verfügbar sind, um ein Verstopfen oder Blockieren zu vermeiden.

**[0070]** In einem Beispiel wird, unter Verwendung der Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, ein Fass von 80 kg, das festen Ziegler-Natta-Katalysator enthält, in annähernd 2000 kg Verdünner Isobutan verdünnt. Diese Katalysatormenge ermöglicht die Herstellung von 1.000.000 kg Polyethylen, und der hergestellte Katalysator ist zur Speisung eines Reaktors auf einer niedrigen Flussrate während 4 bis 5 Tagen geeignet.

**[0071]** In einer anderen Ausführungsform wird die Katalysatoraufschlammung unter kontrolliertem Fluss in den Reaktor eingespritzt. Die Leitungen **8** zum in den Reaktor Befördern von Katalysatoraufschlammung sind mit einem oder mehreren Ventilen, bevorzugt Kolbenventilen **18**, ausgerüstet. Die Kolbenventile **18** sind dazu in der Lage, die Öffnung abzudichten, mittels derer die Leitung **8** mit dem Reaktor **1** verbunden ist, wie in [Fig. 2](#) veranschaulicht. Bei Verwendung verschiedener Leitungen **8** zur Beförderung von Katalysatoraufschlammung in einen Reaktor pumpen die Pumpmittel nur in einer Leitung **8** aktiv Katalysatoraufschlammung zu dem Reaktor, wäh-

rend in anderen Leitungen **8** die Pumpen nicht aktiv sind und die Leitungen vorzugsweise durch Isobutan gespült werden.

**[0072]** Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann zum Speisen eines einzigen Polymerisationsreaktors verwendet werden. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die erfindungsgemäße Vorrichtung zum Speisen eines Polymerisationsreaktors verwendet, der aus zwei Flüssigkeits-Vollschlaufenreaktoren besteht, der einen ersten und einen zweiten Reaktor umfasst, die durch ein oder mehrere Absetzbeine des ersten Reaktors in Serie geschaltet sind, welche zwecks Abfuhr von Aufschlammung aus dem ersten Reaktor zu besagtem zweiten Reaktor angeschlossen sind. Solche in Serie angeschlossenen Reaktoren sind besonders geeignet für die Herstellung bimodalen Polyethylens. Die vorliegende Erfindung, welche den Containerbehälter **2**, den Behälter **3**, den Pufferbehälter **4** und das Cokatalysatorvorratsverteilsystem **13** und gegebenenfalls einen oder mehrere Entsorgungsbehälter **10** umfasst, kann für beide Reaktoren angewendet werden. Die Anzahl von Leitungen **8** kann zwischen dem ersten und dem zweiten Reaktor aufgeteilt werden. Es ist auch möglich, zwei Katalysatorherstellungs- und -einspritzvorrichtungen zu verwenden, z.B. wenn zwei verschiedene Katalysatoren verwendet werden.

**[0073]** Aus der vorliegenden Beschreibung geht hervor, dass Zahlen von Abmessungen der verschiedenen Teile der Vorrichtung sich auf die Größe der Polymerisationsreaktoren beziehen und in Funktion der Reaktionsgrößen verändert werden können.

**[0074]** In einer anderen Ausführung betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Optimierung der Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor **1**, umfassend die Schritte des:

- a) Herstellens von Katalysatoraufschlammung in einem Behälter **3**, wobei besagte Aufschlammung festen Ziegler-Natta-Katalysator, vorzugsweise einen Ziegler-Natta-Katalysator wie oben definiert, in einem Kohlenwasserstoffverdünner umfasst, welche eine geeignete Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion hat,
- b) Verbringens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Behälter **3** zu einem Pufferbehälter **4**, worin besagte Aufschlammung gelagert wird,
- c) Zuführens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter **4** zu besagtem Reaktor **1** durch Leitungen **8** auf einer geeigneten Durchflussrate, und
- d) Inkontaktbringens einer geeigneten Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung in besagten Leitungen vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor.

**[0075]** Vorzugsweise ist besagtes Verfahren ein Verfahren zur Optimierung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor **1**, worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

**[0076]** In bestimmten Fällen könnte es erforderlich oder vorteilhaft sein, den Katalysator mit einem Cokatalysator in Kontakt zu bringen, wie voranstehend angedeutet. Daher ist das vorliegende Verfahren insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass es den Schritt des Inkontaktbringens eines Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor umfasst. Der Cokatalysator ist vorzugsweise eine Verbindung auf Aluminiumbasis, wie vorangehend definiert.

**[0077]** Das Verfahren umfasst das Inkontaktbringen eines Cokatalysators, bevorzugt eines Cokatalysators, wie vorangehend definiert, mit besagter, in den Leitungen **8** vorhandener Katalysatoraufschlammung. Das Cokatalysatorverteilsystem **13** umfasst vorzugsweise einen Vorratsbehälter und eine Leitung **14**, welche die Leitung **8** schneidet. In einer anderen bevorzugten Ausführungsform umfasst das Verfahren weiter das Erhöhen der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in Leitungen **8** durch örtliches Erhöhen des Volumens besagter Leitungen B. Durch örtliches Erhöhen des Volumens der Leitungen wird ein besserer Vorkontakt zwischen Cokatalysatoren und Katalysatoren erhalten. Vorkontakt zwischen Katalysator und Cokatalysator beeinflusst die Granulometrie des letztendlichen Polymerisationsprodukts positiv und verbessert die Schüttdichte und die Absetzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polymerisationsprodukts. Während des Aktivierungsvorgangs wird, wenn zu viel Cokatalysator mit dem Katalysatorpartikel in Kontakt kommt, die katalytische Aktivität nicht nur verringert, sondern es kann auch tatsächlich Schaden zugefügt werden. Das vorliegende Verfahren ermöglicht auch auf vorteilhafte Weise eine präzisere Steuerung des Einspritzverhältnisses von Katalysator und Cokatalysator.

**[0078]** Die Katalysatoraufschlammung wird generell aus festen Katalysator hergestellt, der in einem Kohlenwasserstoffverdünner suspendiert ist. Da fester Katalysator generell in kommerziellen Fässern vorgesehen ist, unter Bedingungen, die die Herstellung von Katalysatoraufschlammung nicht zulassen, z.B., die kommerziellen Fässer sind zu klein oder lassen nicht das Anlegen erhöhten Drucks zu, wenn dies von dem verwendeten Verdünner erfordert wird. Abhängig von dem verwendeten Verdünner kann es erforderlich sein, den Katalysator unter höhere Druckbedingungen zu bringen. Daher umfasst besagtes Verfahren in einer bevorzugten Ausführung weiter den zusätzlichen Schritt des Beförderns von festem

Katalysator von einem Containerbehälter **2** zu dem Behälter **3**, worin verdünnte Katalysatoraufschlammung einer geeigneten Konzentration hergestellt wird. Alternativ kann der Ziegler-Natta-Katalysator auch in einem kommerziellen Behälter vorgesehen sein, der zur Handhabung höherer Drücke geeignet ist. In solchem Fall ist die Verwendung eines Containerbehälters **2** nicht erforderlich und kann die konzentrierte Katalysatoraufschlammung von dem kommerziellen Behälter direkt in einen Herstellungsbehälter **3** eingespeist werden.

**[0079]** Vorzugsweise umfasst das Verfahren die Steuerung des Pegels von Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter **4**. Noch bevorzugter betrifft die Erfindung ein Verfahren zum im Wesentlichen Konstanthalten des Pegels von Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter **4**. Dies wird insbesondere durch Vorsehen zweier Behälter ermöglicht, eines Behälters **3**, worin die Aufschlammung hergestellt wird und welcher eine fluktuierende Menge Katalysatoraufschlammung darin enthalten darf, und eines Pufferbehälters **4**, der ein im Wesentlichen konstantes Niveau von Katalysatoraufschlammung enthält, bevorzugt zwischen 40 % und 100 % und bevorzugter zwischen 60 und 95 % und noch bevorzugter zwischen 80 % und 90 %. Das Niveau von Katalysatoraufschlammung in dem Pufferbehälter **4** wird durch Inkontaktbringen des Pufferbehälters **4** mit dem Behälter **3** durch Rohre **7**, insbesondere Rohre unter der Kontrolle der Pumpmittel, konstant gehalten. Durch diese Rohre **7** wird Katalysatoraufschlammung von dem Behälter **3** zu dem Pufferbehälter **4** gepumpt, wenn das Niveau von Katalysatoraufschlammung in dem Pufferbehälter **4** die oben angedeuteten Werte unterschreitet. Durch diesen Mechanismus wird die kontinuierliche Zufuhr von Katalysatoraufschlammung zu einem Polymerisationsreaktor ohne bedeutende Fluktuationen gewährleistet. Der Polymerisationsreaktor wird somit kontinuierlich mit Katalysatoraufschlammung auf einer geeigneten Konzentration versehen, was die Effizienz der Polymerisationsreaktion in dem Reaktor erhöhen wird.

**[0080]** In einer anderen Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäße Verfahren die Regelung der geeigneten Flussrate der Katalysatoraufschlammung zu dem Reaktor **1** durch Ermitteln der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor **1**. Bevorzugt ist besagter Reaktant die Konzentration von Monomer, d.h. Ethylen, in dem Reaktor. Es sollte jedoch deutlich sein, dass auch die Bestimmung anderer Reaktanten, wie beispielsweise die Comonomer- oder Wasserstoffkonzentrationen in dem Reaktor, innerhalb der Reichweite der vorliegenden Erfindung liegt. In der Praxis wird dieser Mechanismus durch Vorsehen jeder Leitung zum Befördern und Zuführen der Katalysatoraufschlammung von dem Pufferbehälter zu dem Reaktor mit einem Pumpmittel, das in der

Lage ist, eingestellt zu werden, und durch Regulieren der Katalysatordurchflussrate in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor erhalten.

**[0081]** In gewissen Fällen könnte es erforderlich oder vorteilhaft sein, den Katalysator mit einem Cokatalysator in Kontakt zu bringen, wie vorangehend angedeutet. Daher verschafft die vorliegende Erfindung ein Verfahren, das den Schritt des Inkontaktbringens eines Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor umfasst. Der Cokatalysator ist vorzugsweise eine Verbindung auf Aluminiumbasis, wie vorangehend definiert.

**[0082]** Das Verfahren umfasst das Inkontaktbringen eines Cokatalysators, bevorzugt eines Cokatalysators, wie vorangehend definiert, mit besagter, in Leitungen **8** befindlicher Katalysatoraufschlammung. Das Cokatalysatorverteilsystem **13** umfasst vorzugsweise einen Vorratsbehälter und eine Leitung **14**, welche die Leitung **8** schneidet. In einer anderen bevorzugten Ausführungsform umfasst das Verfahren weiter die Erhöhung der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in Leitungen **8** durch örtliches Erhöhen des Volumens besagter Leitungen **8**. Durch örtliches Erhöhen des Volumens der Leitungen wird ein besserer Vorkontakt zwischen den Cokatalysatoren und Katalysatoren erhalten. Vorkontakt zwischen Katalysator und Cokatalysator beeinflusst die Granulometrie des letztendlichen Polymerisationsprodukts positiv und verbessert die Schüttdichte und die Absetzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polymerisationsprodukts. Während des Aktivierungsvorgangs wird, wenn zu viel Cokatalysator mit dem Katalysatorpartikel in Kontakt kommt, die katalytische Aktivität nicht nur verringert, sondern es kann auch tatsächlich Schaden zugefügt werden. Das vorliegende Verfahren ermöglicht auch auf vorteilhafte Weise eine präzisere Steuerung des Einspritzverhältnisses von Katalysator und Cokatalysator.

**[0083]** In einer anderen bevorzugten Ausführungsform verschafft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zum kontinuierlichen Zuführen von Katalysatoraufschlammung von dem Pufferbehälter **4** durch Leitungen **8** zu dem Reaktor **1**, auf einer geeigneten Durchflussrate. In einer bevorzugten Ausführung verschafft die vorliegende Erfindung insbesondere ein Verfahren, das die kontinuierliche Zufuhr von Katalysator zu einem Reaktor, ohne Unterbrechung des Katalysatorflusses, ermöglicht.

**[0084]** In noch einer anderen bevorzugten Ausführungsform betrifft die Erfindung ein Verfahren, wobei die Katalysatordurchflussrate zu dem Reaktor präzise gemessen wird, durch Durchflussratenmessung,

unter Verwendung von Durchflussmessmitteln, wie etwa bevorzugt Coriolis-Durchflussmessmitteln.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Optimierung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor (**1**), umfassend die Schritte des:

- a) Herstellens, in einem Behälter (**3**), von Katalysatoraufschlammung mit einer geeigneten Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion, durch Verdünnen eines festen Ziegler-Natta-Katalysators mit der allgemeinen Formel  $MX_n$ , wobei M eine Übergangsmetallverbindung ist, gewählt aus Gruppe IV bis VII, wobei X ein Halogen ist, und wobei n die Valenz des Metalls ist, in einem Kohlenwasserstoffverdünner,
- b) Verbringens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Behälter (**3**) zu einem Pufferbehälter (**4**), wobei besagte Aufschlammung gelagert wird und wobei der Pegel der Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter (**4**) im Wesentlichen konstant gehalten wird,
- c) Pumpens besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter (**4**) zu besagtem Reaktor (**1**) durch Leitungen (**8**) auf einer geeigneten Durchflussrate, gesteuert durch Ermitteln der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor (**1**), und
- d) Inkontaktbringens einer geeigneten Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung in besagten Leitungen (**8**) vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, umfassend das Erhöhen der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in Leitungen (**8**) durch örtliches Erhöhen des Volumens besagter Leitungen (**8**).

3. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei besagter Cokatalysator eine Organoaluminiumverbindung ist, die gegebenenfalls halogeniert ist, mit der allgemeinen Formel  $AlR_3$  oder  $AlR_2Y$ , wobei R ein Alkyl mit 1–16 Kohlenstoffatomen ist und Y das gleiche oder verschieden sein kann und wobei Y Wasserstoff oder ein Halogen ist.

4. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, weiter den Schritt umfassend des Halten des Pegels von Katalysatoraufschlammung in besagtem Pufferbehälter (**4**) auf zwischen 80% und 90% des Behältervolumens.

5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, weiter den Schritt des Beförderns von festem Katalysator von einem Containerbehälter (**2**), worin besagter fester Katalysator auf einem geeigneten Druck gelagert ist, zu dem Behälter (**3**) umfassend.



6. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, umfassend das kontinuierliche Zuführen besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter (4) zu besagtem Reaktor (1) durch Leitungen (8) auf einer geeigneten Durchflussrate.

7. Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor (1), umfassend

- einen Behälter (3) zur Herstellung von Katalysatoraufschlammung, wobei besagte Aufschlammung festen Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünnern mit einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion umfasst,
- einen Pufferbehälter (4) zur Lagerung besagter Katalysatoraufschlammung auf einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion, wobei besagter Pufferbehälter (4) mittels einer oder mehrerer Leitungen (7) mit besagtem Behälter (3) in Verbindung steht, und wobei er mit einer oder mehreren Leitungen (8) versehen ist, die zum Befördern besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter (4) zu besagtem Reaktor (1) geeignet sind,
- ein Pumpmittel (5), das an jeder der besagten Leitungen (8) vorgesehen ist, zur Steuerung der Beförderung und Zufuhr besagter Katalysatoraufschlammung von besagtem Pufferbehälter (4) zu besagtem Reaktor (1), und
- weiter ein Kokatalysatorverteilsystem (13) umfassend, um eine geeignete Menge Kokatalysator mit der Katalysatoraufschlammung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor zugeführt wird, wobei besagtes System wenigstens einen Kokatalysatorvorratsbehälter und eine damit verbundene Leitung (14) zum Befördern besagten Kokatalysators von besagtem Kokatalysatorvorratsbehälter zu besagter einer oder mehreren Leitung(en) (8) umfasst.

8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, wobei besagte Leitung (8) mit einem Kontaktbehälter (11) zur Erhöhung der Kontaktzeit besagten Kokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in besagter Leitung (8) versehen ist.

9. Vorrichtung gemäß Ansprüchen 7 oder 8, wobei besagter Kontaktbehälter (11) an den Leitungen (8) stromabwärts von dem Einspritzpunkt des Kokatalysatorverteilsystems (13) positioniert ist.

10. Vorrichtung gemäß Anspruch 7 bis 9, wobei besagter Kontaktbehälter (11) vertikal in besagter Leitung (8) positioniert ist.

11. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 10, wobei besagter Kontaktbehälter (11) geschützt wird.

12. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7

bis 11, wobei besagter Kontaktbehälter (11) eine Leitung umfasst, welche einen Durchmesser hat, der wenigstens 1,5 bis 50 Mal größer als der Durchmesser besagter Leitung (8) ist.

13. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 12, wobei besagte Leitungen (7), die besagten Behälter (3) mit besagtem Pufferbehälter (4) verbinden, Rohre umfassen, die durch Pumpmittel gesteuert werden.

14. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 13, wo besagte, an besagter Leitung (8) vorgesehene Pumpmittel (5) in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor (1) gesteuert werden.

15. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 14, weiter Flussmessmittel (9) an besagter Leitung (8) umfassend, um die Katalysatorflussmenge zu messen.

16. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 15, weiter einen Containerbehälter (2) zum Lagern von festem Katalysator auf einem geeigneten Druck und zum Befördern besagten festen Katalysators zu dem Behälter (3) umfassend, wobei besagter Containerbehälter (2) mittels einer Leitung (6) mit besagtem Behälter (3) in Verbindung steht.

17. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 16, wobei besagter Polymerisationsreaktor (1) zur Herstellung von Polyethylen und bevorzugt zur Herstellung bimodalen Polyethylens geeignet ist.

18. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 17, wobei besagter Katalysator ein Ziegler-Natta-Katalysator mit der allgemeinen Formel  $MX_n$  ist, wobei M eine Übergangsmetallverbindung ist, gewählt aus Gruppe IV bis VII, wobei X ein Halogen ist, und wobei n die Valenz des Metalls ist.

19. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 18, wobei besagter Kokatalysator eine Organoaluminiumverbindung ist, die gegebenenfalls halogeniert ist, mit der allgemeinen Formel  $AlR_3$  oder  $AlR_2Y$ , wobei R ein Alkyl mit 1–16 Kohlenstoffatomen ist und R das gleiche oder verschieden sein kann und wobei Y Wasserstoff oder ein Halogen ist.

20. Anwendung einer Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 19 zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr eines Ziegler-Natta-Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor (1), worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

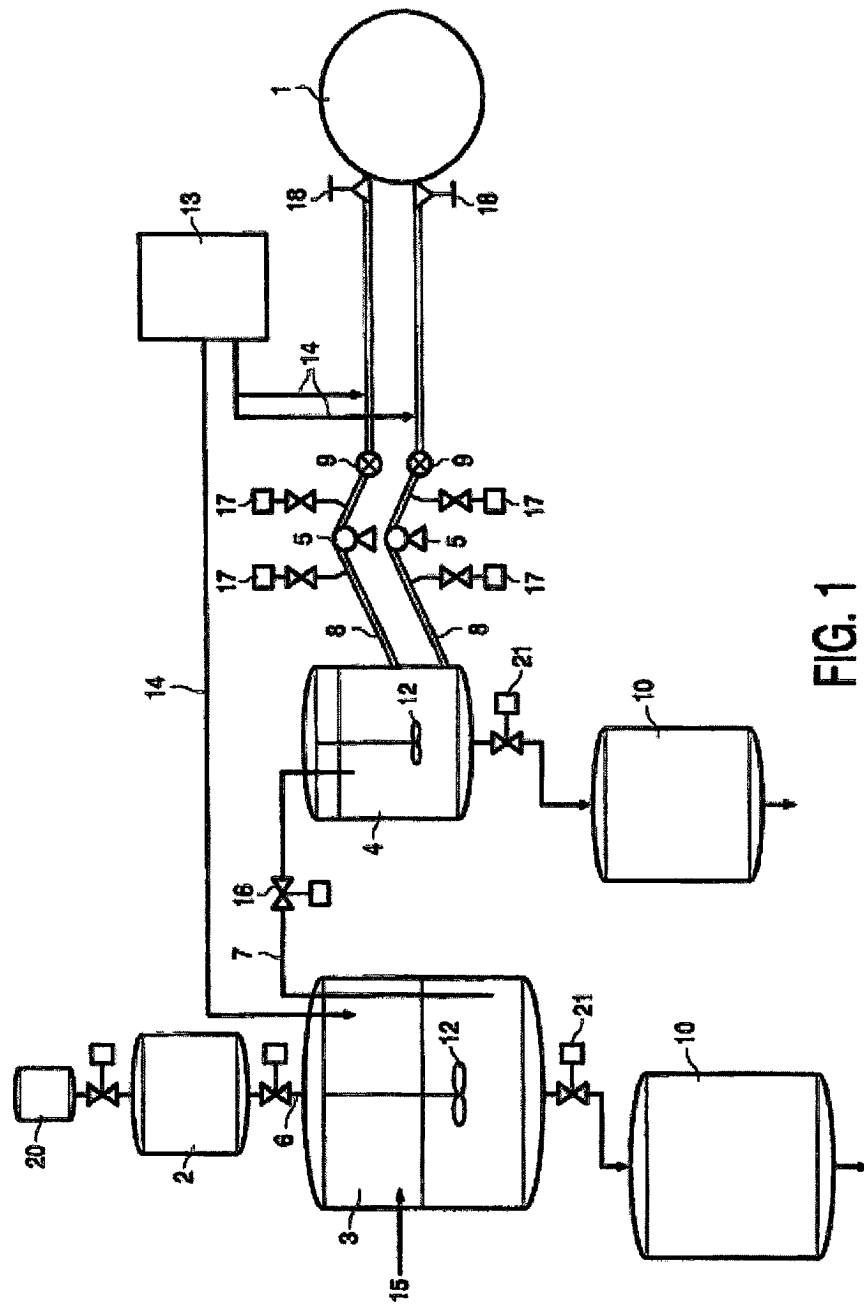
21. Anwendung einer Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 19 zur Herstellung eines Katalysator-Kokatalysatorgemischs und zum Optimieren

der Zufuhr besagten Gemischs zu einem Polymerisationsreaktor (1), worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen



Anhängende Zeichnungen



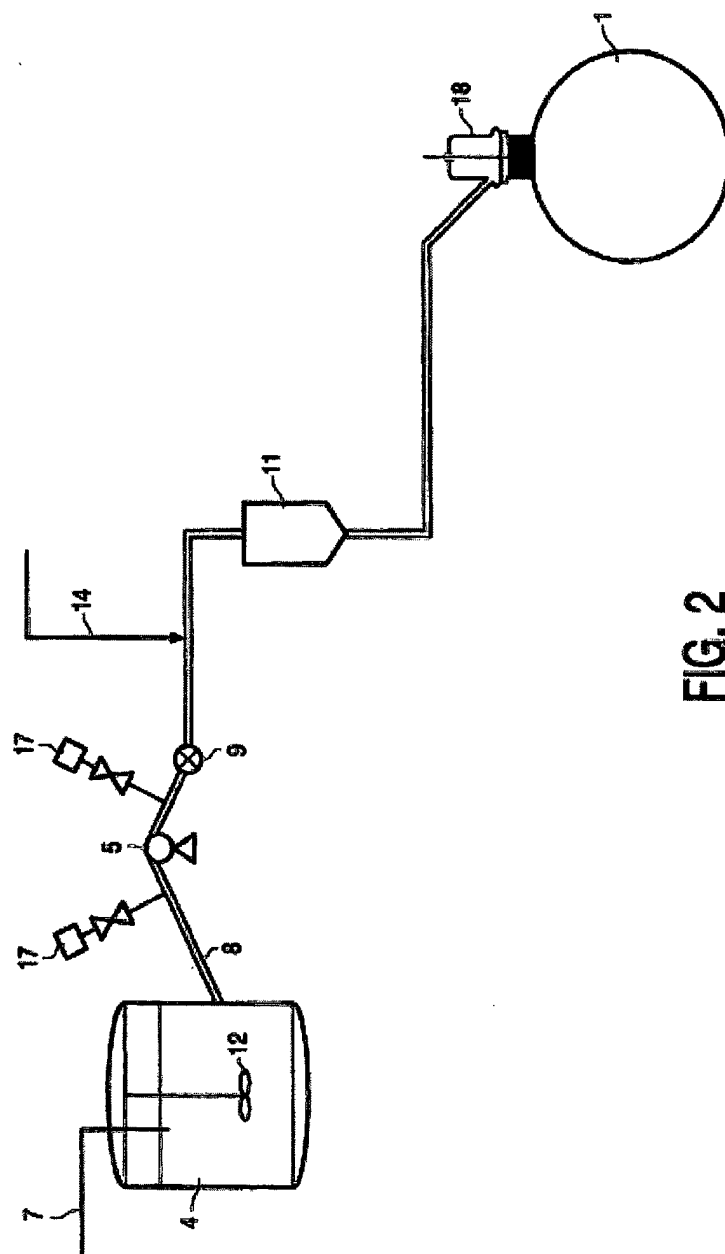


FIG. 2