



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 60 2005 000 922 T2** 2008.01.17

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 660 231 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **60 2005 000 922.1**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/EP2005/050625**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **05 716 677.9**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2005/077522**

(86) PCT-Anmeldetag: **14.02.2005**

(87) Veröffentlichungstag  
der PCT-Anmeldung: **25.08.2005**

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

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **18.04.2007**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **17.01.2008**

(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:

**04100597**      **13.02.2004**      **EP**

**04100570**      **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 STEUERUNG DER ZUFUHR VON KATALYSATOR-SCHLAMM IN 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 Erfindung betrifft katalytische Reaktionen. In einem ersten Aspekt betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor. Die Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Steuerung der Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor. In einem anderen Aspekt betrifft die Erfindung ein Verfahren zum Optimieren der Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor. In noch einem anderen Aspekt betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Steuerung der Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor.

## Hintergrund

**[0002]** Polyethylen (PE) wird über das Polymerisieren von Ethylen( $\text{CH}_2=\text{CH}_2$ )-Monomer und gegebenenfalls eines höheren 1-Olefin-Comonomers, wie etwa 1-Buten, 1-Hexen, 1-Okten oder 1-Decen, synthetisiert. Da PE billig, sicher, stabil gegenüber den meisten Umgebungen und leicht zu verarbeiten ist, sind Polyethylenpolymere in vielen Anwendungen gebrauchsgerecht. Dem Syntheseverfahren gemäß kann PE generell in mehrere Typen eingeteilt werden, wie etwa LDPE (Niedrigdichtes Polyethylen), LLDPE (Lineares niedrigdichtes Polyethylen) und HDPE (Hochdichtes Polyethylen). Jeder Polyethylentyp hat unterschiedliche Eigenschaften und Merkmale.

**[0003]** Es ist bekannt, dass die Polymerisation von Olefinen, z.B. Ethylen, insbesondere durch einen Gasphasenpolymerisationsprozess, die Polymerisation von Olefinmonomer mit Hilfe von Katalysator und gegebenenfalls, falls erforderlich, abhängig von dem verwendeten Katalysator, eines Cokatalysators einbezieht. Geeignete Katalysatoren zur Verwendung bei der Produktion von Polyolefinen, und insbesondere zur Herstellung von Polyethylen, umfassen Katalysatoren vom Chromtyp, Ziegler-Natta-Katalysatoren und Metallocenkatalysatoren.

**[0004]** Es ist wohl bekannt, dass die Polymerisationsreaktion relativ empfindlich für die verwendete Katalysatormenge ist. Es ist wichtig, den Katalysatorzufluss zu einem Reaktor zu steuern, das eine unerwartete oder unkontrollierte Katalysatoreinspritzung in einen Reaktor zu unkontrollierten Reaktionen führen könnte. Ein größeres Problem bei der Einspritzung von Katalysatoraufschlämmung zu einem Reaktor in Verfahren des Standes der Technik ist jedoch, dass es schwierig ist, die Katalysatormenge und die Durchflussmenge des eingespritzten Katalysators zu steuern.

**[0005]** Gemäß einem Katalysatorzuführsystem des Standes der Technik kann Katalysator einem Polymerisationsreaktor entweder in konzentrierter Form, z.B. direkt aus einem Schlammkessel, oder in verdünnter Form zugeführt werden.

**[0006]** Direktes Zuführen von Katalysatoraufschlämmung von einem Lagerbehälter zu einem Reaktor hat den Nachteil, dass die Zufuhrate des Katalysators zu dem Reaktor nicht adäquat gesteuert werden kann. Auch können, in Fällen, welche die direkte Zufuhr eines (konzentrierten) Katalysators zu einem Reaktor einbeziehen, die Katalysatoren vollständig in den Reaktor gespült werden, wenn während der Herstellung der Katalysatoren ein Problem auftaucht. Solch unkontrollierte Katalysatorzufuhr kann unkontrollierte Reaktionen in dem Reaktor hervorrufen.

**[0007]** Außerdem sind, in dem Fall, dass Katalysator-in-Öl-Suspension direkt zu einem Reaktor zugeführt wird, die verwendeten Pumpen, generell Exzentrerschneckenpumpen, nicht in der Lage, den Katalysatorfluss und die in den Reaktor eingespritzte Katalysatormenge zu dosieren. Weiterhin erfordern solche Systeme das Umschalten des Katalysatoreinspritzsystems jedesmal dann, wenn eine neue Charge Katalysator zur Zufuhr zu dem Reaktor mit diesem verbunden werden muss. Daher verschaffen solche Einspritzsysteme keine optimale und zuverlässige Steuerung der Katalysatorflussmenge.

**[0008]** Es sind mehrere Systeme offenbart worden, die die Herstellung und die Zufuhr verdünnter Katalysatoraufschlämmung zu einer Polymerisationsreaktion einbeziehen. Im allgemeinen werden zur Herstellung von Katalysatoraufschlämmung eine Mischung von trockenem festem partikelförmigem Katalysator und Verdünner in einen Katalysatorvorratsbehälter zum gründlichen Mischen zugemessen. Dann wird solche Katalysatoraufschlämmung typischerweise direkt zu einem Polymerisationsreaktionsbehälter befördert, zum Kontakt mit den Monomerreaktanten, generell unter Hochdruckbedingungen.

**[0009]** GB 838,395 betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung einer Aufschlammung eines festen Katalysators in Kohlenwasserstoffverdünnungsmittel zur Verwendung in einer chemischen Reaktion. Das Verfahren umfasst das Herstellen konzentrierter Katalysatoraufschlammung in einem Kohlenwasserstoffverdünnungsmittel und Zuschlagen besagter konzentrierter Aufschlammung mit zusätzlichem Verdünnungsmittel und Einbringen besagten Zuschlags in eine Reaktionszone. Gemäß dem Verfahren wird die spezifische induktive Kapazität der Aufschlammung vor deren Einbringen in besagte Reaktionszone kontinuierlich ermittelt, wobei die induktive Kapazität der Aufschlammung von der Katalysatorkonzentration in der Aufschlammung abhängig ist.

**[0010]** US 3,726,845 beschreibt ein System, wobei Katalysatoraufschlammung in einem Behälter hergestellt wird, wonach sie mittels einer Leitung, die mit einer Pumpe versehen ist, zu dem Polymerisationsreaktor gepumpt wird. Die in dem Behälter gebildete Katalysatoraufschlammung und Verdünnungsmittel werden abwechselnd durch besagte Leitung zu dem Polymerisationsreaktor zugeführt, indem man für eine ausgewählte Anzahl von Sekunden Katalysator und dann für eine ausgewählte Anzahl von Sekunden Verdüner durch die Leitung zu dem Polymerisationsreaktor fließen lässt.

**[0011]** WO 2004/0264455 beschreibt ein Katalysatoraufschlammungszufuhrsystem, wobei verdünnte Katalysatoraufschlammung in einem Mischtank gebildet und zu einem Vorratstank befördert wird, worin sie in verdünnter Form gehalten wird, bevor sie einem Polymerisationsreaktor zugeführt wird. Katalysatoraufschlammung wird mittels einer mit einem Ventil versehenen Leitung von dem Misch- zu dem Vorratstank zugeführt. Der Mischtank kann auf einem höheren Niveau sein als der Vorratstank, sodass die Katalysatoraufschlammung wenigstens teilweise aufgrund der Schwerkraft zu dem Vorratstank fließt, wodurch die Notwendigkeit einer Pumpe zwischen dem Mischtank und dem Vorratstank vermieden wird. Alternativ kann die Katalysatoraufschlammung ohne Pumpe oder Niveauunterschied zwischen den Tanks bewegt werden, indem ein Druckgefälle zwischen dem Mischtank und dem Vorratstank aufrechterhalten wird.

**[0012]** US 5,098,667 offenbart ein Katalysatorzufuhrsystem, welches das Befördern konzentrierten Katalysators von einer Schlammwanne zu einem Verdünnungsbehälter durch eine Leitung, die ein Ventilsystem zur Regulierung der Übertragung umfasst, einbezieht. Dem Polymerisationsreaktor wird kontinuierlich mittels einer Leitung verdünnte Katalysatoraufschlammung zugeführt. Bei dem beschriebenen Verfahren wird die Flussmenge der verdünnten Aufschlammung manipuliert, um eine gewünschte Flussrate von in der verdünnten Aufschlammung enthaltenen Feststoffpartikeln zu verschaffen. Ein kontinuierlicher Katalysatorfluss wird auf einer gewünschten Rate aufrechterhalten, in Reaktion auf einen errechneten Wert des Mengendurchflusses der in der verdünnten Aufschlammung enthaltenen festen Katalysatorpartikel. Der errechnete Mengendurchfluss von Katalysatorpartikeln basiert auf "online"-Messungen von Dichte und Durchflussmenge des verdünnten Katalysatorstroms, der zu dem Reaktor fließt, und auf vorbestimmten Dichten der festen Katalysatorpartikel und des flüssigen Verdünners, die die Aufschlammung bilden.

**[0013]** Obwohl jedoch die oben beschriebenen Verfahren zur Herstellung verdünnten Katalysators eine Verbesserung bei der Steuerung von Katalysatorfluss verschaffen, haben sie jedoch den Nachteil, dass die Katalysatordurchflussmenge nicht zuverlässig in Funktion der Reaktionsbedingungen in dem Polymerisationsreaktor angepasst werden kann.

**[0014]** Ein anderes, mit verfügbaren Systemen zur Herstellung verdünnten Katalysators zusammenhängendes Problem ist, dass diese Systeme relativ voluminös und umständlich sind und manchmal mehrere Behälter zur Lagerung von Katalysatoraufschlammung einbeziehen. Zusätzlich impliziert die Verwendung großer Behälter und großer Mengen Verdüner zur Herstellung der verdünnten Katalysatoraufschlammung mehrere erhebliche Nachteile. Die Verwendung großer Volumina verdünnten Katalysators impliziert die Verwendung großer Volumina Verdüner (d.h. Isobutan). Isobutan ist jedoch eine explosive Chemikalie und kann Sicherheitsprobleme aufwerfen.

**[0015]** Weiterhin können, wenn in einem Polymerisationsprozess der Katalysatortyp umgestellt wird, große Mengen Katalysator unbenutzt bleiben und können entsorgt werden müssen, was nicht nur sehr teuer ist, sondern auch strikte Umweltvorschriften impliziert. Zusätzlich sind die Kosten für das Reinigen der voluminösen Katalysatorherstellungssysteme nach dem Entfernen des Katalysators hoch.

**[0016]** Es verbleibt daher in der Technik ein Bedarf an der Verschaffung eines verbesserten Verfahrens zur Steuerung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor. Spezieller verbleibt in der Technik ein großer Bedarf an einem System, das kontinuierlich und verlässlich verdünnte Katalysatoraufschlammung zu einem Schlaufenreaktor zuführt.

**[0017]** Weiterhin werden Metallocen- und Ziegler-Natta-Katalysatoren üblicherweise mit einem Cokatalysator zur Olefinpolymerisation eingesetzt, welcher die Polymerisationseffizienzen erheblich erhöhen kann, bis auf über eine Million Einheiten Polymer pro Einheit Katalysator hinaus. Eine Anzahl von Techniken für das Einbringen des Cokatalysators in einen Polymerisationsreaktor ist vorgeschlagen worden. Beispielsweise bestehen manche Techniken aus dem direkten Einbringen des Cokatalysators in den Polymerisationsreaktor. Eine derartige Technik gestattet jedoch nicht das Inkontaktbringen des Cokatalysators mit dem Katalysator vor dem Eintritt in den Reaktor, obwohl solcher Vorkontakt besonders wünschenswert ist, um effiziente Gemische von Katalysator und Cokatalysator zu verschaffen. Eine andere Technik besteht aus dem Inkontaktbringen des Katalysators und Cokatalysators vor ihrem Einbringen in das Polymerisationsmedium. In diesem letzteren Fall kann es, unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die eingesetzten Katalysatorsysteme üblicherweise zu Beginn der Polymerisation die maximale Aktivität aufweisen, jedoch schwierig sein, Reaktionsdurchgänge zu vermeiden, die dazu neigen, die Bildung kritischer Lastenpunkte und von Agglomeraten geschmolzenen Polymers einzubeziehen.

**[0018]** In Hinblick darauf kann geschlussfolgert werden, dass in der Technik auch ein Bedarf daran bestehen bleibt, ein verbessertes Verfahren zur Steuerung von Katalysatorzufuhr, in Vorkontakt mit einem Cokatalysator, zu einem Polymerisationsreaktor zu verschaffen.

**[0019]** Es ist daher ein genereller Gegenstand dieser Erfindung, ein verbessertes Verfahren zur Optimierung von Katalysatoreinbringung in einen Polymerisationsreaktor zu verschaffen. Es ist ein spezieller Gegenstand der vorliegenden Erfindung, die Zufuhr eines Katalysators, der kommerziell in einer Ölsuspension oder in einer Kohlenwasserstofflösung angebracht ist, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, zu optimieren. Spezieller bezweckt die vorliegende Erfindung auch die Verschaffung einer Vorrichtung und eines Verfahrens, welche eine effiziente Steuerung der Zuflussrate eines Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, ermöglichen.

**[0020]** Es ist ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung, eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Steuerung der Zufuhr von Katalysator, der in Vorkontakt mit einem Cokatalysator ist, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, zu verschaffen.

**[0021]** Weiterhin bezweckt die vorliegende Erfindung die Verschaffung eines Verfahrens und einer Vorrichtung zur verbesserten Steuerung der Polymerisationsreaktion von Ethylen in einem Reaktor.

#### Zusammenfassung der Erfindung

**[0022]** In Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung werden eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Herstellung und Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor und zur Steuerung der Einspritzung von Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, verschafft. Besagte Katalysatoraufschlämmung besteht aus festem Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner.

**[0023]** In einem ersten Aspekt betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, umfassend

- einen oder mehrere Vorratsbehälter zum Enthalten konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, bestehend aus festen Katalysatorpartikeln, die in einem Kohlenwasserstoffverdünner oder in einem Mineralöl suspendiert sind,
- einen Mischbehälter zum Enthalten verdünnter Katalysatoraufschlämmung einer geeigneten Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion, welcher mit besagten Vorratsbehältern durch eine oder mehrere Leitungen zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern zu besagtem Mischbehälter verbunden ist, und welcher mit einer oder mehreren Leitungen zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter zu besagtem Reaktor versehen ist, und
- eine oder mehrere Leitungen, welche besagten Mischbehälter mit einem Polymerisationsreaktor verbinden, um besagte verdünnte Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter zu besagtem Reaktor zu befördern, wobei jede Leitung mit einer Membranpumpe zum Pumpen besagter Aufschlämmung zu besagtem Reaktor versehen ist, welche in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor steuerbar ist.

**[0024]** Die vorliegende Erfindung verschafft eine Vorrichtung, welche die Herstellung von Katalysatoraufschlämmung mit einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion gestattet,

ausgehend von Katalysator, der generell kommerziell in einer Mineralöl-, Heptan- oder Hexansuspension geliefert wird. Manchmal wird er in trockener Form geliefert.

**[0025]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird der Katalysator nicht direkt aus den Vorratsbehältern (hierin auch als Katalysatortransportbehälter bezeichnet) in den Reaktor eingebracht. Die Vorrichtung umfasst weiter einen Mischbehälter, der als "Puffer" zwischen den Vorratsbehältern und dem Reaktor wirkt. Wie hierin verwendet, werden die Begriffe "Mischbehälter" und "Pufferbehälter" als Synonyme verwendet. Der Mischbehälter wird auf einem Druck betrieben, der niedriger als der Reaktordruck ist, wodurch das Risiko unkontrolliert hoher Katalysatoreinspritzung unter hohem Druck in den Reaktor beseitigt wird. Weiterhin gestattet solcher Mischbehälter die Dämpfung der diskontinuierlichen Katalysatorzufuhrfluktuationen zu dem Reaktor. Ein anderer Vorteil des Vorsehens eines Mischbehälters ist, dass Katalysatoraufschlammung weiter auf eine Konzentration verdünnt werden kann, die zur Verwendung in dem Polymerisationsreaktor geeignet ist, und dass eine Aufschlammung mit einer gewünschten, im Wesentlichen konstanten Konzentration hergestellt werden kann. Außerdem wird eine geeignete, relativ niedrige Katalysatorkonzentration, die bevorzugt zwischen 0,1 und 10 Gew. %, bevorzugter zwischen 0,1 und 4 %, noch bevorzugter zwischen 0,1 und 1 % und höchstbevorzugt 0,5 Gew. % beträgt, die Verwendung von Membranpumpen zum Einspritzen der Katalysatoraufschlammung in den Reaktor ermöglichen. Die Verwendung verdünnter Katalysatoraufschlammung hat den Vorteil, dass es leichter ist, die Menge und den Fluss eingespritzten Katalysators zu steuern.

**[0026]** Die Verwendung von Membranpumpen in der vorliegenden Vorrichtung gestattet die Beförderung von Katalysatoraufschlammung zu besagtem Reaktor auf einer regelbaren Katalysatorflussmenge. Zusätzlich sind die Membranpumpen besonders geeignet zum Einstellen der Katalysatordurchflussrate auf einen geeigneten Wert, der in Übereinstimmung mit der in dem Reaktor stattfindenden Polymerisationsreaktion ist, da diese Pumpen in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor steuerbar sind.

**[0027]** In einer anderen Ausführung betrifft die Erfindung eine Vorrichtung, wobei eine oder mehrere Leitungen zur Beförderung von Katalysatoraufschlammung von besagtem Vorratsbehälter zu besagtem Mischbehälter Verdünnereinspritzmittel umfasst bzw. umfassen. Diese Einspritzmittel sind besonders geeignet zur Ermöglichung der Verdünnung von Katalysatoraufschlammung in line, bevor sie in den Katalysator eingespritzt wird, und insbesondere zum Verdünnen der Katalysatoraufschlammung während des Beförderns der Aufschlammung von dem Vorratsbehälter zu dem Mischbehälter.

**[0028]** In noch einer anderen bevorzugten Ausführung betrifft die Erfindung eine Vorrichtung, welche weiter Flussmessmittel zum Messen der Katalysatordurchflussrate umfasst, die an besagter Leitung zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlammung von besagtem Mischbehälter zu besagtem Reaktor angebracht sind.

**[0029]** Ein anderes Problem, das das Gebiet von Katalysatorzufuhr zu einem Reaktor betrifft, besteht aus der Zufuhr eines Cokatalysators während einer Polymerisationsreaktion. Es sind bereits eine Anzahl von Techniken für die Einbringung des Cokatalysators vorgeschlagen worden, beispielsweise direktes Einbringen des Cokatalysators in den Polymerisationsreaktor. Solche Verfahren gestatten jedoch nicht das Inkontaktbringen des Cokatalysators vor dem Eintritt in den Reaktor, obwohl ein solcher Vorkontakt besonders wünschenswert sein kann, um effektive Gemische von Katalysator und Cokatalysator zu verschaffen. Eine andere Technik besteht aus Inkontaktbringen des Katalysators und Cokatalysators vor ihrem Einbringen in das Polymerisationsmedium. In diesem letzteren Fall ist es jedoch schwierig, die Vorkontaktzeit des Katalysators mit dem Cokatalysator zu steuern.

**[0030]** In einer weiteren Ausführungsform ist die vorliegende Vorrichtung daher weiter mit einem Cokatalysator-Verteilssystem (hierin auch als Cokatalysator-Zuführsystem bezeichnet) versehen, um eine geeignete Menge Cokatalysator für einen geeigneten Zeitraum mit der Katalysatoraufschlammung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlammung besagtem Reaktor zugeführt wird. In einer bevorzugten Ausführung umfasst besagtes System einen Cokatalysator-Vorratsbehälter und eine damit verbundene Leitung zum Befördern besagten Cokatalysators. In einer anderen bevorzugten Ausführungsform ist besagte Leitung mit einem Kontaktbehälter zur Erhöhung der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in besagter Leitung versehen.

**[0031]** In einem anderen Aspekt betrifft die Erfindung eom Verfahren zum Optimieren der Zufuhr einer Katalysatoraufschlammung zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, umfassend die Schritte des:

- Bereitstellens konzentrierter Katalysatoraufschlammung, bestehend aus in einem Kohlenwasserstoffver-

dünner oder in einem Mineralöl suspendierten festen Katalysatorpartikel, in einem oder mehreren Vorratsbehältern,

- Verdünnens besagter konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, um eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion zu erhalten, wobei besagte Katalysatoraufschlämmung verdünnt wird, während sie von besagtem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter befördert wird, worin besagte verdünnte Katalysatoraufschlämmung, welche eine Konzentration von Katalysatorfeststoffen zwischen 0,1 und 10 Gew. % aufweist, gehalten wird,
- gegebenenfalls weiteren Verdünnens besagter Katalysatoraufschlämmung in besagtem Vorratsbehälter, und
- Pumpens besagter verdünnter Katalysatoraufschlämmung mit einer gesteuerten Durchflussrate von besagtem Mischbehälter zu besagtem Polymerisationsreaktor durch eine oder mehrere Leitungen, mittels in jeder der besagten Leitungen vorgesehenen Membranpumpen.

**[0032]** Die vorliegenden Verfahren verschaffen eine verbesserte Einspritzung von Katalysator, der kommerziell als feste Partikel geliefert wird, auf einer geeigneten, kontrollierten und begrenzten Durchflussrate in einen Polymerisationsreaktor. Daher beziehen die Verfahren im weitesten Sinn die Beförderung konzentrierter Katalysatoraufschlämmung zu einem Pufferbehälter ein, worin Katalysator verdünnt und auf einer geeigneten Konzentration gehalten wird, bevor er in den Reaktor eingespritzt wird. Das Verfahren bezieht kein direktes Einspritzen von Katalysator von einem Vorratsbehälter in einen Reaktor ein. Das vorliegende Verfahren ist weiter insbesondere dadurch gekennzeichnet, dass die Katalysatoraufschlämmung in line verdünnt wird, bevor sie in den Reaktor eingespritzt wird, und insbesondere verdünnt wird, während sie von besagtem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter befördert wird, worin besagte Katalysatoraufschlämmung gegebenenfalls weiter verdünnt werden kann.

**[0033]** Die vorliegende Erfindung verschafft insbesondere ein Verfahren, das die Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung zu einem Reaktor auf einer perfekt steuerbaren Durchflussrate der Katalysatorzufuhr ermöglicht. Das vorliegende Verfahren umfasst die Steuerung der geeigneten Durchflussrate besagter Katalysatoraufschlämmung zu besagtem Reaktor durch Ermitteln der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor. 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 Katalysatoraufschlämmung 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 eine Feinabstimmung der Katalysatorzufuhr zu einem Reaktor in Funktion der Polymerisationsreaktion ermöglicht, indem die Leitung, welche den Pufferbehälter mit dem Reaktor verbindet, mit Membranpumpen versehen wird, die in Funktion einer Reaktantenkonzentration in dem Reaktor steuerbar und einstellbar sind.

**[0034]** Spezieller sind Membranpumpen in jeder Leitung zur Beförderung der Katalysatoraufschlämmung von dem Mischbehälter zu dem Polymerisationsreaktor angebracht. Diese Pumpen gewährleisten die Beförderung von Katalysatoraufschlämmung zu besagtem Reaktor auf einer steuerbaren Durchflussrate. Außerdem sind die Membranpumpen in der Lage, reguliert zu werden, um den Katalysatorfluss zu besagtem Reaktor in Funktion der Polymerisationsreaktion in besagtem Reaktor einzustellen, da diese Pumpen in Funktion einer Reaktantenkonzentration in dem Reaktor steuerbar und einstellbar sind.

**[0035]** Erfindungsgemäß ermöglichen die vorliegende Vorrichtung und das vorliegende Verfahren das Speisen eines Reaktors mit einer optimalen Konzentration von Katalysatoraufschlämmung auf einer geeigneten Katalysatordurchflussrate, und ermöglichen als Konsequenz hiervon eine erhebliche Verbesserung der Produktivität in der Polymerisationsreaktion in dem Reaktor.

**[0036]** Die vorliegende Erfindung verschafft somit 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 auf die Verbesserung der Qualität des erhaltenen Polymerisationsprodukts.

**[0037]** Das Verfahren und die Vorrichtung gemäß der Erfindung sind besonders nützlich bei dem Polymerisa-

tionsverfahren von Ethylen, und vorzugsweise in einem Verfahren zur Herstellung bimodalen Polyethylens.

**[0038]** 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 erreichten spezifischen Zwecke wird auf die begleitenden Zeichnungen und das beschreibende Material verwiesen, worin bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung veranschaulicht sind.

#### Detaillierte Beschreibung der Figuren

**[0039]** [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Steuerung der Einspritzung von Katalysator in einen Polymerisationsreaktor.

**[0040]** [Fig. 2](#) ist eine detaillierte Darstellung einer bevorzugten Ausführung eines Dosierventils, das in der Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zur Steuerung der Beförderung von Katalysatoraufschlämmung von einem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter verwendet wird.

**[0041]** [Fig. 3](#) ist eine schematische Darstellung einer anderen bevorzugten Ausführung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor.

**[0042]** [Fig. 4](#) ist eine schematische Darstellung eines Einzelschlaufenpolymerisationsreaktors.

**[0043]** [Fig. 5](#) ist eine schematische Darstellung eines Doppelschlaufenpolymerisationsreaktors.

#### Detaillierte Beschreibung der Erfindung

**[0044]** Diese Erfindung ist speziell auf ein Verfahren zur Zufuhr 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 Guten, 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.

**[0045]** 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.

**[0046]** 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. Jeder Katalysator, der das Polymerisieren von Ethylen gestattet, kann verwendet werden. Als Beispiele solcher Katalysatoren können Katalysatoren vom Ziegler-Natta-Typ, Katalysatoren auf Basis von Vanadium oder Chrom, und Metallocenkatalysatoren angeführt werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführung ist besagter Katalysator ein Metallocen- oder Chromkatalysator. Gemäß einer anderen Ausführung kann besagter Katalysator auch ein Ziegler-Natta-Katalysator sein. In einer anderen besonders bevorzugten Ausführung kann besagter Katalysator jedweden Katalysator umfassen, der auf einem Si-Träger angebracht ist.

**[0047]** Katalysatoraufschlämmung kann auf verschiedene Weisen hergestellt werden. Eine Art und Weise besteht aus der Herstellung von Katalysatoraufschlämmung ausgehend von festen Katalysatorpartikeln, die in einem geeigneten Verdünner, z.B. einem Kohlenwasserstoff, suspendiert sind. Generell kann eine solche Katalysatoraufschlämmung direkt zu einem Polymerisationsreaktionsbehälter zum Kontakt mit den Monomerreaktanten zugeführt werden.

**[0048]** Katalysatoraufschlämmung kann auch kommerziell in Form fester Katalysatorpartikel erhalten werden,

die in einem Mineralöl suspendiert sind. Direkteinspritzung solcher Katalysatoraufschlämmung in den Reaktor kann durch Verbinden des kommerziellen Behälters, der den Katalysator in Ölsuspension enthält, mit dem Reaktor mittels Leitungen, die mit geeigneten Pumpen versehen sind, vollzogen werden. Solche Pumpen sind typischerweise zum Pumpen von Flüssigkeiten mit erheblichen Feststoffgehalten, z.B. Feststoffpartikeln in Rohöl, geeignet. Beispiele von Pumpen dieses Typs sind üblicherweise als Moineau-Pumpen oder Exzenter-schneckenpumpen bekannt und sind kommerziell erhältlich.

**[0049]** Im Stand der Technik sind mehrere Verfahren zur Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor beschrieben worden. Beispielsweise beschreibt US 3,846,394 ein Verfahren zum Einbringen von Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung in einen Reaktor. Das Verfahren umfasst die Herstellung von Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung, die Beförderung der Aufschlämmung mittels einer Zuführleitung von einer Lagerzone zu einer Dosierzone, und die Einbringung der Aufschlämmung in einen Reaktor. Zur Vermeidung von Rückfluss von Monomer und anderen Inhalten des Reaktors in die Ziegler-Natta-Katalysatorleitungen sieht das Verfahren vor, die Katalysatorzuführleitung mit einem gegenüber den Ziegler-Natta-Katalysator inerten Verdünner zu spülen, wobei besagter Verdünner stromabwärts von der Dosierzone in besagte Leitung eingebracht wird.

**[0050]** Als Ziegler-Natta-Katalysatorsysteme bekannte Katalysatorsysteme zur Polymerisation und Copolymerisation 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. Ein Merkmal aller Ziegler-Natta-Katalysatoren ist, dass sie alle geradkettige Polymere ergeben.

**[0051]** 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 Titan-tetrachlorid( $TiCl_4$ )-Katalysator.

**[0052]** Ziegler-Natta-Katalysatoren werden generell auf einem Träger angebracht, d.h. auf einem festen kristallinen Träger abgelagert. Der Träger sollte ein inerte Feststoff sein, der mit jeder der Komponenten des herkömmlichen Ziegler-Natta-Katalysators chemisch unreaktiv ist. Der Träger ist vorzugsweise eine Silika- oder 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.

**[0053]** Der Begriff "Metallocenkatalysator" wird zur Beschreibung jeglicher Übergangsmetallkomplexe verwendet, die aus Metallatomen bestehen, die sich "sandwichartig" zwischen einem oder zwei Liganden befinden. In einer bevorzugten Ausführung hat der Metallocenkatalysator eine generelle Formel  $MX$ , wobei M eine aus Gruppe IV ausgewählte Übergangsmetallverbindung ist und wobei X ein Ligand ist, zusammengesetzt aus einer oder zwei Gruppen von Cyclopentadienyl (Cp), Indenyl, Fluorenyl oder deren Derivaten. Anschauliche Beispiele von Metallocenkatalysatoren umfassen, sind jedoch nicht beschränkt auf,  $Cp_2ZrCl_2$ ,  $Cp_2TiCl_2$  oder  $Cp_2HfCl_2$ .

**[0054]** Die Metallocenkatalysatoren sind generell auf einem Feststoffträger angebracht. Der Träger sollte ein inerte Feststoff sein, der chemisch unreaktiv mit jeglicher der Komponenten des herkömmlichen Metallocenkatalysators ist. Der Träger ist vorzugsweise eine Silikaverbindung.

**[0055]** Die Verwendung von Metallocenkatalysatoren bei der Produktion von Polyolefinen im Allgemeinen, und von Polyethylen im Besonderen, ist in der Technik bekannt. Die Metallocenkatalysatoren sind Verbindungen von Übergangsmetallen der Gruppe IV der Periodentafel der Elemente, wie etwa Titan, Zirkonium, Hafnium usw., und haben eine koordinierte Struktur mit einer Metallverbindung und Liganden, zusammengesetzt aus einer oder zwei Gruppen von Cyclopentadienyl, Indenyl, Fluorenyl oder deren Derivaten. Die Verwendung von Metallocenkatalysatoren bei der Polymerisierung von Olefinen hat verschiedene Vorteile. Metallocenkata-



lysatoren haben hohe Aktivitäten und sind in der Lage, Polymere mit verbesserten physikalischen Eigenschaften im Vergleich zu den unter Verwendung von Ziegler-Natta-Katalysatoren hergestellten Polymeren herzustellen. Metallocenkatalysatoren werden üblicherweise mit einem Cokatalysator, wie etwa einer Organometallverbindung, oder einem Gemisch aus nicht-koordinierter Lewissäure und Alkylaluminium, eingesetzt, wie in der Technik wohlbekannt ist. Der Schlüssel zu den Metallocenen ist die Struktur des Komplexes. Struktur und Geometrie des Metallocens können verändert werden, um sich an den spezifischen Bedarf des Produzenten, abhängig von dem gewünschten Polymer, anzupassen. Metallocene umfassen einen einzigen Metallstandort, was mehr Kontrolle der Verzweigung und Molmassenverteilung des Polymers gestattet. Monomere werden zwischen das Metall und die wachsende Polymerkette eingeschoben.

**[0056]** Katalysatoren vom Chromtyp betreffen durch Ablagerung vom Chromoxid auf einem Träger, z.B. einem Silika- oder Aluminiumträger, erhaltene Katalysatoren. Illustrative Beispiele von Chromkatalysatoren umfassen, sind jedoch nicht beschränkt auf,  $\text{CrSiO}_2$  oder  $\text{CrAl}_2\text{O}_3$ .

**[0057]** Im Allgemeinen werden Cokatalysatoren zur Verbesserung der Aktivität eines Ziegler-Natta- oder eines Metallocenkatalysators verwendet. 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 oder einem Metallocenkatalysator geeignet ist. Der Cokatalysator wird verwendet, um die Polymerisationsaktivität des Ziegler-Natta-Katalysators oder des Metallocenkatalysators zu fördern. Im weitesten Sinn können Organometallverbindungen der Periodengruppen I bis III als Cokatalysator gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet werden. Katalysatoren, die zur Verwendung in Zusammenwirken mit einem Metallocenkatalysator geeignet sind, können Organometallverbindungen oder ein Gemisch aus nicht-koordinierten Lewissäuren und Alkylaluminiumarten enthalten.

**[0058]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform ist besagter Cokatalysator ein Katalysator, der zur Verwendung in Zusammenwirken mit einem Ziegler-Natta-Katalysator oder einem Metallocenkatalysator geeignet ist, und ist eine Organoaluminiumverbindung, welche gegebenenfalls halogeniert ist, mit der allgemeinen Formel  $\text{AlR}_3$  oder  $\text{AlR}_2\text{Y}$ , wobei R ein Alkyl mit 1-16 Kohlenstoffatomen ist und Y das gleiche oder verschiedene sein kann und wobei 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).

**[0059]** Wie hierin verwendet, bezieht der Begriff "Katalysatoraufschlammung" sich auf eine Zusammensetzung, die Katalysatorfeststoffpartikel umfasst, welche in Suspension sind. Der Begriff "konzentrierte Katalysatoraufschlammung" bezieht sich auf eine Zusammensetzung, welche Katalysatorfeststoffpartikel umfasst, die in Suspension sind, wobei die Katalysatorkonzentration wenigstens höher als 10 Gew. % ist. Der Begriff "verdünnte Katalysatoraufschlammung" bezieht sich auf eine Zusammensetzung, welche Katalysatorfeststoffpartikel umfasst, die in Suspension sind, wobei die Katalysatorkonzentration niedriger als oder gleich 10 Gew. % ist.

**[0060]** Die hier nachstehend beschriebenen Ausführungsformen einer erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen 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.

**[0061]** In einer ersten Ausführungsform betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Steuerung der Einspritzung von Katalysatoraufschlammung in einen Polymerisationsreaktor, umfassend

- einen oder mehrere Vorratsbehälter zum Lagern von Katalysatoraufschlammung, bestehend aus festem Katalysator in einem Kohlenwasserstoffverdünner, wobei jeder Behälter mit Mitteln zum Befördern besagter Katalysatoraufschlammung von besagten Vorratsbehältern zu einem Mischbehälter versehen ist,
- einen Mischbehälter, welcher mittels besagter Beförderungsmittel mit besagten Vorratsbehältern verbunden ist, zum Verdünnen besagter Katalysatoraufschlammung auf eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion, und
- eine oder mehrere Leitungen, welche besagten Mischbehälter mit einem Polymerisationsreaktor verbinden, um besagte verdünnte Katalysatoraufschlammung von besagtem Mischbehälter zu besagtem Reaktor

zu befördern, wobei jede Leitung mit einer Membranpumpe zum Pumpen besagter Aufschlämmung zu besagtem Reaktor versehen ist.

**[0062]** Diese Ausführungsform der Vorrichtung ist insbesondere zur Steuerung der Einspritzung von Metallocenkatalysatoraufschlämmung oder Chromkatalysatoraufschlämmung in einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, geeignet.

**[0063]** In einer bevorzugten Ausführung umfassen besagte eine oder mehrere Leitungen zum Befördern von Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern zu besagtem Mischbehälter eine erste Leitung zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem ersten Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter, welche Leitung mit einer zweiten Leitung zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem zweiten Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter durch Leitungen, welche besagtes erstes Mittel mit besagtem zweiten Mittel verbinden, austauschbar ist.

**[0064]** In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind besagte Leitungen zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter jede mit einem Dosierventil versehen, das stromabwärts in den Verbindungsleitungen vorgesehen ist.

**[0065]** Diese Ausführungsform der Erfindung wird nachstehend unter Bezugnahme auf die Steuerung der Zufuhr eines Metallocenkatalysators, der auf durch Methylaluminoxan (MAO) imprägniertem Silika geträgert ist, zu einem Polymerisationsreaktor, worin Ethylen polymerisiert wird, beschrieben. In einer bevorzugten Ausführungsform wird Isobutan als Verdünner für den Metallocenkatalysator verwendet. Als Cokatalysator für den Metallocenkatalysator wird auf einen Triisobutylaluminium-Cokatalysator verwiesen, auf den hierin als TIBAL Bezug genommen wird. Es versteht sich jedoch, dass die vorliegende Vorrichtung auch auf andere Katalysatortypen anwendbar ist, wie beispielsweise Chromkatalysatoren, sowie auf andere Typen von Cokatalysatoren.

**[0066]** Nun beziehend auf [Fig. 1](#) ist eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung dargestellt. Die Vorrichtung umfasst einen oder mehrere Katalysatorvorratsbehälter oder sogenannten Schlammbehälter oder -kessel **2**, die eine Feststoff-Flüssigkeits-Aufschlämmung von Metallocenkatalysator und Isobutanverdünner enthalten. Die Aufschlämmung wird von dem Schlammbehälter **2** durch die Kombination von Leitung **6**, **7** und Leitung **15** zu einem Mischbehälter **3** geleitet, worin die Aufschlämmung auf eine geeignete Konzentration verdünnt wird. Zusätzlich umfasst die Vorrichtung weiter eine oder zwei Leitungen **4**, die den Mischbehälter **3** mit einem Polymerisationsreaktor **1** verbinden und durch welche die verdünnte Katalysatoraufschlämmung, mittels in dieser Leitungen **4** angebrachter Membranpumpen **5**, von besagtem Mischbehälter **3** zu dem Reaktor **1** gepumpt wird.

**[0067]** Die Metallocenkatalysatorkatalystoren können in trockener Form in kommerziell erhältlichen Fässern oder Tonnen **26** vorgesehen werden. 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 betragen. Abhängig von dem verwendeten Verdünner kann es erforderlich sein, den Katalysator in dem Vorratsbehälter **2** unter höheren Druckbedingungen zu bringen. Unter Verwendung geeigneter Systeme wird der Katalysator daher vorzugsweise aus solchen Fässern in einen Vorratsbehälter **2** übertragen, der zur Handhabung höherer Drücke geeignet ist, wenn dies durch den Verdünner erfordert wird. 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 Vorratsbehälter **2** nicht erforderlich, da dieser Verdünner bei niedrigen Drücken flüssig ist. Gemäß einer bevorzugten Ausführung wird der Metallocenkatalysator aus Fässern **26** zu einem Vorratsbehälter **2** gebracht, durch eine Leitung **27**, bevorzugt mittels Stickstoff-Pneumatiktransport oder durch Schwerkraft. Es ist jedoch deutlich, dass auch andere Arten von Katalysatorzufuhr zu dem Vorratsbehälter geeignet sind und innerhalb der Reichweite der vorliegenden Erfindung liegen. In einer alternativen Ausführung kann der Metallocenkatalysator jedoch auch in einem kommerziellen Behälter vorgesehen sein, der zur Handhabung höherer Drücke, die zwischen 7 und 16 bar liegen, geeignet ist. In solchem Fall wird solcher kommerzieller Behälter als Vorratsbehälter **2** betrachtet und kann der Katalysator direkt von dem kommerziellen Behälter zu einem Mischbehälter **3** zugeführt werden. Isobutanverdünner wird mittels eines Regelventils in den Vorratsbehälter **2** eingebracht.

**[0068]** In dem Vorratsbehälter wird der Metallocenkatalysator in flüssigem olefinfreiem Isobutan bei einem Druck, der vorzugsweise zwischen 7 und 16 bar beträgt, gelagert. Der Druck in dem Vorratsbehälter ist vorzugsweise niedriger als der Druck in dem Reaktor, um ein Lecken von Katalysator von dem Vorratsbehälter zu dem Reaktor zu vermeiden. Der Katalysator setzt sich in dem Vorratsbehälter **2** ab, da keine Rührmittel in die-

sem Behälter angebracht sind.

**[0069]** Der Katalysator wird anschließend mittels Beförderungsmitteln von den Vorratsbehältern **2** zu einem Mischbehälter **3** befördert, worin besagter Katalysator verdünnt wird, um eine geeignete Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion zu erhalten. Vorzugsweise werden die Katalysatorgemische in dem Vorratsbehälter **2**, die proportional hohe Mengen an Feststoffen enthalten, dem Mischbehälter **3** durch Leitungen **6**, **7** zugeführt. Wie dargestellt, sind zwei Vorratsbehälter mit zwei verschiedenen Leitungen **6**, **7** mit einem gemeinsamen Mischbehälter **3** verbunden. In solchem Fall werden die Katalysatorgemische in den Leitungen **6**, **7** vorzugsweise in eine gemeinsame Leitung **15** abgeführt, bevor sie dem Mischbehälter **3** zugeführt werden. Erfindungsgemäß kann jedoch auch nur ein Vorratsbehälter **2** vorgesehen sein. Zur Vermeidung von verbleibendem Katalysator im Vorratsbehälter **2** wird der Behälter mit Isobutan gespült, sodass verbleibender Katalysator zu dem Mischbehälter **3** befördert wird.

**[0070]** In einer besonders bevorzugten Ausführungsform sind die Leitungen **6**, **7** mittels Verbindungsleitungen **8** miteinander verbunden. Solche Leitungen **8** ermöglichen die Verwendung der verschiedenen Vorratsbehälter **2** in Übereinstimmung mit allen angebrachten Leitungen **6**, **7**.

**[0071]** Beispielsweise ist, wie in [Fig. 1](#) dargestellt, in dem Fall, dass zwei Vorratsbehälter **2** vorgesehen sind, die jeder eine Leitung **6** oder **7** aufweisen, die Leitung **6** zum Befördern besagten Katalysators von einem ersten Vorratsbehälter **2** zu einem Mischbehälter **3** austauschbar mit einer zweiten Leitung **7** zum Befördern besagten Katalysators von einem zweiten Vorratsbehälter **2** zu einem Mischbehälter **3** durch Leitungen **8**, die besagte erste Leitung **6** mit besagter zweiter Leitung **7** verbinden. Solche gegenseitige Verbindung gestattet, im Fall der Unterbrechung von Katalysatorbeförderung durch eine Leitung **6**, das Abführen des Katalysators zu dem Mischbehälter **3** durch eine zweite Leitung **7**.

**[0072]** Jede Leitung **6**, **7** ist vorzugsweise mit Dosierventilen **9** ausgerüstet, welche das Zuführen einer gesteuerten Katalysatordurchflussrate zu dem Mischbehälter **3** gestatten. Diese Ventile sind vorzugsweise stromabwärts an den Verbindungsleitungen **8** vorgesehen. Die Druckdifferenz zwischen dem Vorratsbehälter **2** und dem Mischbehälter **3** liefert die treibende Kraft zum Zuführen des Katalysators zu dem Mischbehälter.

**[0073]** Die Dosierventile **9** gestatten die Beförderung eines vorbestimmten Katalysatorvolumens zu dem Mischbehälter **3**. Die von den Ventilen abgeführte Katalysatoraufschlammung wird durch einen Isobutanstrom zu dem Mischbehälter getragen. Daher sind die Leitungen **6**, **7** jede vorzugsweise weiter mit einer Zugangsöffnung **24** versehen, die zum Spülen mit Verdünner angeschlossen werden kann. Besagte Öffnung ist vorzugsweise stromabwärts von den Ventilen **9** angebracht.

**[0074]** In einer bevorzugten Ausführung sind die Dosierventile Kugelfuhr- oder Schusszuführventile. [Fig. 2](#) illustriert eine zur Nutzung in der vorliegenden Vorrichtung geeignete Kugelfuhrventilanordnung. Es ist jedoch deutlich, dass in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung auch andere Ventiltypen verwendet werden könnten. Bezugnehmend auf [Fig. 2](#) ist eine bevorzugte Ausführung eines Ventils dargestellt, welches einen Körper **16** mit einem Einlass **17** und einem Auslass **18**, ein Element **19**, das eine Dosierkammer **20** enthält, welches innerhalb des Körpers **16** rotierbar ist, um in wenigstens zwei Positionen mit dem Einlass **17** und Auslass **18** zu kommunizieren, einen kugelförmigen Kolben **21**, der sich mit einer hin- und hergehenden Bewegung innerhalb der Kammer **21** bewegt, wenn das Element **20** rotiert wird, umfasst. Der Funktionsmechanismus solchen Ventils bezieht eine Abfolge von Laden, Ventilbetätigung und Abgeben eines spezifischen Volumens von Katalysatoraufschlammung von einem Vorratsbehälter **2** zu einem Mischbehälter **3** ein. Während des Betriebs, wenn das Ventil eine erste Position einnimmt, fließt eine feststehende Menge konzentrierter Aufschlammung durch den Einlass **17** und füllt eine Kammer **20** innerhalb des Ventils **9**. Besagte Menge wird zu dem Mischbehälter **3** freigesetzt, wenn das Ventil zu einer zweiten Position betätigt wird. Das Ventil **9** liefert somit ein feststehendes Volumen konzentrierter Aufschlammung aus dem Vorratsbehälter **2**.

**[0075]** Im Einzelnen ist der Wirkungsmechanismus dieses speziellen Kugelventils **9** wie folgt. Das Ventil **9** wird mit einem vorbestimmten Volumen eines Gemischs von Katalysator und Verdünner geladen oder gefüllt, wenn es in einer ersten Position ist. In regelmäßigen Abständen wird dieses Kugelventil zu einer zweiten Position betätigt und wird dieses Volumen des Gemischs aus dem Ventil in den Mischbehälter **3** abgegeben. Das Kugelventil **9** wird dann mit dem vorbestimmten Volumen des Gemischs wiederbeladen oder wiederbefüllt, in Vorbereitung auf die Betätigung zurück zu der ersten Position, wo das zweite Gemischvolumen aus dem Ventil **9** in den Mischbehälter **3** abgegeben wird. Der Fluss konzentrierter Aufschlammung von dem Vorratsbehälter **2** zu dem Mischbehälter **3** wird somit durch den zyklischen Betrieb des Dosierventils **9** vollzogen. Die Zykluszeit der Ventile bestimmt die Katalysatorflussrate zu dem Mischbehälter **3**. Wird beispielsweise diese Zykluszeit er-

höht, so nimmt die Katalysatorflussrate ab.

**[0076]** Aufgrund des hohen Verdünnungsgrades und der Verwendung von Membranpumpen gestattet das Katalysatorzuführsystem von dem Vorratsbehälter **2** zu dem Mischbehälter **3** vorteilhaft das Bereitstellen von Katalysator auf einer gesteuerten Durchflussrate zu dem Mischbehälter **3**. Zusätzlich gestattet das Zuführsystem es, die Konzentration von Katalysatoraufschlammung in dem Mischbehälter **3** auf einem im Wesentlichen konstanten Niveau zu halten, da von dem Ventil **9** regulierter Katalysatorfluss zu dem Mischbehälter **3** abhängig von der dosierten Menge (Konzentration) von Katalysator und Verdünner in dem Mischbehälter **3** ist. In einer bevorzugten Ausführung der Erfindung wird die Konzentration von Katalysatoraufschlammung in dem Mischbehälter auf einem im Wesentlichen konstanten Niveau gehalten. Erfindungsgemäß wird das Verhältnis zwischen Verdünner und Katalysator adäquat gesteuert. Dies wird durch adäquate Steuerung von Katalysatorzufuhr von dem Vorratsbehälter mittels des Katalysatorzuführsystems und Dosierventilen **9**, und durch Abgabe einer geeigneten Menge Isobutan in den Mischbehälter ermöglicht.

**[0077]** Katalysatorabfälle können zu einem oder mehreren Entsorgungsbehältern **28** geleitet werden, die vorzugsweise mit Rührmitteln **25** versehen sind und Mineralöl zur Neutralisierung und Eliminierung der Abfälle enthalten. Die Entsorgungsbehälter sind vorzugsweise mittels Leitungen **29** an die Katalysatorzuführleitungen **6** oder **7** angeschlossen, stromaufwärts von den Dosierventilen **9**. Der Entsorgungsbehälter **28** ist vorzugsweise ebenfalls an den Mischbehälter **3** angeschlossen, um Katalysatorabfälle mittels einer Leitung **23** zu befördern. Die Entsorgung ist mit einem beheizten Behälter, z.B. Dampfmantel, versehen, wo das Isobutan verdampft und zur Destillation oder zur Gasfackel geleitet wird. Zur Vermeidung der Übertragung von Katalysatorfragmenten beim Befördern des verdampften Isobutans sind Schutzfilter bei den Entsorgungsbehältern **28** vorgesehen. Die Entsorgungsbehälter **28** 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 **28** vorgesehenen Ablasssystems, aus den Behältern **28** entfernt und der entfernte Abfall wird in Fässer abgelassen und weiter vernichtet.

**[0078]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird der Metallocenkatalysator von den Vorratsbehältern **2** zu einem Mischbehälter **3** befördert. Ein Strom von Isobutan wird durch ein Ventil, das sich wirksam in den Leitungen **6** und **7** befindet, zu dem Mischbehälter **3** geleitet. Eine zusätzliche Funktion dieses Stroms ist das Verdünnen der konzentrierten Aufschlammung. Der Mischbehälter **3** kann betrieben werden, wenn er entweder voll Flüssigkeit ist oder nicht. Bevorzugt wird der Mischbehälter **3** voll Flüssigkeit betrieben, da die Katalysatoraufschlammung, wenn eine Zwischenphase mit Stickstoff vorliegt, sich absetzen oder an den Behälterwänden haften könnte.

**[0079]** Vorzugsweise wird die Metallocenkatalysatoraufschlammung in einem Kohlenwasserstoffverdünner in dem Mischbehälter **3** auf eine Konzentration zwischen zwischen 0,1 und 10 Gew. % verdünnt. Bevorzugter wird die Aufschlammung in einem Kohlenwasserstoffverdünner auf eine Konzentration verdünnt, die zwischen 0,1 % und 4 Gew. %, noch bevorzugter zwischen 0,1 % und 1 % und höchstbevorzugt 0,5 Gew. % beträgt. Die Herstellung von verdünnter Aufschlammung mit diesem Konzentrationen ermöglicht auf vorteilhafte Weise die weitere Verwendung von Membranpumpen **5** zum Einspritzen der Katalysatoraufschlammung in den Reaktor **1**, wie nachstehend detaillierter beschrieben. Der Mischbehälter **3** ist auch mit einem Rührwerk **25** zur Aufrechterhaltung der Homogenität der Aufschlammung versehen.

**[0080]** Verdünnte Katalysatoraufschlammung wird durch eine oder mehrere Leitungen **4** aus dem Mischbehälter **3** abgezogen und durch diese Leitungen einem Polymerisationsreaktor **1** zugeführt. Jede Leitung **4** ist mit einer Membranpumpe **5** versehen, welche die Beförderung und Einspritzung der Metallocenkatalysatoraufschlammung in die Reaktoren **1** steuert. In einer besonders bevorzugten Ausführung sind besagte Pumpmittel Membranpumpen. Die Leitungen **4** verlassen den Mischbehälter **3** vorzugsweise in Aufwärtsrichtung 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 vorzugsweise 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. Es versteht sich jedoch, dass abwärts verlaufende Leitungen nicht erforderlich sind, wenn ausreichendes Spülen der Leitung **4** erhalten werden kann.

**[0081]** Die Leitungen **4** sind weiter mit Isobutanspülmitteln versehen, entweder am Einlass **30**, am Auslass **33** oder an beiden Seiten der Membranpumpen **5**, wie in **Fig. 15** veranschaulicht. Isobutanspülmittel **30**, **33** ermöglichen es, Isobutan durch die Leitung **4** zu spülen und die Leitungen **4** und die Pumpmittel **5** unverstopft

zu halten. Vorzugsweise liegt ein kontinuierliches Spülen der Leitung **4** stromabwärts von der Membranpumpe **5** zu dem Reaktor **1** mittels Isobutanspülmitteln **33** vor. Die Leitung **4** stromaufwärts von der Pumpe **5** kann mittels Isobutanspülmitteln **30** diskontinuierlich gespült werden. Wenn verschiedene Leitungen **4** zum Anschließen des Mischbehälters **3** an den Reaktor **1** vorgesehen sind, so wird generell eine Leitung mit einem aktiven Pumpmittel **5** wirksam sein, während die anderen Leitungen **4** und Pumpmittel **5** nicht wirksam sein werden, sondern in Bereitschaft gehalten werden. In diesem letzteren Fall wird die Leitung **4** stromabwärts von der Pumpe **5** vorzugsweise mit einem geeigneten Strom von Verdünner gespült werden. Die Leitung **4** stromaufwärts von der Pumpe **5** kann diskontinuierlich gespült werden. Zusätzlich können Zweiwegeventile **31** an den Leitungen **4** installiert werden, um die Pumpmittel **5** nie stoppen zu müssen.

**[0082]** Es ist wichtig, die Metallocenkatalysatorflussrate zu dem Reaktor korrekt zu steuern und Katalysatoraufschlämmung mit einer gesteuerten und begrenzten Flussrate in den Reaktor zu pumpen. Eine unerwartete Zuflussrate zu dem Reaktor könnte zu einer unkontrollierten Reaktion 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 Membranpumpen in Funktion der Konzentration anderer Reaktanten regelbar sind, wie beispielsweise auch der Comonomer- oder Wasserstoffkonzentrationen in dem Reaktor. Durch die Verwendung von Membranpumpen **5** verschafft die Erfindung eine gute Regelung des Katalysatorflusses. Insbesondere wird die Metallocenkatalysatorflussrate 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. Schwankungen in der Ethylenpolymerisationsrate werden berücksichtigt und es können Polymerisationsraten unter optimalen Katalysatorzufuhrbedingungen erzielt werden.

**[0083]** Zu Beginn des Betriebs der oben beschriebenen Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung werden die folgenden aufeinanderfolgenden Schritte durchgeführt. Zuerst werden der Mischbehälter **3** und die unter den Ventilen **9** angebrachten Leitungen mit dem Verdünner Isobutan gefüllt. Dann wird den Vorratsbehältern und den Leitungen **6** und Verbindungsleitungen **8**, die stromaufwärts von den Ventilen **9** angebracht sind, Isobutan zugeführt. Anschließend werden die Ventile **9** kurz in Betrieb gesetzt, wonach die Spülung zu dem Reaktor **1** geöffnet wird und Katalysator durch Leitungen **4** in den Reaktor eingespritzt wird.

**[0084]** In einer anderen Ausführung betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysator zu einem Polymerisationsreaktor, umfassend einen (Vorrats-)Behälter, geeignet zum Enthalten konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, welche in einem Mineralöl suspendierte festen Katalysatorpartikel umfasst, einen Pufferbehälter zum Verdünnen besagter Katalysatoraufschlämmung auf eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion, wobei besagter Pufferbehälter mittels einer oder mehrerer Leitungen zum Befördern der konzentrierten Katalysatoraufschlämmung von besagtem (Vorrats-)Behälter zu dem Pufferbehälter mit besagtem (Vorrats-)Behälter in Verbindung steht und mit einer oder mehreren Leitungen versehen ist, die zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor geeignet ist, eine Pumpe, die an jeder der besagten Leitungen zum Befördern von Katalysatoraufschlämmung von besagtem Behälter zu besagtem Pufferbehälter vorgesehen ist, und eine Membranpumpe, die an jeder der besagten Leitungen zum Befördern von verdünnter Katalysatoraufschlämmung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor vorgesehen ist.

**[0085]** Die oben angeführte Ausführung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung ist besonders geeignet zur Anwendung für verschiedene Katalysatortypen, z.B. sowohl für Chromtyp-, Metallocen- als auch Ziegler-Natta-Katalysatoren, und insbesondere für Katalysator, der als in einem Mineralöl suspendierte feste Partikel vorgesehen ist.

**[0086]** Die vorliegende Ausführung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung gestattet die Beförderung konzentrierter Katalysatoraufschlämmung von dem Vorratsbehälter zu dem Pufferbehälter, bevor die Aufschlämmung dem Reaktor zugeführt wird. Daher wird erfindungsgemäß in einer anderen bevorzugten Ausführung eine Vorrichtung verschafft, worin eine Pumpe an der Leitung zum Befördern konzentrierter Katalysatoraufschlämmung von dem Vorratsbehälter zu dem Pufferbehälter angebracht ist, welche vorzugsweise eine Exzentrerschne-

ckenpumpe umfasst. Solcher Pumpentyp ist besonders geeignet zum Verpumpen erheblicher Mengen an Feststoffen, z.B. Katalysatorfeststoffpartikel in Mineralöl.

**[0087]** Außerdem verschafft die vorliegende Erfindung eine Vorrichtung, die das Einstellen von Katalysatorfluss zu besagtem Reaktor in Funktion der Polymerisationsreaktion in besagtem Reaktor ermöglicht. Daher umfasst, in einer anderen bevorzugten Ausführungsform, die an der Leitung zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Pufferbehälter zu besagtem Reaktor angebrachte Pumpe eine Membranpumpe. Solche Pumpen haben den Vorteil, dass sie die Steuerung der Katalysatorflussrate gestatten. Weiterhin können solche Pumpen insbesondere in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor reguliert werden. Mittels eines Rückkopplungsmechanismus sind die Membranpumpen in der Lage, eingestellt zu werden und die Katalysatorflussrate zu dem Reaktor in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor feinabzustimmen.

**[0088]** Zusätzlich hat die vorliegende Vorrichtung den Vorteil, dass sie für verschiedene Chargen von Katalysator nutzbar ist. Die Vorrichtung muss nicht jedesmal ersetzt werden, wenn ein neuer kommerzieller Behälter, der Katalysator enthält, an das System anzuschließen ist.

**[0089]** Wie oben erwähnt, ist die vorliegende Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Vorrichtung besonders geeignet für die Verwendung verschiedener Typen von Katalysatoren, z.B. für Chromtyp-, Metallocen-, sowie Ziegler-Natta-Katalysatoren. Diese Ausführungsform der Erfindung wird jedoch hierin nachstehend unter Bezugnahme auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Zuführen eines Ziegler-Natta-Katalysators, insbesondere eines Titan-tetrachlorid( $\text{TiCl}_4$ )-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, wie vorangehend angedeutet.

**[0090]** Bezugnehmend auf [Fig. 3](#) ist eine bevorzugte Ausführung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung veranschaulicht. Generell umfasst die erfindungsgemäße Vorrichtung einen Behälter **2** zur Aufnahme von Katalysator in Öl-Suspension und einen Pufferbehälter **3** zum Herstellen und Lagern verdünnter Katalysatoraufschlämmung auf einer geeigneten Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion. Konzentrierte Katalysatoraufschlämmung wird mittels Pumpen **50** von dem Behälter **2** durch eine oder mehrere Leitungen **40** zu dem Pufferbehälter **3** gepumpt, während verdünnte Katalysatoraufschlämmung kontinuierlich mittels Pumpen **5** von dem Pufferbehälter **3** durch eine oder mehrere Leitungen **4** befördert wird. Die Konstruktionsdetails von Ventilen, Pumpen usw. sind in den Zeichnungen deuthchkeitshalber weggelassen worden, da es innerhalb der Kenntnis der Technik liegt, diese zu liefern.

**[0091]** Gemäß der vorliegenden Erfindung wird der Ziegler-Natta-Katalysator  $\text{TiCl}_4$  als eine Suspension von Feststoffpartikeln in einem Mineralöl oder Hexan oder Heptan in einem kommerziell erhältlichen Fass vorge-sehen. Er kann auch in trockener Form zugeführt werden. Der Katalysator kann aus diesem kommerziellen Fass in einen Behälter **2** befördert werden. Gemäß einer Ausführungsform kann der Katalysator mittels Stickstoff-Pneumatiktransport oder durch Schwerkraft dem Behälter **2** zugeführt werden. Die Katalysatorkonzentration in Behälter **2** kann durch Zusatz von Mineralöl eingestellt werden; alternativ können andere Kohlenwasserstoffe verwendet werden.

**[0092]** Im Allgemeinen kann der Druck in dem Behälter **2** etwa zwischen 7 und 16 bar betragen. Die Aufschlämmung in dem Behälter **2** wird als "konzentrierte" oder "schwere" Aufschlämmung bezeichnet, da sie eine proportional hohe Menge partikelförmiger Katalysatorfeststoffe enthält. Solche Konzentration beläuft sich bevorzugt auf 10 bis 50 Gew. %, und noch bevorzugter auf 20 bis 40 Gew. %.

**[0093]** Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird der konzentrierte Ziegler-Natta-Katalysator von dem Behälter **2** zu dem Pufferbehälter **3** befördert, worin der Katalysator auf eine zur Verwendung in dem Polymerisationsreaktor geeignete Konzentration verdünnt wird. Der Pufferbehälter **3** ist daher mit Mitteln **34** zum Zuführen eines geeigneten Verdünners zu besagtem Pufferbehälter **3** versehen. Der durch die Leitung **4** zu dem Pufferbehälter **4** zugeführte konzentrierte Katalysator wird durch den durch Leitung **34** zugeführten Verdünner verdünnt, um verdünnte Katalysatoraufschlämmung in dem Pufferbehälter **3** zu erhalten. Der Pufferbehälter **3** kann betrieben werden, wenn er entweder voll Flüssigkeit ist, oder nicht. Bevorzugt wird der Pufferbehälter **3** betrieben, wenn er voll Flüssigkeit ist, da die Katalysatoraufschlämmung, wenn eine Zwischenphase mit Stickstoff vorliegt, an den Behälterwänden haften bzw. sich in dem Behälter absetzen könnte.

**[0094]** Bei Verwendung von  $\text{TiCl}_4$  als Katalysator können Kohlenwasserstoffe, wie etwa Hexan oder Isobutan,



zur Verdünnung des Katalysators und Erhaltung verdünnter Katalysatoraufschlämmung 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. Isobutan liegt generell in Gasform bei Raumtemperatur und bei atmosphärischem Druck vor. Um flüssiges Isobutan zur Herstellung der verdünnten Katalysatoraufschlämmung zu erhalten, wird der Pufferbehälter **3** vorzugsweise auf Druckniveaus betrieben, die zwischen 8 und 17 bar liegen, und vorzugsweise auf Druckniveaus, die zwischen 4 und 5 bar liegen. Der Druck in dem Pufferbehälter **3** ist vorzugsweise niedriger als der Druck in dem Reaktor, um Lecken von Katalysator von dem Pufferbehälter zu dem Reaktor zu vermeiden.

**[0095]** Vor dem Befördern des Ziegler-Natta-Katalysators von dem Behälter **2** zu dem Pufferbehälter **3** wird Isobutan in den Behälter **3** gelassen. Der Behälter **3** ist mit einem Einlasssystem **34** zur Zufuhr dieses Verdünners versehen. Der Behälter **2** und der Pufferbehälter **3** werden mittels in besagtem Behälter angebrachter Rühr- oder Mischmittel **25** gerührt, um die Homogenität der konzentrierten beziehungsweise verdünnten Katalysatoraufschlämmung aufrechtzuerhalten. Der Pufferbehälter **3** ist vorzugsweise groß genug, um ausreichend Katalysatoraufschlämmung 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. Alternativ kann ein zweiter Behälter **2** vorgesehen werden, um eine neue Charge herzustellen.

**[0096]** Die Aufschlämmung in dem Pufferbehälter **3** wird als "verdünnte" Aufschlämmung bezeichnet, da sie eine proportional niedrige Menge von partikelförmigen Katalysatorfeststoffen enthält. Die verdünnte Aufschlämmung hat eine Konzentration, die zwischen 0,1 und 10 Gew. %, und bevorzugt zwischen 0,1 und 5 Gew. %, und noch bevorzugter zwischen 0,5 und 4 Gew. % beträgt. Das Herstellen verdünnter Katalysatoraufschlämmung mit diesen Konzentrationen ermöglicht auf vorteilhafte Weise die weitere Verwendung von Membranpumpen **5** zum Einspritzen der verdünnten Katalysatoraufschlämmung in den Reaktor **1**, wie nachstehend detaillierter beschrieben.

**[0097]** Die Beförderung des Ziegler-Natta-Katalysators von dem Behälter **2** zu dem Pufferbehälter **3** wird vorzugsweise durch eine oder mehrere Leitungen **40** vollzogen. Zur Beförderung von Ziegler-Natta-Katalysator von dem Behälter **2** zu dem Pufferbehälter **3** ist an jeder Leitung **40** eine Pumpe **50** angebracht. In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst besagte Pumpe **50** eine Pumpe, die zum Pumpen von Flüssigkeiten mit erheblichen Feststoffgehalten, z.B. Feststoffpartikeln in Rohöl, geeignet ist, welche ansonsten leicht üblichere Typen sich hin- und herbewegender Ölquellenpumpensysteme beschädigen würden. Beispiele von Pumpen dieses Typs sind üblicherweise als Moineau-Pumpen oder Exzentrerschneckenpumpen bekannt und sind kommerziell erhältlich. Solche Exzentrerschneckenpumpen arbeiten nach dem Moineau-Prinzip, das auf der geometrischen Passung zwischen dem rotierenden Element (Rotor) und dem stationären Element (Stator) basiert. Die Eingreifpassung zwischen dem Rotor und dem Stator erzeugt eine Serie abgedichteter Kammern, die Hohlräume genannt werden. Die Pumpwirkung wird erzielt, indem der Rotor sich exzentrisch innerhalb des Stators dreht. Fluid tritt in den am Einlass geformten Hohlraum ein und bewegt sich innerhalb dieses Hohlraums zu dem Auslass voran. Das Ergebnis ist einer positiver Verdrängungs-, nicht pulsierender Fluss, der direkt proportional zur Pumpengeschwindigkeit ist. Diese gestattet es der Exzentrerschneckenpumpe, Material in einer breiten Spanne von Durchflussraten zu liefern, von kleinen Schüssen bis zu kontinuierlichem Fluss.

**[0098]** Wie in [Fig. 3](#) dargestellt, verlassen die Leitungen **40** den Behälter **2** vorzugsweise in Aufwärtsrichtung unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt, und bevorzugter über 30°. Zusätzlich leitet die abwärts von den Pumpmitteln **50** vorgesehene Leitung **40** die Katalysatoraufschlämmung vorzugsweise abwärts, unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt. Solche Konfiguration verbessert die Wirkung der Pumpe **50** und ermöglicht auch die Vermeidung von Verstopfung in der Pumpe **50**, da die konzentrierte Katalysatoraufschlämmung bei dieser Konfiguration dazu neigt, sich von den Pumpen **50** weg abzusetzen, falls die Pumpen **50** unterbrochen oder gestoppt werden.

**[0099]** Die Leitungen **40** sind weiter vorzugsweise mit einem Schwingungsdämpfer, Sicherheitsventilen und Isobutanspülmitteln **300**, **333**, entweder am Einlass, am Auslass oder an beiden Seiten der Membranpumpen **50**, versehen, wie in [Fig. 3](#) veranschaulicht.

**[0100]** Isobutanspülmittel **300**; **330** ermöglichen es, Isobutanverdünner durch die Leitung **40** zu spülen und die Leitungen **40** und die Pumpen **50** unversehrt zu halten. An Leitungen **300**, **330** zum Einspritzen von Isobutan können Flussmessmittel vorgesehen sein. Wenn verschiedene Leitungen **4** zum Verbinden des Behälters **2** mit dem Pufferbehälter **3** vorgesehen sind, so wird generell eine Leitung mit einer aktiven Pumpe **50** wirksam sein, während die anderen Leitungen **40** und Pumpen **50** nicht wirksam sein werden, sondern in Bereitschaft gehalten werden.

**[0101]** Die konzentrierte Aufschlämmung wird vorzugsweise in Verhältnissteuerung von Isobutanverdünner zu Katalysator in den Pufferbehälter eingespritzt, um eine konstante Aufschlämmungskonzentration in dem Pufferbehälter zu haben. Zusätzlich können die Leitungen **40** weiter mit Flussmessmitteln zum einfachen Messen der Flussrate der konzentrierten Katalysatoraufschlämmung in den Leitungen **40** versehen sein. Das Verhältnis von Katalysator zu Verdünner wird durch Steuern der Geschwindigkeit der Pumpe **50** und durch Messen der Dichte des Isobutanverdünners adäquat gesteuert und eingestellt.

**[0102]** Katalysatorabfälle können durch die Leitung **37**, die mit einem Regelventil **39** versehen ist, zu einem oder mehreren Entsorgungsbehältern **38** geleitet werden, die vorzugsweise mit Rührmitteln versehen sind und Mineralöl zur Neutralisierung und Beseitigung der Abfälle enthalten. Vorzugsweise ist besagter Entsorgungsbehälter **38** größer als der Pufferbehälter **3**. Im Fall der Herstellung ungeeigneten Katalysators kann dieser aus den Behältern **3** in diese Entsorgungsbehälter **38** entleert werden. Der Entsorgungsbehälter **38** 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 **38** vorgesehen. Die Entsorgungsbehälter **38** 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 **38** vorgesehenen Ablasssystems, aus den Behältern **38** entfernt und der entfernte Abfall wird in Fässer abgelassen und weiter vernichtet.

**[0103]** Die verdünnte Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung wird anschließend von dem Pufferbehälter **3** durch eine oder mehrere Leitungen **4** zu dem Reaktor **1** befördert. Die Leitungen **4** haben vorzugsweise einen Innendurchmesser, der zwischen 0,3 und 2 cm und vorzugsweise zwischen 0,6 und 1 cm beträgt. Jede Leitung **4** ist mit einer Pumpe **5** versehen, welche die Beförderung und Einspritzung der verdünnten Ziegler-Natta-Katalysatoraufschlämmung in die Reaktoren **1** regelt. In einer besonders bevorzugten Ausführung sind besagte Pumpen Membranpumpen.

**[0104]** Wie in [Fig. 3](#) dargestellt, verlassen die Leitungen **4** den Pufferbehälter **3** vorzugsweise aufwärts unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt und bevorzugter über 30° beträgt. Zusätzlich leitet die abwärts von der Pumpe **5** vorgesehene Leitung die verdünnte Katalysatoraufschlämmung abwärts, unter einem Winkel, der bevorzugt über 10° beträgt. Solche Konfiguration verbessert die Wirkung der Pumpe **5** und ermöglicht auch die Vermeidung von Verstopfung in der Pumpe **5**, da die verdünnte Katalysatoraufschlämmung bei dieser Konfiguration dazu neigt, sich von den Pumpen **5** weg abzusetzen, falls die Pumpen **5** unterbrochen oder gestoppt werden.

**[0105]** Die Leitungen **4** sind weiter mit einem Schwingungsdämpfer, Sicherheitsventilen und Isobutanspülmitteln **30**, **33** entweder am Einlass, am Auslass oder an beiden Seiten der Membranpumpen **5**, versehen. Isobutanspülmittel **30**, **33** ermöglichen es, Isobutan durch die Leitung **4** zu spülen und die Leitungen **4** und die Pumpe **5** unversehrt zu halten. Vorzugsweise findet ein kontinuierliches Spülen der Leitung **4** stromabwärts von der Membranpumpe **5** zu dem Reaktor **1** statt, mittels Isobutanspülmitteln. Die Leitung **4** stromaufwärts von der Pumpe **5** kann mittels Isobutanspülmitteln diskontinuierlich gespült werden. Wenn verschiedene Leitungen **4** zum Anschließen des Pufferbehälters **3** an den Reaktor **1** vorgesehen sind, so wird generell eine Leitung mit einer aktiven Pumpe **5** wirksam sein, während die anderen Leitungen **4** und Pumpen **5** nicht wirksam sein werden, sondern in Bereitschaft gehalten werden. In diesem letzteren Fall wird die Leitung stromabwärts von der Pumpe **5** vorzugsweise mit einem geeigneten Verdünnerstrom gespült werden. Die Leitung stromaufwärts von der Pumpe **5** kann diskontinuierlich gespült werden.

**[0106]** 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 **3** auf annähernd 6-16 bar gelagert werden. Der Druck in den Leitungen **4** stromabwärts von den Pumpen **5** beträgt vorzugsweise zwischen 45 und 65 bar. Dieser, im Vergleich zu den im Behälter **2** und dem Pufferbehälter **3** vorgesehenen Druckwerten erhöhte Druck ist erforderlich, um den verdünnten Katalysator unter ausreichendem Druck in den Reaktor ein-



zubringen.

**[0107]** 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 unkontrollierten Reaktion 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 Pumpen 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 Membranpumpen in Funktion der Konzentration anderer Reaktanten regelbar sind, wie beispielsweise auch der Comonomer- oder Wasserstoffkonzentrationen in dem Reaktor. Durch die Verwendung von Membranpumpen **5** verschafft die Erfindung eine gute Regelung des Flusses von verdünntem Katalysator. Insbesondere wird die 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.

**[0108]** In einer weiteren Ausführungsform ist die vorliegende Vorrichtung mit einem Cokatalysator-Verteilsystem versehen, um eine geeignete Menge Cokatalysator für eine geeignete Zeitspanne mit der Katalysatoraufschlammung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlammung besagtem Reaktor zugeführt wird. Wenn ein Metallocenkatalysator verwendet wird, wird bevorzugt Triisobutylaluminium (TIBAL) als Cokatalysator verwendet. Wenn ein Ziegler-Natta-Katalysator verwendet wird, wird bevorzugt Triisobutylaluminium (TIBAL) als Cokatalysator verwendet.

**[0109]** Bezugnehmend auf [Fig. 1](#) oder [Fig. 3](#) kann das Cokatalysator-Verteilsystem **11** zwei Cokatalysatorvorratsbehälter umfassen, worin Cokatalysator hergestellt und gelagert wird. Ein Behälter kann in Verbindung mit der Leitung **4** stehen, um Cokatalysator dorthin zu leiten.

**[0110]** Cokatalysatorabfälle können zu einem Entsorgungsbehälter geleitet werden, der vorzugsweise mit Rührmitteln versehen ist und Mineralöl zur Neutralisierung und Beseitigung enthält. Die Entsorgung ist mit einem beheizten Behälter, z.B. Dampfmantel, versehen, wo das Isobutan verdampft und zur Destillation oder zur Gasfackel geleitet wird.

**[0111]** Cokatalysatoren sind generell in kommerziellen Fässern vorgesehen. In einem Vorratsbehälter des Cokatalysator-Verteilsystems **11** wird der TIBAL-Cokatalysator generell in einer Lösung von Hexan oder Heptan vorgesehen, kann jedoch auch in reiner Form vorgesehen werden. Der TIBAL-Cokatalysator wird von dem Vorratsbehälter durch eine Cokatalysatoreinspritzleitung **12** in die Leitung **4** befördert, die den Mischbehälter **3** mit dem Reaktor **1** verbindet. Die Leitung **12** schneidet Leitung **4**, stromabwärts von den Membranpumpen **5** und stromaufwärts vom Reaktor **1**. Falls weiter ein Durchflussmessmittel **10** an den Leitungen **4** angebracht ist, schneidet die Cokatalysatorzuführleitung **12** die Leitung **4**, stromabwärts von besagtem Durchflussmesser **10** und stromaufwärts von dem Reaktor **1**.

**[0112]** Die Kontaktzeit zwischen dem Ziegler-Natta-/Metallocen-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator und das Verhältnis zwischen dem Ziegler-Natta-/Metallocen-Katalysator und dem TIBAL-Cokatalysator haben einen bedeutenden Einfluss auf die Granulometrie, jedoch 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 Katalysator die Schüttdichte und die Absetzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polyethylens. Erfindungsgemäß wird eine geeignete Menge TIBAL-Cokatalysator in die Leitungen **4**, stromabwärts von den Membranpumpen **5**, eingespritzt, bevor sie in die Reaktoren **1** eintreten.

**[0113]** Falls der TIBAL-Cokatalysator in die Leitung **4** 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 1 Minute, zwischen der Metallocenkatalysatoraufschlammung und dem TIBAL-Cokatalysator zu haben, ist jede Leitung **4** mit einem Kontaktbehälter **13** versehen, bevorzugt stromabwärts vom Einspritzpunkt des Cokatalysator-Verteilsystems, um die Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlammung in den Leitungen **4** zu erhöhen. Diese Kontaktbehälter **13** können gerührt werden oder nicht. In einer anderen bevorzug-

ten Ausführungsform haben die Leitungen **4** einen Innendurchmesser, der zwischen 0,3 und 2 cm beträgt, und bevorzugt zwischen 0,6 und 1 cm beträgt, während der Durchmesser der Kontaktbehälter **13** bevorzugt zwischen 1 und 15 cm und bevorzugt zwischen 6 und 9 cm beträgt.

**[0114]** Zusätzlich sind, in verschiedenen Ausführungen einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, Leitungen **4** vorgesehen, die weiter mit Messmitteln **10** zum einfachen Messen der Katalysatordurchflussrate in den Leitungen **4** versehen sind. Diese Durchflussmessmittel **10** sind bevorzugt Coriolis-Durchflussmessmittel. Die Mittel **10** können zwischen dem Mischbehälter **3** und den Membranpumpen **5** oder stromabwärts von besagten Pumpmitteln **5** angebracht sein. Bevorzugt sind besagte Mittel **10** stromaufwärts von der Cokatalysatoreinspritzleitung **11** angebracht. Die Aufschlammung wird vorzugsweise in Verhältnisregelung von Isobutanverdünner zu Katalysator eingespritzt. Das Verhältnis von Katalysator zu Verdünner wird durch Steuern der Geschwindigkeit der Pumpe **5** und durch Messen der Dichte des Isobutanverdünners adäquat gesteuert und eingestellt. Die Coriolis-Messvorrichtungen **10** können den Fluss und die Dichte der Katalysatoraufschlammung am Auslass des Mischbehälters **3** messen und indirekt die Konzentration suspendierter Feststoffe bestimmen. Es besteht eine Korrelation zur Schätzung der Konzentration suspendierter Feststoffe auf Basis der Aufschlammungsdichte, der Trägerfluidichte und der Feststoffpartikeldichte.

**[0115]** In einer anderen Ausführung können Messmittel **10**, und bevorzugt Coriolis-Flussmessmittel, auch in Leitungen **40** zwischen dem Vorratsbehälter **2** und dem Mischbehälter **3**, d.h. stromaufwärts oder stromabwärts von der Membranpumpe **50**, in diesen Leitungen **40** angebracht sein.

**[0116]** In einer anderen Ausführung wird die Katalysatoraufschlammung unter gesteuerter Durchflussrate in den Reaktor eingespritzt. Die Leitungen **4** zum Befördern von Katalysatoraufschlammung in den Reaktor sind mit einem oder mehreren Ventilen ausgerüstet, bevorzugt Kolbenventilen **22**. Die Kolbenventile **22** sind in der Lage, die Öffnung abzudichten, mittels derer die Leitung **4** an den Reaktor **1** angeschlossen ist. Bei Verwendung verschiedener Leitungen **4** zum Befördern von Katalysatoraufschlammung zu einem Reaktor pumpen nur in einer Leitung **4** die Pumpen aktiv Katalysatoraufschlammung zu dem Reaktor, während in anderen Leitungen **4** die Pumpen nicht aktiv sind und die Leitungen bevorzugt mit Isobutan gespült werden.

**[0117]** Aus Gründen der Kürze und Deutlichkeit sind herkömmliche Hilfsausrüstung wie etwa Pumpen, zusätzliche Ventile, und andere Verfahrensausrüstung nicht in diese Beschreibung und die begleitenden Zeichnungen aufgenommen worden, da sie in der Erläuterung der Erfindung keine Rolle spielen. Auch zusätzliche Mess- und Regelvorrichtungen, die typischerweise bei einem Polymerisationsverfahren verwendet würden, sind nicht dargestellt worden.

**[0118]** Aus der vorliegenden Beschreibung geht hervor, dass Zahlen und Abmessungen der verschiedenen Teile der Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung sich auf die Größe der Polymerisationsreaktoren beziehen und in Funktion der Reaktorgrößen geändert werden können.

**[0119]** In einer anderen bevorzugten Ausführungsform, 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 nötig, Spül- und Reinigungsmittel und -leitungen an der erfindungsgemäßen Vorrichtung verfügbar sind, um Verstopfen oder Blockieren zu vermeiden.

**[0120]** Es ist aus der vorliegenden Erfindung zu verstehen, dass alle angedeuteten Druckwerte bevorzugte Druckwerte sind, die generell von den angedeuteten Druckwerten um annähernd  $\pm 1$  bar abweichen können. Aus der vorliegenden Beschreibung wird deutlich, dass alle angedeuteten Druckwerte in den Behältern, Leitungen usw. Werte sind, die niedriger als der Druckwert in dem Polymerisationsreaktor sind.

**[0121]** In einer anderen bevorzugten Ausführungsform versteht es sich, dass alle in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung angewandten Leitungen oder Rohrleitungen, wo erforderlich, mit Flussmessmitteln versehen sein können.

**[0122]** Die erfindungsgemäßen Vorrichtungen können zum Speisen eines einzelnen Polymerisationsreaktors angewendet werden. In einer bevorzugten Ausführung wird die erfindungsgemäße Vorrichtung zum Speisen eines Polymerisationsreaktors verwendet, der aus zwei Flüssigkeitsvollschaufenreaktoren besteht, welche einen ersten und einen zweiten Reaktor umfassen, die durch ein oder mehr Absetzstände des ersten Reaktors, die zur Abfuhr von Aufschlammung von dem ersten Reaktor an besagten zweiten Reaktor angeschlossen sind, in Reihe geschaltet sind. Solche in Reihe geschalteten Reaktoren sind besonders zur Herstellung bimodalen

Polyethylens geeignet. Die vorliegende Erfindung kann für beide Reaktoren angewendet werden. Die Anzahl von Leitungen **4** kann zwischen dem ersten und dem zweiten Reaktor aufgeteilt werden. Es ist auch möglich, zwei oder mehr erfindungsgemäße Vorrichtungen zu verwenden, z.B. wenn zwei oder mehr verschiedene Katalysatoren verwendet werden. In einer bevorzugten Ausführung können die erfindungsgemäßen Vorrichtungen in einen Einzelschlaufenreaktor, wie in [Fig. 4](#) abgebildet, oder in einem Doppelschlaufenreaktor, wie in [Fig. 5](#) abgebildet, verwendet werden.

**[0123]** [Fig. 4](#) stellt einen Einzelschlaufenreaktor **100** dar, bestehend aus einer Vielzahl miteinander verbundener Rohre **104**. Die vertikalen Abschnitte der Rohrsegmente **104** sind vorzugsweise mit Heizmänteln **105** versehen. Polymerisationswärme kann mittels in diesen Mänteln des Reaktors zirkulierenden Kühlwassers abgezogen werden. Reaktanten werden durch Leitung **107** in den Reaktor **100** eingebracht. Katalysator, gegebenenfalls in Zusammenwirken mit einem Cokatalysator oder Aktivator, wird mittels der Leitung **106** in den Reaktor **100** eingespritzt. Die Polymerisationsaufschlammung wird, wie durch die Pfeile **108** veranschaulicht, durch eine oder mehrere Pumpen, wie etwa die Axialfluspumpe **101**, direktional in dem Schlaufenreaktor **100** zirkuliert. Die Pumpe kann durch einen Elektromotor **102** angetrieben werden. Wie hierin verwendet, umfasst der Begriff "Pumpe" jede Vorrichtung zum komprimierendem Antreiben, Erhöhen des Drucks eines Fluids, beispielsweise mittels eines Kolbens oder Satzes rotierender Pumpenräder **103**.

**[0124]** Der Reaktor **100** ist weiter mit einem oder mehreren Absetzständen **109** versehen, die mit den Rohren **104** des Reaktors **100** verbunden sind. Die Absetzstände **109** sind vorzugsweise mit einem Isolierventil **110** versehen. Diese Ventile **110** sind unter normalen Bedingungen offen und können geschlossen werden, um beispielsweise einen Absetzstand vom Betrieb zu isolieren. Weiter können die Absetzstände mit Produktentnahme- oder Abfuhrventilen **111** versehen werden. Das Abfuhrventil führt Polymeraufschlammung ab, wenn es vollständig offen ist. Sich in den Absetzständen **109** absetzende Polymeraufschlammung kann mittels einer oder mehrerer Produktrückgewinnungsleitungen **113** entfernt werden, beispielsweise zu einer Produktrückgewinnungszone.

**[0125]** [Fig. 5](#) stellt einen Doppelschlaufenreaktor **100/116** dar, welcher zwei Einzelschlaufenreaktoren **100** und **116** umfasst, die in Reihe miteinander verbunden sind. Beide Reaktoren **100**, **116** bestehen aus einer Vielzahl miteinander verbundener Rohre **104**. Die Vertikale **111** kann jeder Typ von Ventil sein, das gestatten kann, kontinuierliche oder periodische Abschnitte der Rohrsegmente **104** sind vorzugsweise mit Heizmänteln **105** versehen. Reaktanten werden durch Leitung **107** in die Reaktoren **100** eingebracht. Katalysator, gegebenenfalls in Zusammenwirken mit einem Cokatalysator oder Aktivator, wird mittels der Leitung **106** in den Reaktor **100** oder **116** eingespritzt. Die Polymerisationsaufschlammung wird, wie durch die Pfeile **108** veranschaulicht, durch eine oder mehrere Pumpen, wie etwa die Axialfluspumpe **101**, direktional in den Schlaufenreaktoren **100**, **116** zirkuliert. Die Pumpen können durch einen Elektromotor **102** angetrieben werden. Die Pumpen können mit einem Satz rotierender Pumpenräder **103** versehen sein. Die Reaktoren **100**, **116** sind weiter mit einem oder mehreren Absetzständen **109** versehen, die mit den Rohren **104** der Reaktoren **100**, **116** verbunden sind. Die Absetzstände **109** sind vorzugsweise mit einem Isolierventil **110** versehen. Weiter können die Absetzstände mit Produktentnahme- oder Abfuhrventilen **111** versehen werden. Stromabwärts von dem Ventil **111** ist an dem Auslass des Absetzstands **109** von Reaktor **100** ein Dreiwegeventil **114** angebracht, das, mittels der Beförderungsleitung **112**, die Beförderung von in den Absetzständen **109** abgesetzter Polymeraufschlammung zu dem anderen Reaktor **116** gestattet. Die Beförderungsleitung **112** verbindet das an dem Auslass des Absetzstands **109** eines Reaktors **100** angebrachte Dreiwegeventil **114** mit dem Einlass in dem anderen Reaktor **116**, wo vorzugsweise ein Kolbenventil **115** angebracht ist. In den Absetzständen **109** von Reaktor **116** abgesetzte Polymeraufschlammung kann mittels einer oder mehrerer Produktrückgewinnungsleitungen **113** entfernt werden, beispielsweise zu einer Produktrückgewinnungszone.

**[0126]** Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin Verfahren zur Optimierung der Zufuhr einer Katalysatoraufschlammung zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen, und vorzugsweise bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

**[0127]** In einer Ausführung betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Steuerung der Einspritzung von Katalysatoraufschlammung in einem Polymerisationsreaktor **1**, worin Polyethylen hergestellt wird, wobei besagter Katalysator aus festem Katalystor besteht, vorzugsweise einem Metallocenkatalysator, wie vorangehend beschrieben, in einem Kohlenwasserstoffverdünner, vorzugsweise Isobutan. Es ist jedoch deutlich, dass das vorliegende Verfahren auch zur Steuerung des Einspritzens von Chromkatalysatoraufschlammung in einen Polymerisationsreaktor **1** geeignet ist. Das Verfahren umfasst die aufeinanderfolgenden Schritte des: a) Anbringens von festem Katalysator und einem Kohlenwasserstoffverdünner in einem oder mehreren Vorratsbehältern **2**, sodass eine Katalysatoraufschlammung in besagtem Behälter **2** erhalten wird, b) Beförderns be-

sagter Katalysatoraufschlämmung von besagtem Vorratsbehälter **2** zu einem Mischbehälter **3**, worin besagte Katalysatoraufschlämmung verdünnt wird, um eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion zu erhalten, und c) Pumpens besagter verdünnter Katalysatoraufschlämmung auf einer gesteuerten Flussrate von besagtem Mischbehälter **3** durch eine oder mehrere Leitungen **4** zu besagtem Polymerisationsreaktor **1**, mittels einer in jeder der besagten Leitungen **4** angebrachten Membranpumpe **5**. Solches Verfahren ist besonders geeignet zur Optimierung der Zufuhr von Metallocen- oder Chromkatalysator zu einem Polymerisationsreaktor **1**.

**[0128]** Gemäß einer bevorzugten Ausführung, wie in [Fig. 1](#) dargestellt, umfasst das Verfahren das Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem Vorratsbehälter **2** zu einem Mischbehälter **3** auf einer gesteuerten Flussrate, durch Steuern des Verhältnisses zwischen Verdünner und Katalysator in dem Mischbehälter **3**. Die Steuerung der Flussrate wird durch Anbringen eines Katalysatorzuführsystems zum Zuführen von Katalysatoraufschlämmung von dem Vorratsbehälter **2** zu dem Mischbehälter **3** ermöglicht, welches System eine mit besagtem Behälter **2** verbundene Leitung **6**, **7** und Dosierventile **9**, bevorzugt Kugelführventile oder Schussführventile, an besagter Leitung **6**, **7** umfasst.

**[0129]** Der Katalysatorfluss von dem Vorratsbehälter **2** zu dem Mischbehälter **3** wird durch die Ventile **9** reguliert und ist abhängig von der dosierten Menge (Konzentration) von Katalysator und Verdünner in dem Mischbehälter **3**. Das Verhältnis zwischen Verdünner und Katalysator wird adäquat gesteuert. Dies wird durch adäquate Steuerung von Katalysatorzufuhr von dem Vorratsbehälter **2** mittels des Katalysatorzuführsystems und Dosierventilen **9**, und durch Abgabe einer geeigneten Menge Isobutan in den Mischbehälter **3** durch Leitungen **24** ermöglicht. Die Menge an Isobutanverdünner kann auch unter Verwendung der aus der Dichtemessung durch den Coriolismesser **10** ermittelten Katalysatorkonzentration gesteuert werden.

**[0130]** In einer anderen Ausführung, wie in [Fig. 3](#) dargestellt, betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Optimierung von Katalysatorzufuhr zu einem Polymerisationsreaktor **1**, umfassend die Schritte des a) Beförderns konzentrierter Katalysatoraufschlämmung von einem Behälter **2** zu einem Pufferbehälter **3**, wobei besagte konzentrierte Katalysatoraufschlämmung in einem Mineralöl suspendierte Feststoffpartikel umfasst, b) Verdünnens besagter Katalysatoraufschlämmung in besagtem Pufferbehälter **3** durch Zuführen eines geeigneten Verdünners in besagtem Pufferbehälter **3**, wodurch verdünnte Katalysatoraufschlämmung erhalten wird, die eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion hat, und c) Beförderns besagter verdünnter Katalysatoraufschlämmung von besagtem Pufferbehälter **3** zu besagtem Reaktor **1** auf einer geeigneten Flussrate. Solches Verfahren ist besonders geeignet zur Optimierung der Zufuhr von Ziegler-Natta-Katalysator  $\text{TiCl}_4$  zu einem Polymerisationsreaktor **1**, wobei der Ziegler-Natta-Katalysator  $\text{TiCl}_4$  in einem kommerziellen Behälter **2** vorgesehen ist und als eine Suspension von Feststoffpartikeln in einem Mineralöl zu dem Behälter **3** befördert wird. Die Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung umfassen den Schritt des Beförderns konzentrierter Katalysatoraufschlämmung von einem Behälter **2** durch Leitungen **40**, die mit Pumpen **50**, bevorzugt Exzentrerschneckenpumpen, versehen sind, zu einem Pufferbehälter **3**.

**[0131]** In einer anderen bevorzugten Ausführung umfassen die Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung das Verdünnen der Katalysatoraufschlämmung auf eine geeignete Konzentration mit Kohlenwasserstoffverdünner, bevorzugt Isobutan, in dem Mischbehälter **3**, auf eine Konzentration, die zwischen 0,1 und 10 Gew. % beträgt und bevorzugter eine Konzentration hat, die zwischen 0,1 und 5 Gew. % beträgt, und noch bevorzugter zwischen 0,5 und 4 Gew. % beträgt. Beispielsweise wird die Aufschlämmung in einem Kohlenwasserstoffverdünner auf eine Konzentration verdünnt, die zwischen 0,1 und 4 Gew. % beträgt, und bevorzugter zwischen 0,1 % und 1,0 Gew. %, und noch bevorzugter von 0,5 Gew. %. Die Herstellung verdünnter Aufschlämmung mit diesen Konzentrationen ermöglicht auf vorteilhafte Weise die weitere Verwendung von Membranpumpen (Diaphragmapumpen) **5** zum Einspritzen der Aufschlämmung in den Reaktor **1**. Die Verwendung solcher Pumpen ermöglicht auf vorteilhafte Weise die präzise und adäquate Steuerung des Flusses von Katalysatoraufschlämmungseinspritzung in den Reaktor. Die Menge von Isobutanverdünner kann unter Verwendung der aus der Dichtemessung durch den Coriolismesser **10** ermittelten Katalysatorkonzentration gesteuert werden.

**[0132]** In noch einer anderen Ausführung umfassen die Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung auch das Verdünnen der Katalysatoraufschlämmung auf eine geeignete Konzentration mit Kohlenwasserstoffverdünner, bevorzugt Isobutan, durch Einspritzen besagten Verdünners in die Leitungen, welche den Vorratsbehälter **2** mit dem Mischbehälter **3** verbinden. Gemäß dieser Ausführung wird die konzentrierte Katalysatoraufschlämmung verdünnt, während sie von dem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter befördert wird, worin der verdünnte Katalysator gehalten und gegebenenfalls weiter verdünnt wird.

**[0133]** In einer anderen Ausführung umfassen die erfindungsgemäßen Verfahren die Steuerung der Flussrate

der Katalysatoraufschlämmung zu dem Reaktor 1 durch Ermitteln der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor 1. Vorzugsweise ist besagter Reaktant die Konzentration von Monomer, d.h. Ethylen, in dem Reaktor. Es sollte jedoch klar sein, dass auch die Bestimmung anderer Reaktanten, wie beispielsweise die Co-monomer- oder Wasserstoffkonzentrationen in dem Reaktor, innerhalb der Reichweite der vorliegenden Erfindung enthalten ist. Praktischerweise wird dieser Mechanismus erhalten, indem jede Leitung zum Befördern und Zuführen der Katalysatoraufschlämmung von dem Vorratsbehälter zu dem Reaktor mit einer Membranpumpe versehen wird, die in der Lage ist, eingestellt zu werden, und die Katalysatorflussrate in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor reguliert wird.

**[0134]** In gewissen Fällen kann es erforderlich oder vorteilhaft sein, den Katalysator mit einem Cokatalysator in Kontakt zu bringen, wie vorangehend angedeutet. Daher verschafft die vorliegende Erfindung weiter Verfahren, welche das Inkontaktbringen eines Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlämmung vor dem Zuführen besagter Katalysatoraufschlämmung zu besagtem Reaktor umfassen.

**[0135]** Die vorliegenden Verfahren verschaffen einen besseren Kontakt und Bildung eines Cokatalysator-Katalysator-Gemischs als in dem Fall, wenn Cokatalysator einem Reaktor direkt zugeführt wird. Die Zufuhr eines geeigneten Gemischs von Cokatalysator und Katalysator zu dem Reaktor verschafft ein gesteuertes und gleichförmigeres Niveau an Polymerisationsreaktivität in dem Reaktor. Auch beeinflusst der Vorkontakt zwischen Katalysator und Cokatalysator die Granulometrie des letztendlichen Polymerisationsprodukts positiv und verbessert die Schüttdichte und die Absetzeffizienz des in dem Polymerisationsreaktor hergestellten Polymerisationsprodukts. Solche Verfahren ermöglichen auch die präzisere Steuerung des Einspritzverhältnisses von Katalysator und Cokatalysator.

**[0136]** In einer bevorzugten Ausführung umfassen die Verfahren das Inkontaktbringen eines Cokatalysators, bevorzugt eines Cokatalysators wie vorangehend definiert, mit besagter verdünnter Katalysatoraufschlämmung in Leitungen 4. Das Cokatalysator-Verteilssystem 12 umfasst vorzugsweise wenigstens einen Vorratsbehälter und eine Leitung 11, welche die Leitung 4 schneidet, wie in [Fig. 1](#) und [Fig. 3](#) veranschaulicht. In einer anderen bevorzugten Ausführungsform umfassen die Verfahren weiter das Erhöhen der Kontaktzeit und des Vorkontakts besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlämmung in Leitungen 4 durch örtliches Erhöhen des Volumens besagter Leitungen 4. 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, nicht nur die katalytische Aktivität reduziert, sondern kann auch ein tatsächlicher Schaden erfolgen. Die vorliegenden Verfahren ermöglichen auch die präzisere Steuerung des Einspritzverhältnisses von Katalysator und Cokatalysator. Durch örtliches Erhöhen des Volumens der Leitungen wird ein besserer Vorkontakt zwischen Cokatalysator und Katalysator erhalten. Die örtliche Erhöhung des Volumens wird durch Vorsehen eines Kontaktbehälters 13 in jeder Leitung 4 erhalten. Besagte Behälter 13 haben einen Durchmesser, der erheblich größer als der Durchmesser der Leitungen 4 ist.

**[0137]** In einer anderen bevorzugten Ausführung verschafft die vorliegende Erfindung Verfahren zur kontinuierlichen Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung von dem Pufferbehälter 3 durch Leitungen 4 zu dem Reaktor 1 auf einer geeigneten Durchflussrate. Die vorliegende Erfindung verschafft Verfahren, die das kontinuierliche Zuführen von Katalysator zu einem Reaktor ermöglichen, ohne Unterbrechung des Katalysatorflusses. Durch diesen Mechanismus wird eine kontinuierliche Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung ohne relevante Fluktuationen zu einem Polymerisationsreaktor gewährleistet, was die Effizienz der Polymerisationsreaktion in dem Reaktor steigern wird.

**[0138]** In noch einer anderen bevorzugten Ausführung betrifft die Erfindung Verfahren, wobei die Katalysatorflussrate zu dem Reaktor präzise gemessen wird, durch Flüssigkeitsflussratenmessung, unter Verwendung von Flussmessmitteln, wie bevorzugt Coriolis-Flussmessmitteln.

**[0139]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch die Verwendung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr eines Ziegler-Natta-Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

**[0140]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch die Verwendung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr eines Metallocenkatalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.



**[0141]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch die Verwendung einer Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr eines Chromkatalysators zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

#### Beispiele

**[0142]** Die vorliegende Erfindung wird durch das nachfolgende Beispiel einer Produktion an einem Doppelschlaufenreaktor in kommerziellem Maßstab illustriert. Für das Vergleichsbeispiel wurden ein herkömmliches Katalysatorzuführsystem und -steuerung verwendet. Die Anwendung der derzeitigen Erfindung gestattet das Betreiben des Polymerisationsreaktors auf höheren Aufschlämmungsdichten mit weniger Schwankung als bei herkömmlicher Katalysatorzufuhrsteuerung. Die niedrigeren Normabweichungen deuten an, dass die vorliegende Erfindung eine verbesserte Steuerung des Polymerisationsvorgangs und damit eine höhere Produktkonsistenz gestattet.

Tabelle 1

		Beispiel	Vergleichsbeispiel
Reaktoraufschlämmungsdichte	kg/m <sup>3</sup>	547 ± 3	531 ± 6
Ethylenfluss	kg/h	3461 ± 23	3855 ± 16
Reaktorethylenkonzentration	Gew. %	6,3 ± 0,1	6,6 ± 0,3
Katalysatoraufschlämmungsfluss	kg/h	70,6 ± 1,9	91,0 ± 2,8
Katalysatoraufschlämm.konzentration	Gew. %	0,35 ± 0,01	0,46 ± 0,05

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Herstellung und Zufuhr von Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird, umfassend

– einen oder mehrere Vorratsbehälter (2) zum Enthalten konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, bestehend aus festen Katalysatorteilchen, die in einem Kohlenwasserstoffverdünner oder in einem Mineralöl suspendiert sind,

– einen Mischbehälter (3) zum Enthalten verdünnter Katalysatoraufschlämmung einer geeigneten Konzentration zur Anwendung in einer Polymerisationsreaktion, welcher mit besagten Vorratsbehältern (2) durch eine oder mehrere Leitungen zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern (2) zu besagtem Mischbehälter (3) verbunden ist, und welcher mit einer oder mehreren Leitungen zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter (3) zu besagtem Reaktor (1) versehen ist, und

– eine oder mehrere Leitungen (4), welche besagten Mischbehälter (3) mit einem Polymerisationsreaktor verbinden, um besagte verdünnte Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter (3) zu besagtem Reaktor (1) zu befördern, wobei jede Leitung mit einer Membranpumpe (5) zum Pumpen besagter Aufschlämmung zu besagtem Reaktor (1) versehen ist, welche in Funktion der Konzentration eines Reaktanten in besagtem Reaktor (1) steuerbar ist.

2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, wobei eine oder mehrere Leitungen zur Beförderung von Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern (2) zu besagtem Mischbehälter (3) direkte Verdünnereinspritzmittel umfasst bzw. umfassen.

3. Vorrichtung gemäß Anspruch 1 oder 2, wobei besagte eine oder mehrere Leitungen zum Befördern von Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern (2) zu besagtem Mischbehälter (3) eine erste Leitung (6) zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem ersten Vorratsbehälter (2) zu einem Mischbehälter (3) umfassen, die mit einer zweiten Leitung (7) zum Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von einem zweiten Vorratsbehälter (2) zu einem Mischbehälter (3) durch Leitungen (8), welche besagte erste Mittel (6) mit besagten zweiten Mitteln (7) verbinden, austauschbar ist.

4. Vorrichtung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei besagte Leitungen (6, 7) zum Beför-

dem besagter Katalysatoraufschlämmung von einem Vorratsbehälter (2) zu einem Mischbehälter (3) jede mit einem Dosierventil (9) versehen sind, das stromabwärts in den Verbindungsleitungen (8) vorgesehen ist.

5. Vorrichtung gemäß Anspruch 1 oder 2, wobei jede der besagten einen oder mehreren Leitungen zum Befördern von Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern (2) zu besagtem Mischbehälter (3) eine Pumpe (50) umfasst.

6. Vorrichtung gemäß Anspruch 5, wobei besagte, an jeder Leitung zum Befördern der konzentrierten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Behälter (2) zu dem Pufferbehälter (3) vorgesehene Pumpe (50) eine Exzentrerschneckenpumpe umfasst.

7. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, weiter Flussmessmittel (10) zum Messen der Katalysatordurchflussrate umfassend, die an besagter Leitung (4) zum Befördern der verdünnten Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter (3) zu besagtem Reaktor (1) vorgesehen sind.

8. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-2 und 5-7, weiter Flussmessmittel (10) zum Messen der Katalysatordurchflussrate umfassend, welche an besagter Leitung zum Befördern von Katalysatoraufschlämmung von besagten Vorratsbehältern (2) zu besagtem Mischbehälter (3) vorgesehen sind.

9. Vorrichtung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, weiter ein Cokatalysator-Zuführsystem umfassend, um eine geeignete Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlämmung in Kontakt zu bringen, bevor besagte Katalysatoraufschlämmung in besagten Reaktor eingespritzt wird, wobei besagtes System einen Cokatalysator-Vorratsbehälter (11) und eine damit verbundene Leitung (12) zum Befördern besagten Cokatalysators umfasst.

10. Vorrichtung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei besagte Leitung (4) mit einem Kontaktbehälter (13) zur Erhöhung der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlämmung in besagter Leitung (4) versehen ist.

11. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-10, wobei besagter Polymerisationsreaktor (1) zur Herstellung von Polyethylen, und bevorzugt zur Herstellung bimodalen Polyethylens, geeignet ist.

12. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-4, 7 und 9-11, wobei besagter Katalysator ein Metallocenkatalysator, vorzugsweise geträgert, ist.

13. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-2 und 5-11, 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.

14. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, 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 R das gleiche oder verschieden sein kann und wobei Y Wasserstoff oder ein Halogen ist.

15. Verfahren zum Optimieren der Zufuhr einer Katalysatoraufschlämmung zu einem Polymerisationsreaktor (1), worin Polyethylen hergestellt wird, umfassend die Schritte des:

- Bereitstellens konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, bestehend aus in einem Kohlenwasserstoffverdünner oder in einem Mineralöl suspendierten festen Katalysatorteilchen, in einem oder mehreren Vorratsbehältern,
- Verdünnens besagter konzentrierter Katalysatoraufschlämmung, um eine geeignete Konzentration zur Verwendung in einer Polymerisationsreaktion zu erhalten, wobei besagte Katalysatoraufschlämmung verdünnt wird, während sie von besagtem Vorratsbehälter zu einem Mischbehälter befördert wird, worin besagte verdünnte Katalysatoraufschlämmung, welche eine Konzentration von Katalysatorfeststoffen zwischen 0,1 und 10 Gew.-% aufweist, gehalten wird,
- gegebenenfalls weiteren Verdünnens besagter Katalysatoraufschlämmung in besagtem Vorratsbehälter, und
- Pumpens besagter verdünnter Katalysatoraufschlämmung mit einer gesteuerten Durchflussrate von besagtem Mischbehälter (3) zu besagtem Polymerisationsreaktor (1) durch eine oder mehrere Leitungen (4), mittels einer in jeder der besagten Leitungen (4) vorgesehenen Membranpumpe (5).

16. Verfahren gemäß Anspruch 15 zum Optimieren der Zufuhr einer Katalysatoraufschlämmung zu einem

Polymerisationsreaktor (1), worin bimodales Polyethylen hergestellt wird.

17. Verfahren gemäß Anspruch 15 oder 16, wobei besagte Katalysatoraufschlämmung mit einem Kohlenwasserstoffverdünner verdünnt wird.

18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 15 bis 17, umfassend das Befördern besagter Katalysatoraufschlämmung von besagtem Vorratsbehälter (2) zu besagtem Mischbehälter (3) mit einem gesteuerten Durchfluss durch Steuern des Verhältnisses zwischen Verdünner und Katalysator in dem Mischbehälter (3).

19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 15 bis 18, weiter umfassend das Inkontaktbringen einer geeigneten Menge Cokatalysator mit der Katalysatoraufschlämmung, bevor besagte Katalysatoraufschlämmung in besagten Reaktor eingespritzt wird.

20. Verfahren gemäß Anspruch 19, umfassend das Inkontaktbringen eines Cokatalysators mit besagter, in der Leitung (4) vorhandener Katalysatoraufschlämmung.

21. Verfahren gemäß Anspruch 19 oder 20, umfassend das Erhöhen der Kontaktzeit besagten Cokatalysators mit besagter Katalysatoraufschlämmung in der Leitung (4) durch örtliches Erhöhen des Volumens besagter Leitung (4).

22. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 15 bis 21, umfassend das Steuern der Durchflussrate besagter Katalysatoraufschlämmung von dem Mischbehälter (3) zu dem Polymerisationsreaktor (1) durch Ermittlung der Konzentration eines Reaktanten, bevorzugt Ethylen, in besagtem Reaktor (1).

23. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 15 bis 22, umfassend das ununterbrochene Zuführen besagter Katalysatoraufschlämmung von besagtem Mischbehälter (3) zu besagtem Reaktor (1) durch Leitungen auf einer geeigneten Durchflussrate.

24. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 15 bis 23, wobei besagter Katalysator ein Metallocenkatalysator, vorzugsweise geträgert, ist.

25. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 15-23, 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.

26. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 15 bis 25, 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 R das gleiche oder verschieden sein kann und wobei Y Wasserstoff oder ein Halogen ist.

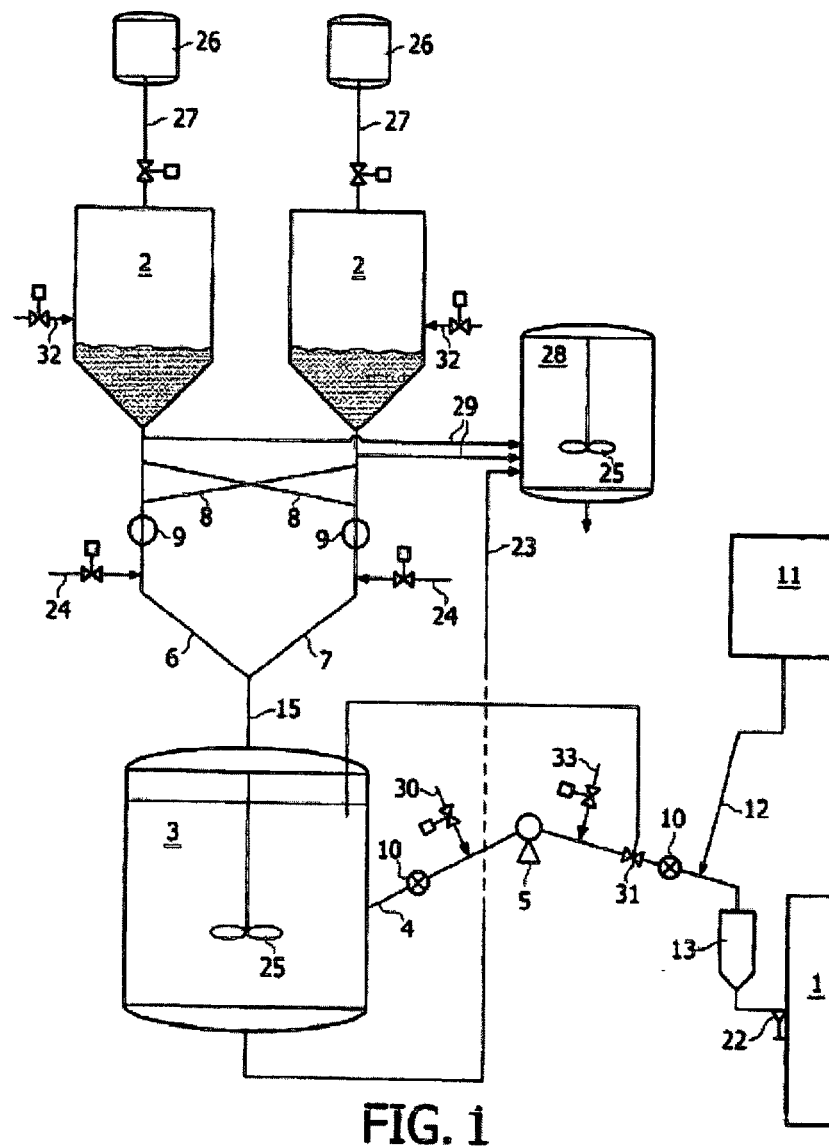
27. Anwendung einer Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-4, 7, 9-12 und 14 zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr von Metallocenkatalysatoraufschlämmung in einem Polymerisationsreaktor, worin Polyethylen hergestellt wird.

28. Anwendung einer Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1-2, 5-11 und 13-14 zur Herstellung und Optimierung der Zufuhr eines Ziegler-Natta-Katalysators zu einem Polymerisationsreaktor (1), worin Polyethylen, und bevorzugt bimodales Polyethylen, hergestellt wird.

Es folgen 5 Blatt Zeichnungen



## Anhängende Zeichnungen



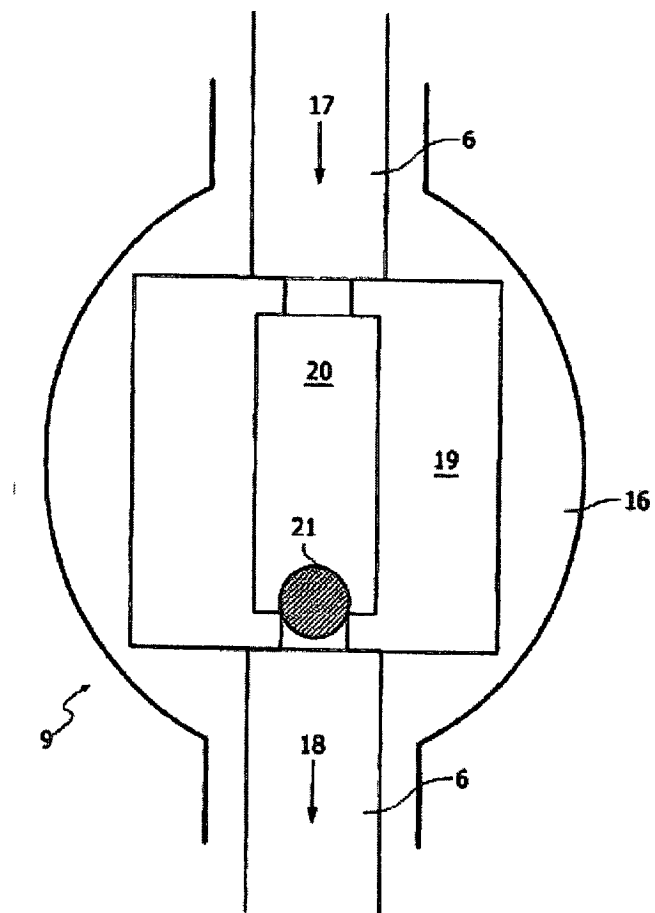


FIG. 2

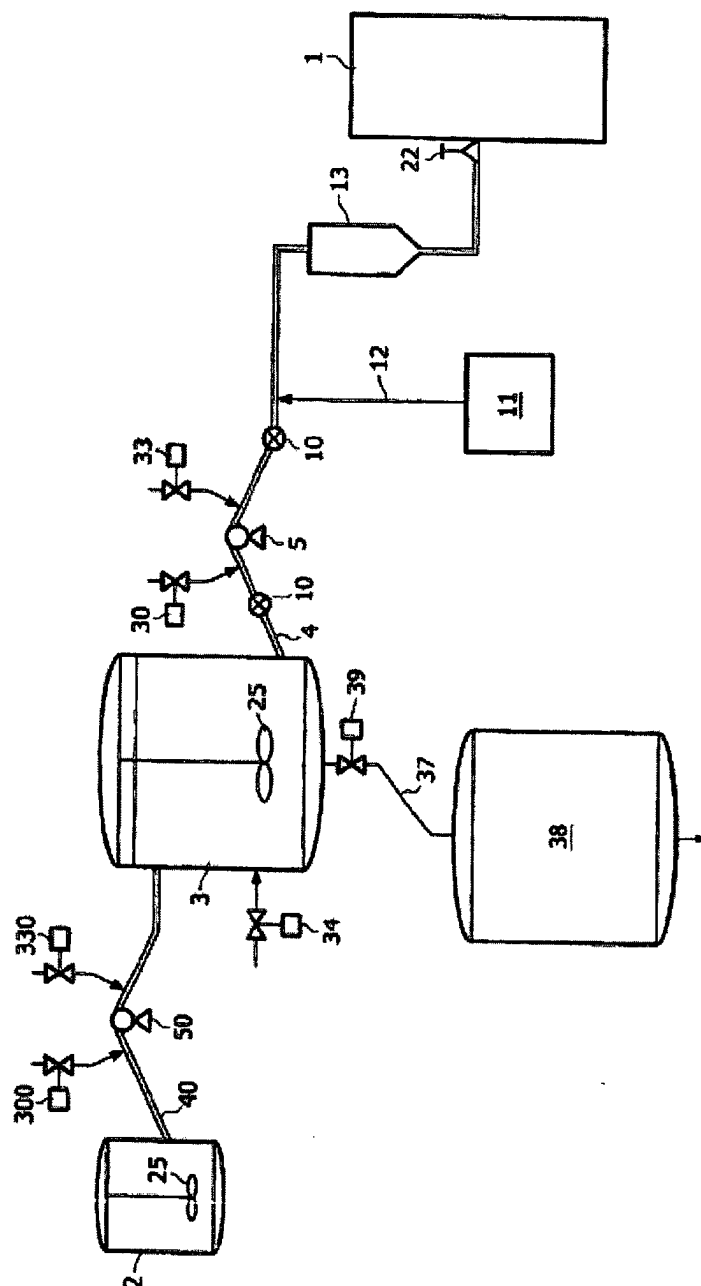


FIG. 3

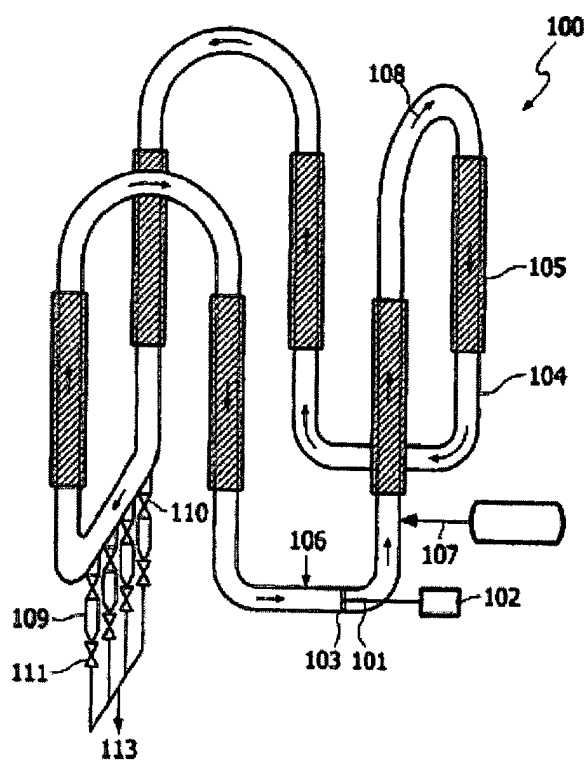


FIG. 4

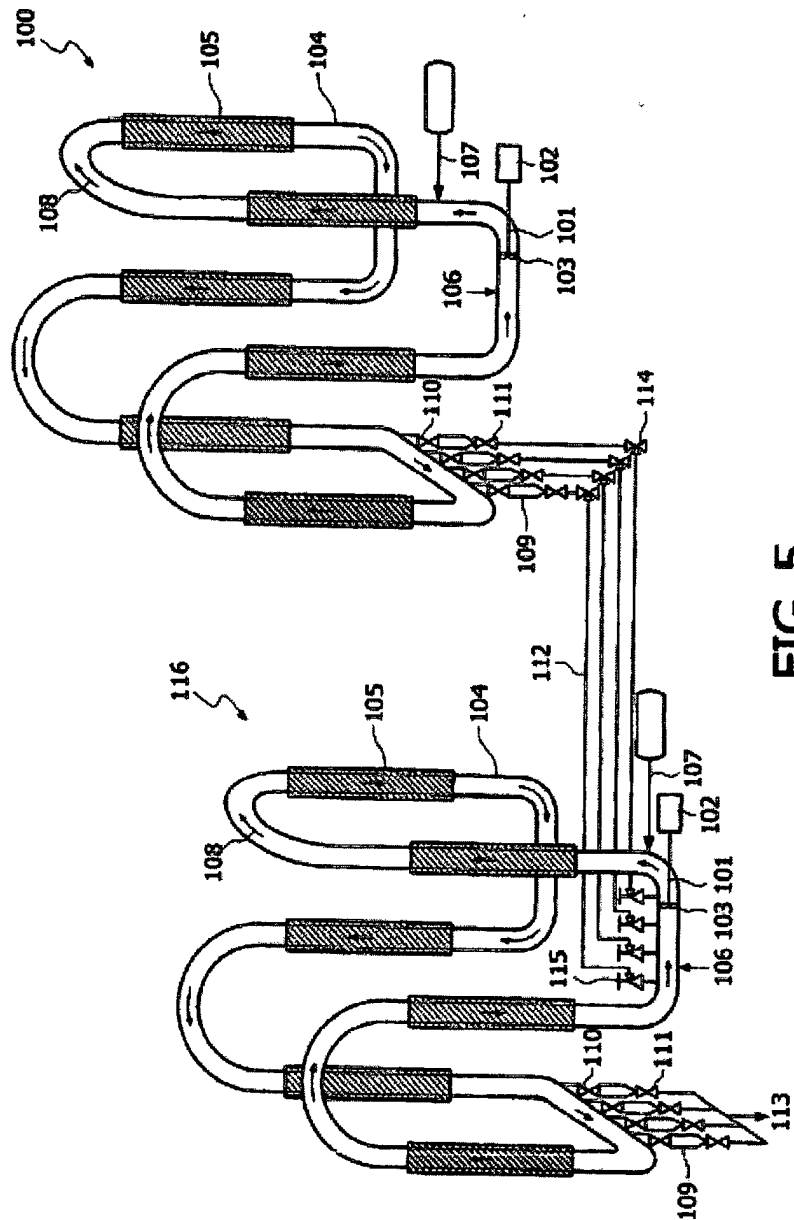


FIG. 5