



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 275 755**

51 Int. Cl.:
C08F 6/00 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
B01J 19/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01995210 .0**
86 Fecha de presentación : **06.11.2001**
87 Número de publicación de la solicitud: **1444273**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **11.08.2004**

54 Título: **Eliminación volátil continua en polimerización en suspensión.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.06.2007

73 Titular/es:
CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL COMPANY L.P.
10001 Six Pines Drive
The Woodlands, Texas 77380, US

72 Inventor/es: **Kendrick, James, A.;**
Towles, Thomas, W. y
Roger, Scott, T.

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 275 755 T3

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

DESCRIPCIÓN

Eliminación volátil continua en polimerización en suspensión.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para separar continuamente sólidos poliméricos de un medio líquido que comprende un diluyente inerte y monómeros sin reaccionar en un procedimiento de polimerización en suspensión. En particular, la presente invención se refiere a un aparato para separar continuamente sólidos poliméricos de un medio líquido, secar el polímero y recuperar el diluyente y los monómeros sin reaccionar con una reducción en la compresión necesaria para la condensación de vapor del diluyente a diluyente líquido para reutilizar en el procedimiento de polimerización.

Antecedentes de la invención

En muchos procedimientos de polimerización para la producción de polímero, se forma un efluente que es una suspensión de sólidos poliméricos en forma de partículas suspendidos en un medio líquido, normalmente el diluyente de reacción y monómeros sin reaccionar. Un ejemplo típico de dichos procedimientos se describe en la patente de Estados Unidos n° 2.285.721 de Hogan and Bank. Aunque los procedimientos de polimerización descritos en el documento de Hogan emplean un catalizador que comprende óxido de cromo y un soporte, la presente invención puede aplicarse a cualquier procedimiento que produzca un efluente que comprenda una suspensión de sólidos poliméricos en forma de partículas suspendidos en un medio líquido que comprende un diluyente y monómero sin reaccionar. Dichos procedimientos de reacción incluyen aquellos que han llegado a ser conocidos en la técnica como polimerizaciones en forma de partículas.

En la mayoría de las operaciones a escala comercial, lo deseable es separar el polímero y el medio líquido que comprende un diluyente inerte y monómeros sin reaccionar de una forma tal que el medio líquido no quede expuesto a contaminación de forma que el medio líquido se pueda reciclar a la zona de polimerización con una purificación mínima, en caso de que sea necesaria. Una técnica particularmente favorable que se ha usado hasta ahora es la que se describe en la patente n° 3.152.872 de Scoggin *et al.*, más en particular, la realización ilustrada en combinación con la Figura 2 de dicha patente. En dicho procedimiento, el diluyente de reacción, los monómeros disueltos y el catalizador se hacen circular en un reactor de bucle en el que la presión de polimerización es de 6,9 a 48,3 x 10⁵ Pa manométricos. El polímero sólido producido también se hace circular en el reactor. Se recoge una suspensión del polímero y el medio líquido en una o más ramas de sedimentación del reactor de bucle en suspensión desde la cual se descarga periódicamente la suspensión a una cámara de destilación súbita en la que la mezcla se somete a destilación súbita hasta una presión tal como 1,4 x 10⁵ Pa manométricos. Aunque la destilación súbita tiene como resultado eliminar de forma sustancialmente completa el medio líquido del polímero, es necesario volver a comprimir el diluyente de polimerización vaporizado (es decir, isobutano) con el fin de condensar el diluyente recuperado hasta una forma líquida adecuada para reciclar como diluyente líquido a la zona de polimerización. El coste del equipo de compresión y los servicios auxiliares necesarios para su operación con frecuencia constituyen una porción significativa del gasto implicado en producir el polímero.

Algunos procedimientos de polimerización destilan el diluyente licuado antes de reciclar al reactor. El objeto de la destilación es eliminar los monómeros y contaminantes ligeros de cabeza de destilación. El diluyente líquido destilado se hace pasar entonces a través de un lecho de tratamiento para separar el veneno del catalizador y luego hacia el reactor. El coste del equipo y servicios auxiliares para la destilación y tratamiento puede ser una porción significativa del coste para producir el polímero.

En una operación a escala comercial, lo deseable es licuar los vapores del diluyente a un coste mínimo. Una de tales técnicas usada hasta ahora se describe en la patente de Estados Unidos n° 4.424.341 de Hanson and Sherk en la que una etapa de destilación súbita a presión intermedia elimina una porción significativa del diluyente a una temperatura y una presión tales que esta porción destilada súbitamente se puede licuar por intercambio de calor en lugar de por un procedimiento de compresión mucho más costoso.

El documento WO 99/60028 describe una eliminación de componentes volátiles en una polimerización en suspensión continua en la que el efluente de polimerización se calienta hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión corriente arriba de un primer recipiente de destilación súbita.

El documento WO A 99/47251 describe un aparato para eliminar y recuperar un medio líquido de polimerización de un polímero producido en un reactor como una suspensión polimérica de sólido polimérico en forma de partículas suspendido en un medio líquido. La técnica anterior, además, describe un procedimiento para preparar una suspensión de polímero en un medio líquido.

Breve sumario de la invención

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un polímero en un reactor de bucle en suspensión continuo que comprende:

ES 2 275 755 T3

- hacer reaccionar un monómero en un diluyente hidrocarbonado para formar una suspensión de polimerización de sólidos poliméricos en un medio líquido;

5 - descargar una porción de la suspensión de polimerización como efluente que comprende una suspensión de sólidos poliméricos descargados en un medio líquido descargado a través de una abertura de descarga en un primer conducto de transferencia;

10 - calentar el efluente con un primer calentador en forma de un cambiador de calor en línea hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del polímero;

- destilar súbitamente el efluente en una primera destilación súbita, en la que del 75% al 100% del medio líquido en el efluente se vaporiza a primer vapor de destilación súbita en la primera destilación súbita formando un primer vapor de destilación súbita y una primera suspensión de destilación súbita;

15 - condensar al menos una porción del primer vapor de destilación súbita sin compresión;

- descargar la primera suspensión de destilación súbita de la primera destilación súbita a un segundo conducto de transferencia;

20 - calentar la primera suspensión de destilación súbita con un segundo calentador; y

- evaporar súbitamente la primera suspensión de destilación súbita para vaporizar al menos una porción del primer líquido de destilación súbita en la segunda destilación súbita.

25 El aparato para el procedimiento puede comprender una válvula de descarga en un reactor en suspensión, ejemplos de los cuales incluyen reactores de bucle en suspensión y reactores en suspensión tipo depósito agitado, para la descarga continua de una porción del contenido del reactor en un primer conducto de transferencia; un primer recipiente de destilación súbita provisto de una parte inferior definida por los lados sustancialmente rectos inclinados en un ángulo con la horizontal igual o superior al ángulo de deslizamiento de los sólidos poliméricos/suspensión; 30 siendo la presión del primer recipiente de destilación súbita y la temperatura del efluente de polimerización tales que el componente diluyente inerte del vapor es condensable, sin compresión, por intercambio térmico con un fluido que tiene una temperatura en el intervalo de 18,3°C a 57,2°C: una primera cámara estanca de salida del primer recipiente de destilación súbita, que comunica con el primer recipiente de destilación súbita, de una longitud (l) y diámetro (d) 35 tales que permita dicho nivel de sólidos poliméricos concentrados/suspensión acumularse y formar un cierre estanco a la presión en la primera cámara estanca de salida del primer recipiente de destilación súbita: un reductor de la salida de la cámara estanca dispuesto para una descarga continua de un flujo pistón de sólidos poliméricos concentrados/suspensión a un segundo conducto de transferencia que comunica los sólidos poliméricos concentrados/suspensión con un segundo recipiente de destilación súbita en el que la presión del segundo recipiente de destilación súbita y la 40 temperatura de los sólidos poliméricos concentrados/suspensión son tales que básicamente todo el diluyente inerte restante y/o monómero sin reaccionar se vaporizarán y eliminarán en cabeza para la condensación por compresión e intercambio térmico y los sólidos poliméricos se descargan desde la parte inferior del segundo recipiente de destilación súbita para su posterior procesado o almacenamiento.

45 El procedimiento de la invención puede comprender vaporizar de forma continua básicamente todo el diluyente inerte restante y/o monómero sin reaccionar en un segundo recipiente de destilación súbita que funciona a una presión menor que la del primer recipiente de destilación súbita; condensar el diluyente inerte vaporizado y/o monómero sin reaccionar del segundo recipiente de destilación súbita por compresión e intercambio térmico; y descargar continuamente la suspensión polimérica esencialmente seca del segundo recipiente de destilación súbita para su posterior procesado o almacenamiento.

50 La presente invención puede también proporcionar un procedimiento para purgar sólidos poliméricos de un conducto conectado a un reactor de bucle y en comunicación de paso de fluido con el reactor de bucle que lo comprende. Este procedimiento incluye las etapas de (i) cerrar una primera válvula como respuesta a una primera señal de un primer detector, en el que la primera válvula está conectada a, y en comunicación de paso de fluido con el conducto, 55 (2) abrir una segunda válvula como respuesta a una segunda señal de un segundo detector, en el que la segunda válvula está en comunicación de paso de fluido entre un primer diluyente inerte y el conducto, y en el que el primer diluyente inerte está en comunicación de paso de fluido con el conducto entre el reactor de bucle y la primera válvula, y (3) hacer fluir suficiente cantidad del primer diluyente inerte a una presión suficiente por el conducto para purgar sólidos poliméricos del conducto. En este procedimiento, los detectores primero y segundo pueden ser un detector común y 60 las señales primera y segunda pueden ser una señal común.

La presente invención también puede proporcionar un procedimiento para devolver finos a una suspensión de polimerización en un reactor de bucle. El procedimiento incluye (i) descargar una porción de la suspensión de polimerización del reactor de bucle, (ii) comunicar la suspensión de polimerización de descarga con un primer recipiente de 65 destilación súbita, (iii) convertir en el recipiente de destilación súbita una porción de la suspensión de polimerización en un primer fluido, comprendiendo el primer fluido un diluyente y los finos, (iv) comunicar el primer fluido del primer recipiente de destilación súbita con un primer separador ciclónico, (v) convertir en el separador ciclónico una porción del primer fluido en un segundo fluido que comprende el diluyente y los finos, (vi) comunicar el segundo fluido con

ES 2 275 755 T3

un cambiador de calor, (vii) convertir en el cambiador de calor el segundo fluido en un líquido que comprende el diluyente y los finos y, (viii) devolver el líquido a la suspensión de polimerización en el reactor de bucle.

La presente invención puede proporcionar también un procedimiento para producir polímero a partir de una suspensión de polimerización en un reactor de bucle que opera con un tiempo espacial mayor que $9,3 \times 10^{-5} \text{ kg s}^{-1} \text{ dm}^{-3}$. Los sólidos poliméricos pueden ponerse en comunicación seguidamente con un segundo recipiente de destilación súbita. En el segundo recipiente de destilación súbita los sólidos poliméricos pueden exponerse a una reducción de presión desde una presión mayor en el primer recipiente de destilación súbita hasta una presión menor en la segunda destilación súbita. Los sólidos poliméricos se descargan entonces del segundo recipiente de destilación súbita. Además, el porcentaje en peso de sólidos en la suspensión de polimerización puede ser mayor que 47. El reactor de bucle puede operar a una carga de impulsión de recirculación/distancia al reactor total mayor que 0,15 m/m. El reactor de bucle también puede operar con una carga de impulsión de la recirculación mayor o igual que 60,96 m y tiene más de ocho ramas verticales, de forma deseable de 10 a 16 ramas verticales, más deseablemente de 10 a 12 ramas verticales, lo más deseable 12 ramas verticales. El volumen de la suspensión de polimerización en reactor de bucle puede ser mayor que 75708,2 litros.

Con preferencia, del 95 al 100% se vaporiza a primer vapor de destilación súbita en el primer recipiente de destilación súbita. Además, preferiblemente, al menos 50% del primer líquido de destilación súbita, con preferencia al menos el 75%, incluso más preferiblemente el 95%, se vaporiza a segundo vapor de destilación súbita en el segundo recipiente de destilación súbita. De acuerdo con otra realización, el reactor de bucle opera a 65,5-121,1°C, con preferencia 79,4-110°C, más preferiblemente 93-110°C. En otra realización, el reactor de bucle opera también a una presión manométrica de 27,6-45,5 $\times 10^5$ Pa, con preferencia 34,5-41,3 $\times 10^5$ Pa, y más preferiblemente 38,9 $\times 10^5$ Pa.

En una realización preferida de acuerdo con la presente invención, la descarga del efluente al primer conducto de transferencia es continua. En otra realización, el primer recipiente de destilación súbita opera a una presión de 9,64-21,7 $\times 10^5$ Pa manométricos. En otra realización, el segundo recipiente de destilación súbita opera a 1,0-6,89 $\times 10^5$ Pa manométricos.

Además preferiblemente, el aporte térmico a ambos calentadores en línea se ajusta de una forma tal que reduce sustancialmente la obstrucción del equipo y/o mejora el secado del producto polimérico y/o mejora la recuperación de diluyente después de la descarga del efluente desde el reactor de bucle.

Naturalmente, la invención también puede incluir diversas combinaciones de las realizaciones descritas en la presente memoria.

Un objeto de la invención es eliminar la obstrucción en el equipo corriente abajo de la válvula de descarga. En una rama de sedimentación de un reactor de polimerización la polimerización continúa y el calor de reacción calienta adicionalmente el medio líquido y existe la posibilidad de que parte de los sólidos poliméricos se disuelvan o se fusionen entre sí. Puesto que el contenido de la rama de sedimentación sale por la válvula de descarga, la caída de presión causa la destilación súbita de parte del medio líquido lo cual tiene como resultado el enfriamiento del medio líquido restante causando que el polímero disuelto precipite, lo que tiende a obstruir el equipo corriente abajo. La presente invención, que elimina la necesidad de una rama de sedimentación también elimina esta posibilidad de obstrucción del equipo corriente abajo evitando la disolución inicial o fusión de los sólidos poliméricos.

Otro objeto de la presente invención es aumentar la capacidad de producción del reactor mediante el uso de descarga continua y mayores concentraciones de etileno en el medio líquido, por ejemplo, mayores o iguales que 4 por ciento en la salida del reactor, de forma deseable del 4 por ciento en peso al 8 por ciento en peso, todavía más deseable del 5 por ciento en peso al 7 por ciento en peso. Las ramas de sedimentación limitan las concentraciones de etileno debido a una mayor tendencia a obstruir el equipo corriente abajo provocada por la reacción acelerada en la rama de sedimentación. Un flujo de suspensión de efluente de polimerización continuo permite limitar las concentraciones de etileno solo por la solubilidad del etileno en el diluyente líquido en el reactor, aumentando de este modo la velocidad de reacción específica por la polimerización y aumentar la capacidad de producción del reactor.

Otro objeto de la presente invención es aumentar el porcentaje en peso (% en peso) de sólidos poliméricos en la suspensión de polimerización que circula en la zona de polimerización del reactor de bucle. De forma deseable, el % en peso de sólidos poliméricos en la suspensión de polimerización es mayor que 45, más deseablemente de 45 a 65, todavía más deseablemente de 50 a 65 y, lo más deseable, de 55 a 65.

Otro objeto de la presente invención es aumentar el rendimiento horario (STY), expresado en términos de $\text{kg s}^{-1} \text{ dm}^{-3}$. De forma deseable, el STY es mayor que $8,58 \times 10^{-5} \text{ kg s}^{-1} \text{ dm}^{-3}$, más deseablemente de 8,58 a $13,2 \times 10^{-5} \text{ kg s}^{-1} \text{ dm}^{-3}$ y lo más deseable de 10,89 a $13,2 \times 10^{-5} \text{ kg s}^{-1} \text{ dm}^{-3}$.

Otros aspectos, objetos y ventajas de la presente invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción y de las Figuras 1 y 2.

El aparato y procedimiento de la invención proporcionan varias ventajas sobre la técnica anterior que incluyen: (1) permite un procesado continuo del contenido de un reactor en suspensión desde el punto de descarga del efluente de suspensión de polimerización hasta la válvula de descarga; un primer recipiente de destilación súbita; una cámara

ES 2 275 755 T3

estanca; un reductor de salida de la cámara estanca; y desde aquí hasta un segundo recipiente de destilación súbita, (2) aumenta de forma significativa la concentración de etileno en el medio líquido del reactor de bucle, aumentando de este modo la capacidad de producción del reactor, (3) aumenta de forma significativa el % en peso de sólidos poliméricos en la suspensión de polimerización, (4) aumenta de forma significativa el rendimiento horario del reactor y (5) se reduce el consumo de energía al reducir la necesidad de comprimir y/o destilar el efluente vapor-líquido del reactor. Los compresores de reciclado y otro equipo corriente abajo se pueden reducir de tamaño o eliminar.

Breve descripción de los dibujos

Las Figuras 1 y 2 son un diagrama esquemático que ilustra un aparato para la separación continua de sólidos poliméricos de diluyente y monómero sin reaccionar de acuerdo con la presente invención.

La Figura 3 es una vista en sección transversal ampliada del conducto de descarga con una abertura que se extiende una distancia hacia el reactor de bucle y la suspensión de polimerización circulante.

La Figura 4 es una vista esquemática del sistema de control de presión.

La Figura 5 es un diagrama esquemático que ilustra una realización de acuerdo con la presente invención en la que se usan dos calentadores en línea antes de los recipientes de destilación súbita.

Descripción detallada de la invención

Tal y como se usa en la presente memoria, el término “suspensión de polimerización” se refiere sustancialmente a una composición bifásica que incluye sólidos poliméricos y líquido circulante en el reactor de bucle. Los sólidos incluyen catalizador y una olefina polimerizada, tal como polietileno. Los líquidos incluyen un diluyente inerte, tal como isobuteno, con monómero, comonómeros, agentes de control del peso molecular disueltos, tales como hidrógeno, agentes antiestáticos, agentes antiincrustantes, depuradores y otros aditivos de proceso.

Tal como se usa en la presente memoria, el término “rendimiento horario” (STY) se refiere a la velocidad de producción de polímero por unidad de volumen del reactor de bucle o volumen de suspensión de polimerización.

Tal y como se usa en la presente memoria, el término “productividad del catalizador” se refiere al peso de polímero producido por peso de catalizador introducido en el reactor de bucle.

Tal y como se usa en la presente memoria, el término “tiempo de residencia del polímero” se refiere a la duración media que una partícula de polímero permanece dentro del reactor de bucle.

La presente invención puede aplicarse a cualquier mezcla que comprenda una suspensión de sólidos poliméricos y un medio líquido que comprende un diluyente inerte y monómeros polimerizables sin reaccionar incluyendo suspensiones que se originan de la polimerización de olefinas. Los monómeros olefínicos empleados por lo general en tales reacciones incluyen deseablemente 1-olefinas que tienen de 2 hasta 8 átomos de carbono por molécula. Ejemplos típicos incluyen etileno, propileno, buteno, penteno, hexeno y octeno. Otros ejemplos incluyen monómeros aromáticos vinílicos, como estireno y estireno sustituido con alquilo, monómeros distribuidos geminalmente tales como isobutileno y olefinas cíclicas, tales como norborneno y vinil norborneno. Diluyentes típicos empleados en tales polimerizaciones de olefinas incluyen hidrocarburos alifáticos saturados que tienen de 3 a 8, con preferencia de 3 a 4 átomos por molécula, tal como propano, isobutano, propileno, n-butano, n-pentano, isopentano, n-hexano e iso-octano. De estos diluyentes, se prefieren los de 3 a 4 átomos de carbono por molécula y el más preferido es isobutano.

La velocidad de descarga del efluente de polimerización es tal que posibilita una corriente de proceso continua procedente del reactor de bucle en suspensión desde el punto de descarga del efluente de polimerización licuado a través de una válvula de descarga de un único punto y también a través del primer recipiente de destilación súbita y los sistemas de recuperación de vapor y de recuperación de sólidos asociados. La velocidad de descarga del efluente de polimerización es tal que puede mantener una presión constante en el reactor de suspensión y eliminar los pulsos de alta presión intermitentes asociados con una descarga de una porción del contenido del reactor que se produce con las ramas de sedimentación en los reactores en suspensión.

La temperatura a la cual el efluente de polimerización que se descarga del reactor se calienta durante el tránsito hasta el primer recipiente de destilación súbita para la vaporización está por debajo de la temperatura de fusión del polímero. Esto se puede llevar a cabo por un calentamiento apropiado de este primer conducto de transferencia. La cantidad de calor a aportar al efluente de polimerización durante su tránsito a través de este primer conducto hasta el primer recipiente de destilación súbita será con preferencia al menos igual a la cantidad de calor que es igual al calor de vaporización de dicha cantidad de diluyente inerte que se va a vaporizar por destilación súbita en el primer recipiente de destilación súbita. Entonces, esto permitirá que los sólidos poliméricos concentrados formados en el primer recipiente de destilación súbita que van a pasar al segundo recipiente de destilación súbita pasen al mismo a una temperatura de sólidos mayor y así facilita la eliminación de diluyente residual en los poros de tales sólidos poliméricos mediante la operación del segundo recipiente de destilación súbita. Dicha cantidad de calor transferida al efluente de polimerización durante su tránsito a través del primer conducto de transferencia hasta el primer recipiente de destilación súbita puede incluso ser mayor, con tal que la cantidad de calor así transferida no cause el calentamiento

ES 2 275 755 T3

de los sólidos poliméricos de la misma hasta una temperatura tal a la que éstos tenderían a fundirse o aglomerarse entre sí.

5 Los sólidos poliméricos concentrados/suspensión se descargan del primer recipiente de destilación súbita a una cámara estanca de salida del primer recipiente de destilación súbita de una longitud (l) y diámetro (d) tales que proporcione un volumen suficiente para mantener un volumen de sólidos poliméricos concentrados/suspensión suficiente para mantener un cierre estanco a presión en la cámara estanca de salida. Los sólidos poliméricos concentrados/suspensión se descargan de la cámara de salida a través de un reductor de la cámara estanca de salida hasta un segundo conducto de transferencia que comunica los sólidos poliméricos concentrados/suspensión como un flujo pistón a un
10 segundo recipiente de destilación súbita. El reductor de la cámara estanca de salida se define como lados sustancialmente rectos inclinados en un ángulo con el de la horizontal igual a o mayor que el ángulo de deslizamiento de los sólidos poliméricos concentrados/suspensión.

15 La presión para la primera etapa de destilación súbita variará dependiendo de la naturaleza del diluyente y monómeros sin reaccionar y de la temperatura del efluente de polimerización. De forma típica, se pueden emplear presiones manométricas en el intervalo de $9,6$ a $21,7 \times 10^5$ Pa; más preferiblemente de $13,8$ a $18,6 \times 10^5$ Pa; y, lo más preferible de $15,5$ a $17,2 \times 10^5$ Pa.

20 El fluido de intercambio de calor usado para condensar el vapor de la primera etapa de destilación súbita está a una temperatura en el intervalo de $18,3$ - $65,5^\circ\text{C}$. Una realización preferida usa un fluido de intercambio de calor a una temperatura de $23,9$ - 60°C . Una realización más preferida usa un fluido de intercambio de calor a una temperatura de $29,4$ - $48,9^\circ\text{C}$.

25 Otra visión de la presente invención se proporcionará haciendo referencia a la Figura 1 que ilustra un sistema que comprende una realización de la invención.

En la realización ilustrada en la Figura 1, la polimerización se lleva a cabo en un reactor de bucle 1. Se sobreentiende que aunque el reactor de bucle 1 se ilustra con cuatro ramas verticales, el reactor de bucle 1 puede estar equipado con más ramas, de forma deseable ocho o más ramas, deseablemente de 8 a 20, más deseable de 8 a 16, lo más deseable
30 con 12 ramas. La suspensión de polimerización se hace circular en la dirección a través del reactor de bucle 1 que se ilustra por las flechas A-D por una o más bombas, tales como bombas 2A y 2B de flujo axial. De forma deseable, el reactor de bucle 1 está equipado con varias bombas en las que cada bomba está dedicada a un número par de ramas, tal como, por ejemplo cuatro ramas, seis ramas y ocho ramas. El diluyente, comonomero y monómero se introducen en el reactor de bucle 1 desde el recipiente 40 de almacenamiento de diluyente, el recipiente 41 de almacenamiento de comonomero y la fuente 42 de monómero a través de sus respectivos lechos de tratamiento 37, 38 y 39, a través de los conductos, 5, 4 y 3, respectivamente, conectados al conducto 6. El catalizador se añade al reactor de bucle 1 a través de uno o más sistemas 7A y 7B de alimentación de catalizador. Normalmente, el catalizador se introduce en un diluyente hidrocarbonado.
35

40 La suspensión de polimerización se puede extraer del reactor de bucle por descarga continua a través de un conducto 8A de descarga. Se sobreentiende que el reactor de bucle 1 puede estar equipado con uno o más conductos 8A de descarga. También se sobreentiende que el(los) conducto(s) 8A de descarga pueden operarse de un modo continuo o discontinuo, pero deseablemente en un modo continuo. El conducto 8A de descarga se extiende una distancia a través de una porción de la pared del reactor de bucle 1 y en la suspensión de polimerización circulante. Extendiéndose una distancia en la suspensión de polimerización, el conducto 8A de descarga puede extraer el efluente de polimerización de la suspensión de polimerización circulante sobre un área definida desde cerca o adyacente a la pared interna del reactor de bucle 1 hasta una distancia que se extiende en el interior de la suspensión de polimerización circulante. De este modo, se puede formar en el conducto 8A un mayor porcentaje en peso de sólidos poliméricos y finalmente extraerse del reactor de bucle 1 que el porcentaje en peso de sólidos poliméricos en cualquier otra suspensión de polimerización circulante. Un sistema de control de presión (no mostrado en la Figura 1) opera de acuerdo con el conducto 8A de descarga. El conducto 8A de descarga y el sistema 410 de control de presión se ilustran más claramente en las Figuras 3 y 4 y se describirán con más detalle más adelante.
45
50

55 El efluente de polimerización pasa desde el conducto 8A de descarga hasta la válvula 8B de descarga hasta un conducto 9 que está provisto con un calentador 10 en línea y al primer recipiente de destilación súbita 11 que separa el medio líquido vaporizado de suspensión polimérica/sólidos. El conducto 9 tiene un medio de intercambio de calor indirecto tal como un calentador 10 en línea de destilación súbita.

60 El medio líquido vaporizado que comprende diluyente y monómeros sin reaccionar sale del primer recipiente de destilación súbita 11 a través del conducto 12 de transferencia a través del cual éste pasa a un separador tal como un separador ciclónico, ilustrado por el número de referencia 13 que separa los sólidos poliméricos atrapados del vapor. Los sólidos poliméricos separados por el separador ciclónico 13 se hacen pasar a través del conducto 14 a través de un conjunto 14A de doble válvula diseñado para mantener un cierre estanco a la presión por debajo del separador ciclónico 13 hasta un segundo recipiente de destilación súbita 15 de menor presión.
65

El conjunto 14A de doble válvula incluye válvulas 14B y 14C. El conjunto 14A de válvula en combinación con el conducto 14 opera para descargar periódicamente sólidos poliméricos que se han recogido en el conducto 14 del separador ciclónico 13. El conjunto 14A de válvula también mantiene la diferencia de presión entre el entorno de

ES 2 275 755 T3

mayor presión en el separador ciclónico 13 y el entorno de menor presión en el segundo recipiente de destilación súbita 15. En la operación del conjunto 14A de válvula, las válvulas 14B y 14C se abren y cierran secuencialmente. Al comenzar esta secuencia, la válvula 14B se abre y la válvula 14C se cierra dejando que se recojan sólidos poliméricos del separador ciclónico 13 en el conducto 14. Pasado el tiempo y/o la recogida de suficientes sólidos poliméricos en el conducto 14, se cierra la válvula 14B capturando una porción del entorno de alta presión del separador ciclónico 13 en el conducto 14. Después de que la válvula 14B se cierra, la válvula 14C se abre y los sólidos poliméricos recogidos en el conducto 14 se descargan forzosamente al recipiente de destilación súbita 15 por la presión diferencial entre el entorno de mayor presión en el conducto 14 y el entorno de menor presión en el recipiente de destilación súbita 15. Después de descargar los sólidos poliméricos del conducto 14 al recipiente de destilación súbita 15, se cierra la válvula 14C. Una vez cerrada la válvula 14C, se abre la válvula 14B, momento en el que se recogen de nuevo sólidos poliméricos en el conducto 14 del separador ciclónico 13. La secuencia anterior se repite a continuación.

Haciendo referencia de nuevo al primer recipiente de destilación súbita 11, los sólidos poliméricos concentrados/suspensión en el fondo del primer recipiente de destilación súbita 11 sedimentan continuamente desplazándose a lo largo de la superficie inferior recta 16 del mismo hacia la cámara estanca 17 que se ilustra ampliada en la Figura 2. En la cámara estanca 17 se mantiene un nivel 43 de sólidos poliméricos/suspensión para eliminar tendencias a obstruirse en el primer recipiente de destilación súbita 11 y formar un cierre estando a la presión de modo que el primer recipiente de destilación súbita 11 puede operar a una presión sustancialmente mayor que el segundo recipiente de destilación súbita 15. Continuamente se descargan sólidos poliméricos/suspensión de la cámara estanca 17 al segundo recipiente de destilación súbita 15 de menor presión. La longitud (l), diámetro (d) y volumen de la cámara estanca 17 y la geometría del reductor 18 de salida de la cámara estanca se eligen para que proporcione un tiempo de residencia variable y proporcione un flujo pistón continuo de sólidos poliméricos concentrados/suspensión para minimizar el espacio “muerto” y reducir las tendencias a obstrucciones. La cámara estanca 17 deberá ser suficiente para permitir la medida y control del nivel (sólidos poliméricos) de partículas.

La medida y control del nivel de partículas se puede llevar a cabo por un sistema indicador 18D del nivel nuclear. El sistema indicador 18D del nivel nuclear incluye una fuente de radiación nuclear (no mostrada) y un receptor o elemento de nivel 18A en comunicación de señal con un controlador indicador 18B de nivel. En operación, el elemento 18A de nivel genera una señal proporcional al nivel de partículas en la cámara estanca 17. Esta señal se convierte en el controlador indicador 18B de nivel. Como respuesta a esta señal y un valor preseleccionado, el controlador indicador 18B de nivel envía una señal a través de un conducto (ilustrado por la línea discontinua 18C) a una válvula de control 18E que controla selectivamente la descarga de sólidos poliméricos al conducto 19.

Tiempos de residencia típicos de sólidos poliméricos concentrados/suspensión en la cámara estanca 17 varían de 5 segundos a 10 minutos, los tiempos de residencia preferibles varían de 10 segundos a 2 minutos y los tiempos de residencia más preferibles de 15 a 45 segundos. El flujo pistón continuo de sólidos poliméricos concentrados/suspensión forma un cierre estanco a presión en el que los sólidos poliméricos concentrados/suspensión tienen una relación l/d en el interior de la cámara estanca 17 que es típicamente 1,5 a 8, preferiblemente l/d es 2 a 6 y, lo más preferible, 2,2 a 3. De forma típica, las caras del reductor 18 de salida de la cámara estanca están inclinadas, con respecto a la horizontal 60 - 85 grados, preferiblemente 65 - 80 grados y, lo más preferible 68 - 75 grados. La geometría del reductor 18 de salida de la cámara estanca se define por lados sustancialmente rectos inclinados a un ángulo respecto a la horizontal igual o mayor que el ángulo de deslizamiento de la suspensión/sólidos poliméricos concentrados y comunica los sólidos polimérico concentrado/suspensión con un segundo conducto 19 de transferencia que comunica con una entrada de alimentación del recipiente de destilación súbita 15. En el recipiente de destilación súbita 15, prácticamente todo el diluyente inerte restante y monómero sin reaccionar en el efluente de polimerización concentrado se vaporiza y destila en cabeza a través del conducto 20 a un segundo separador ciclónico 21.

Una realización de acuerdo con la presente invención utiliza varios calentadores: al menos un calentador antes de cada etapa de destilación súbita. En una realización preferida que se ilustra esquemáticamente en la Figura 5, se utilizan dos recipientes de destilación súbita 11 y 15, cada uno con un calentador en línea asociado con el mismo. De acuerdo con una realización preferida, el efluente de polimerización del reactor de bucle, que comprende sólidos poliméricos y medio líquido, se calienta, preferiblemente, en el primer conducto 9 de transferencia, con un primer calentador 10 en línea antes de la primera etapa de destilación súbita, ilustrada en la Figura 5 como recipiente de destilación súbita 11. En la primera etapa de destilación súbita se forman un primer vapor de destilación súbita y una primera suspensión de destilación súbita y al menos una porción del primer vapor de destilación súbita de la primera etapa de destilación súbita se condensa seguidamente sin compresión. Tal como se usa en la presente memoria, “suspensión de destilación súbita” se refiere a sólidos poliméricos que contienen medio líquido atrapado (retenido) y vapor de destilación súbita atrapado (si hay) y/o tales sólidos poliméricos suspendidos en medio líquido “fluido”. La primera suspensión de destilación súbita de la primera etapa de destilación súbita 11 se descarga a un segundo conducto 19 de transferencia y se calienta, preferiblemente en el segundo conducto de transferencia, con un segundo calentador 19A en línea antes de la segunda etapa de destilación súbita 15. En la segunda etapa de destilación súbita 15 se forman un segundo vapor de destilación súbita y segundos sólidos poliméricos de destilación súbita y, preferiblemente, al menos una porción del segundo vapor de destilación súbita del segundo recipiente de destilación súbita se condensa.

El reactor de bucle opera a 65,5-121,1°C, preferiblemente 79,4-110°C, y más preferiblemente 93,3-110°C. La presión del reactor varía preferiblemente de 27,6-45,5 x 10⁵ Pa manométricos, preferiblemente 34,5-41,3 x 10⁵ Pa manométricos, y más preferiblemente 38,9 x 10⁵ Pa manométricos. Aunque estos intervalos se dan como una lista de valores preferidos superiores y valores preferidos inferiores, se sobreentiende que describe específicamente todos

ES 2 275 755 T3

los intervalos formados a partir de cualquier pareja de un valor preferido superior y un valor preferido inferior, independientemente de si los intervalos se describen por separado. Por ejemplo, el reactor de bucle puede operar a 65,5-110°C.

5 La descarga del reactor de bucle en el primer conducto 9 de transferencia es preferiblemente continua. Aunque se puede usar cualquier calentador, se prefiere que los calentadores sean cambiadores de calor en línea. El primer calentador calienta preferiblemente el efluente hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión de los sólidos poliméricos y preferiblemente al menos una porción del medio líquido del efluente se vaporiza en la primera etapa de destilación súbita. Después de que se vaporiza la cantidad de medio líquido en la primera etapa de destilación súbita, cierta cantidad del medio líquido y cierta cantidad de vapor quedarán atrapados en los sólidos poliméricos. Por ejemplo, se estima que 2 a 4% del medio líquido queda atrapado en los sólidos poliméricos.

15 El uso de dos calentadores en línea, antes de cada uno de los recipientes de destilación súbita, tiene beneficios de operación, como será fácilmente evidente para un experto en la técnica que tenga el beneficio de la presente descripción. Estos beneficios incluyen, aunque sin quedar limitados a los mismos 1) reducción sustancial de las obstrucciones del equipo, 2) mejora en el secado del producto polimérico, y 3) mejora en la recuperación de diluyente.

20 En el sistema de dos calentadores preferido, la presión para la primera etapa de destilación súbita varía dependiendo de la naturaleza del medio líquido y de los monómeros sin reaccionar y la temperatura del efluente de polimerización. Se pueden usar presiones en el intervalo de $9,6-21,7 \times 10^5$ Pa manométricos, con preferencia de $11-18,6 \times 10^5$ Pa manométricos, más preferiblemente $11,7-13,8 \times 10^5$ Pa manométricos. Debido al uso de un segundo calentador antes de la segunda etapa de destilación súbita 15 en la realización preferida para volatilizar el medio líquido atrapado de los sólidos poliméricos, la segunda etapa de destilación súbita puede operar a una mayor presión que la presión de operación de la segunda etapa de destilación súbita en un sistema de un calentador. Por ejemplo, la segunda etapa de destilación súbita puede operar a una presión de $1,0-6,89 \times 10^5$ Pa manométricos.

30 El aporte de calor al primer calentador 10 en línea se ajusta de acuerdo con al menos un parámetro de proceso, con preferencia la presión del recipiente de destilación súbita. Este parámetro de proceso se puede seleccionar para conseguir cualquiera o todos los beneficios adicionales que esta realización conlleva pero preferiblemente para reducir sustancialmente la obstrucción del equipo. El aporte térmico al primer calentador 10 en línea es una cantidad suficiente para vaporizar la cantidad deseada de medio líquido. Con preferencia, el aporte térmico al primer calentador en línea es una cantidad suficiente para vaporizar sustancialmente todo el líquido que “fluye” dejando así solo líquido atrapado y vapor, si hay, en los sólidos poliméricos. Si el efluente se recalienta en esta etapa, la obstrucción del equipo se producirá en la primera etapa de destilación súbita.

35 Haciendo referencia ahora al separador ciclónico 13, la porción mayoritaria de medio líquido en el efluente de polimerización puede llevarse al separador ciclónico 13 en forma de vapor. Después de haber eliminado una porción del catalizador atrapado y sólidos poliméricos, el vapor se hace pasar a través del conducto 22 a través de un sistema 23A cambiador de calor en el que el vapor a una presión de $9,6-21,7 \times 10^5$ Pa manométricos se condensa por intercambio indirecto de calor con un fluido intercambiador de calor tal como para eliminar la necesidad de compresión. La porción del catalizador atrapado y sólidos poliméricos no eliminados por el separador ciclónico 13 son por lo general de menor tamaño y pueden denominarse “finos”, “finos poliméricos” y/o “finos de catalizador”. Estos finos incluyen generalmente catalizador sin reaccionar y/o que ha reaccionado insuficientemente.

45 El sistema cambiador de calor 23A incluye in cambiador de calor 23E y una bomba 23B de circulación de agua templada conectada al cambiador de calor 23E por el conducto 23C. Hay conectada una válvula de control 23D de temperatura del agua templada al cambiador de calor 23E y la bomba 23B de circulación de agua por los conductos 23F y 23G, respectivamente. El agua de refrigeración proveniente de una fuente de agua de refrigeración (no mostrada) es transportada a través del conducto 23H de agua de refrigeración al conducto 23H en el conducto 23G entre la válvula de control 23D y la bomba 23B de circulación. Hay conectado un controlador indicador de temperatura (TIC) 23J entre la válvula de control 23D y el conducto 23C. Entre el controlador 23J y el conducto 23C reside un elemento medidor 23K de temperatura.

55 El sistema 23A cambiador de calor opera para controlar la cantidad de vapor condensado en el cambiador de calor 23E. Esto se lleva a cabo controlando el flujo de agua de refrigeración introducida en el conducto 23G desde el conducto 23H aspirando el agua calentada formada en el cambiador de calor 23E. El agua calentada del cambiador de calor 23E es transportada a la válvula de control 23D a través del conducto 23F. El agua calentada sale de la válvula de control 23D a través del conducto 23I.

60 Más específicamente, el agua de refrigeración del conducto 23H que entra en el conducto 23G se mezcla con agua templada circulante en el conducto 23G, su mezcla entra en la bomba 23B. El agua que sale de la bomba 23B entra en el conducto 23C, una porción del cual entra en contacto con el elemento medidor de temperatura 23K, en camino hacia el cambiador de calor 23E. El elemento medidor de temperatura 23K genera una señal proporcional a la temperatura en el conducto 23C. La señal es transportada hasta el controlador indicador de temperatura 23J. Como respuesta a esta señal y un valor de temperatura de consigna, el controlador indicador de temperatura 23J envía una señal a través del conducto de señal (ilustrado por la línea discontinua 23L) hasta la válvula de control 23D que controla selectivamente el volumen de agua calentada que sale del sistema cambiador de calor 24A a través del conducto 23I.

ES 2 275 755 T3

El medio líquido condensado formado en el cambiador de calor 23E incluye diluyente, catalizador sin reaccionar/que ha reaccionado insuficientemente, sólidos poliméricos y monómeros sin reaccionar. Este medio líquido condensado se hace pasar entonces a un acumulador 23B a través del conducto 22A.

5 Es deseable controlar la cantidad de vapor condensado en el cambiador de calor 23E y mantener una presión de vapor suficiente en el acumulador 23B. De este modo, una válvula 24A de control de presión puede mantener una presión de retorno suficiente en el acumulador 24B. Manteniendo una presión de retorno suficiente en el acumulador 24B, se mantiene una presión de operación apropiada en el primer recipiente de destilación súbita 11. La válvula 24A de control de presión es accionada por un controlador indicador de presión 24C que actúa de acuerdo con el elemento
10 medidor de presión 24D. El elemento medidor de presión 24D está en comunicación de detección con el acumulador 24B. El elemento medidor de presión 24D genera una señal proporcional a la presión en el acumulador 24B. Como respuesta a esta señal y a un valor de presión de consigna, el controlador indicador de presión 24C envía una señal a través de un conducto de señal (ilustrado por la línea discontinua 24E) a la válvula de control 24A que controla selectivamente la presión de retorno en el acumulador 24B.

15 Se ha dispuesto una bomba 25 para transportar el medio líquido condensado procedente del acumulador 24B de vuelta a la zona de polimerización por un conducto 26. De este modo, el catalizador sin reaccionar/que ha reaccionado insuficientemente y los sólidos poliméricos no eliminados por el separador ciclónico 13 se devuelven al reactor de bucle 1 para posterior polimerización.

20 Los sólidos poliméricos en el segundo recipiente de destilación súbita 15 de menor presión se hacen pasar a través de un conducto 27 a un secador 28 convencional. El vapor que sale del separador ciclónico 21 secundario, después de filtración en una unidad de filtro 29, se hace pasar por un conducto 30 hasta un compresor 31 y los vapores comprimidos se hacen pasar a través de un conducto 32 a un condensador 33 en el que el vapor se condensa y el condensado se hace
25 pasar a través del conducto 34 a un recipiente de almacenamiento 35. El medio líquido condensado en el recipiente de almacenamiento 35 se ventea típicamente en cabeza para eliminar los contaminantes ligeros de la columna. El diluyente inerte se puede devolver al proceso a través del lecho 37 de tratamiento para eliminar los venenos del catalizador o destilarse en la unidad 36 para una eliminación más completa de los componentes ligeros de la columna y luego devolverse al proceso a través del lecho de tratamiento.

30 Volviendo ahora a la Figura 3, se ilustra una parte de una pared 310 del reactor de bucle 1 a través de la cual se prolonga el conducto 8A de descarga. El conducto 8A de descarga puede prolongarse en el reactor en varios ángulos. Es deseable que el conducto 8A de descarga se prolongue en el reactor de bucle sustancialmente con un ángulo recto con respecto a la pared 310.

35 La pared 310 incluye una superficie interna 312 y una superficie externa 214. La superficie interna 312 soporta la suspensión de polimerización circulante ilustrada por las flechas 318 direccionales. El conducto de descarga 8A tiene un remate superior 316A y un lado continuo 316B. Las porciones del lado 316B definen una abertura 320. La abertura 320 tiene unas dimensiones de abertura verticales v1 y v2 definidas por las paredes 320A y 320B del
40 lado 316B. Deseablemente, la dimensión v1 es mayor que la dimensión v2. La abertura 320 tiene dimensiones de abertura horizontales h1 y h2 (no mostradas). La abertura 320 puede formarse con cualquier forma adecuada, tal como rectangular, ovalada o una combinación de las mismas. En una realización, la abertura 320 puede ser de forma cónica o cóncava.

45 La abertura 320 comunica con un canal 322 definido por las superficies interiores del remate superior 316A y el lado 316B. El canal 322 transporta suspensión de polimerización capturada, ilustrada por la flecha de dirección 324 a la válvula 8B de descarga (no mostrada).

50 La abertura 320 está dimensionada y situada con respecto a la dirección del movimiento de la suspensión 318 de polimerización circulante. Es deseable que la abertura 320 esté en una posición sustancialmente enfrentada a la dirección de la suspensión 318 de polimerización circulante. Más deseable es que la abertura 320 haga cara a la dirección de la suspensión 318 circulante. De este modo, se elimina una porción de la suspensión 324 de polimerización que contiene sólidos poliméricos de la suspensión 318 de polimerización circulante sobre un área cercana o adyacente a la pared interna 312 del reactor de bucle 1 hasta una distancia que se extiende a la suspensión 318 de polimerización
55 circulante. De este modo, se puede formar un mayor porcentaje en peso de sólidos poliméricos en el conducto 8A que el porcentaje en peso de sólidos poliméricos en cualquier otra suspensión de polimerización circulante.

Este incremento del porcentaje en peso de sólidos poliméricos depende de la posición del conducto 8A de descarga a lo largo del reactor de bucle 1, la profundidad de inserción del conducto 8A de descarga en el reactor de bucle, el
60 tamaño y configuración de la abertura 320, la orientación de la abertura 320 respecto a la dirección de la suspensión de polimerización circulante y el porcentaje en peso de sólidos poliméricos en la suspensión 318 de polimerización circulante. Por ejemplo, se observa un incremento calculado de 1 a 5 por ciento en peso con un conducto 8A de descarga que tiene una dimensión v1 de aproximadamente 127 mm y una dimensión h1 de aproximadamente 25,4 mm. El conducto 8A de descarga estaba situado 3 mm corriente abajo de un codo de 90° en el reactor de bucle 1
65 en una porción de la pared 314 del reactor de bucle adyacente al suelo. El conducto 8A de descarga se prolonga aproximadamente 140 mm en la corriente de suspensión de polimerización circulante. La velocidad de la suspensión de polimerización circulante estaba en el intervalo de 8,5-10,4 m/s con un porcentaje en peso de sólidos poliméricos en el intervalo de 48 a 53.

ES 2 275 755 T3

Volviendo ahora a la Figura 4, se ilustra el sistema 410 de control de presión. El sistema 410 de control de presión opera para mantener la presión sustancialmente uniforme en el reactor de bucle 1 controlando la descarga de efluente de polimerización del reactor de bucle 1 a través del conducto 8A de descarga. El sistema 410 de control también opera para prevenir el taponamiento del reactor de bucle 1 y/o cuando el flujo de efluente de polimerización del conducto 8A de descarga al conducto 9 se interrumpe y/o detiene.

El sistema 410 de control de presión incluye una primera fuente 412 de diluyente inerte, tal como isobutano, y un conducto 414 de diluyente inerte en comunicación con un conducto 416 del reactor de bucle. El flujo de diluyente inerte a través del conducto 414 de diluyente inerte al conducto 416 del reactor de bucle está controlado por la válvula de control 418 de acuerdo con un elemento medidor 420 de flujo y un controlador indicador 422 de flujo. El objeto de la dosificación del flujo de diluyente inerte desde la fuente 412 del primer diluyente inerte al reactor de bucle 1 es prevenir la obstrucción del conducto 416 por sólidos poliméricos. De este modo, un elemento medidor 441 de presión del reactor de bucle (descrito más adelante), en comunicación con el conducto 416 del reactor de bucle, puede controlar de forma más precisa la presión en el reactor de bucle 1.

El sistema 410 de control de presión incluye además una segunda fuente 424 de diluyente inerte y una tercera fuente 426 de diluyente inerte. El diluyente inerte, tal como isobutano, de la segunda fuente 424 de diluyente inerte fluye al conducto 428 hacia una válvula de control 430 que está en comunicación de paso de fluido con un conducto 432. La válvula de control 430, de acuerdo con un elemento medidor 431 de flujo y un controlador indicador 433 de flujo, regula el flujo de diluyente inerte de la segunda fuente 424 de diluyente inerte al conducto 432. El conducto 432 está en comunicación de paso de fluido con un conducto 434 y un conducto 8A de descarga, que finaliza en el conducto 8A de descarga en un punto entre el reactor de bucle 1 y la válvula 8B de descarga. El objeto de regular el flujo de diluyente inerte de la segunda fuente 424 de diluyente inerte al circuito 432 es prevenir obstrucciones del conducto 432 por sólidos poliméricos que de otro modo podrían volver al conducto 432 desde el conducto 8A de descarga. Además, el flujo de diluyente inerte de la segunda fuente 424 de diluyente inerte también previene la obstrucción del conducto 434 y la válvula de control 440 por sólidos poliméricos que podrían volver a fluir al conducto 432 desde el conducto 8A de descarga.

El diluyente inerte de la tercera fuente 426 de diluyente inerte fluye al conducto 438 hacia una válvula de control 440 que está en comunicación de fluido con el conducto 434. Como se explicará con más detalle más adelante, en el caso de una fluctuación de presión suficiente en el reactor de bucle 1, la válvula de control 440 es accionada para iniciar un flujo suficiente bajo una presión suficiente de diluyente inerte desde la tercera fuente 426 de diluyente inerte para purgar y/o descargar sólidos poliméricos del conducto 8A de descarga al reactor de bucle 1. En este caso, por lo general el flujo de diluyente inerte procedente de la tercera fuente 426 de diluyente inerte al conducto 432 será mayor que el flujo de diluyente inerte de la segunda fuente 424 de diluyente inerte al conducto 432. Por ejemplo, el flujo de diluyente inerte de la segunda fuente 424 de diluyente inerte al conducto 8A de descarga puede variar en un intervalo de 1,89 a menos de 7,57 litros/min. El flujo de diluyente inerte de la tercera fuente 426 de diluyente inerte al conducto 8A de descarga puede variar en el intervalo de 7,57 a 75,7 litros/minuto.

El elemento medidor 441 de presión del reactor de bucle y un controlador indicador 442 de presión llevan a cabo varias funciones. Como se ha citado antes, el elemento medidor 441 de presión controla la presión del reactor de bucle 1 a través del conducto 416. Como respuesta a esta presión, el elemento medidor 441 de presión del reactor de bucle genera una señal proporcional a la presión en el conducto 416. Esta señal es enviada al controlador indicador 442 de presión. Como respuesta a esta señal y a un valor de presión de consigna, el controlador indicador 442 de presión envía una señal a través de un conducto de señal (ilustrado por la línea discontinua 444) a la válvula 8B de descarga y a la válvula de control 440.

Durante las operaciones normales del reactor de bucle, la válvula 8B de descarga está situada para permitir el flujo de efluente de polimerización del conducto 8A de descarga al conducto 9. Al mismo tiempo, la válvula de control 440 está cerrada previniendo el flujo de diluyente inerte desde la tercera fuente 426 de diluyente inerte al conducto de descarga. Cuando se producen fluctuaciones de presión suficientes y/o cuando se detecta una despresurización parcial del reactor de bucle por el elemento medidor 441 de presión del reactor de bucle, la señal generada por el controlador indicador 442 de presión causa que la válvula 8B de descarga se cierre y que se abra la válvula 440 de control. Cerrando la válvula 8B de descarga, interrumpiendo así la descarga del reactor de bucle 1, se puede restablecer la presión en el reactor de bucle 1. Accionando la válvula 440 de control y permitiendo el flujo de volúmenes suficientes de diluyente inerte desde la tercera fuente 426 de diluyente inerte al conducto 8A de descarga a una presión suficiente, los sólidos poliméricos que quedan en el conducto 8A de descarga entre la válvula 8B de descarga y el reactor de bucle 1 se pueden expulsar y/o purgar del conducto 8A de descarga y al reactor de bucle 1. Además, manteniendo un flujo suficiente de diluyente inerte, continuo o de otro modo, a y/o a través del conducto 8A de descarga mientras que la válvula 8B de descarga está cerrada, se evita que los sólidos poliméricos en el reactor de bucle entren y/o sean recogidos sustancialmente en el conducto 8A de descarga y/u obstruyan el conducto 8A de descarga. Una vez se vuelve a las operaciones normales, la válvula 440 de control se cierra finalizando el flujo de diluyente inerte desde la tercera fuente 426 de diluyente inerte y la válvula 8B de descarga se abre para reanudar el flujo de efluente de polimerización a través del conducto 8A de descarga al conducto 9.

ES 2 275 755 T3

Discusión

A la vista de la descripción anterior se pueden realizar varias observaciones relativas al aparato y procedimiento.

5 Se ha observado que aumentando la carga y capacidad de flujo de la bomba(s) de circulación del reactor de bucle, se pueden hacer circular mayores porcentajes en peso de sólidos en el reactor. También se ha observado que conseguir la carga y el flujo necesarios de una bomba es cada vez más difícil a medida que el porcentaje en sólidos aumenta por encima del 45 por ciento en peso y/o aumenta la longitud del reactor. Por tanto, el uso de dos bombas en serie permite doblar la capacidad de la carga de bombeo y un incremento en el porcentaje en sólidos resultante. El aumento del porcentaje en peso de sólidos en el reactor de bucle aumenta el tiempo de residencia del catalizador, que para catalizadores de óxido de cromo y de Ziegler-Natta, aumenta la productividad del catalizador. Se puede elegir aprovechar el mayor porcentaje en sólidos y el tiempo de residencia manteniendo la velocidad de producción constante a una velocidad de alimentación de catalizador reducida y mejorar el rendimiento del catalizador. Otra alternativa es mantener constante la velocidad de alimentación del catalizador y aumentar la capacidad de producción del reactor y por tanto aumentar el STY a una productividad de catalizador casi constante. Un mayor nivel de sólidos también aumenta el porcentaje en peso de sólidos extraídos del reactor, lo que reduce los costes de procesado de isobutano en el equipo de reciclado. Es deseable extraer sólidos continuamente. La descarga continua puede producirse a través de una única tubería de descarga en un solo punto.

20 En un reactor de bucle, no siempre es posible situar la línea de descarga continua en una posición óptima para aprovechar la fuerza centrífuga y aumentar el porcentaje en peso de sólidos y, por tanto, reducir la cantidad de isobutano atrapado en los sólidos poliméricos. Se ha observado que una tubería diseñada específicamente, como se ilustra en la Figura 3 insertada en el reactor de bucle puede aumentar el porcentaje en peso de sólidos extraídos del reactor. Esta tubería intercalada funcionará en cualquier sección del reactor de bucle y en una sección recta aumentará el porcentaje en peso de sólidos para que sea igual al de una posición que aproveche la fuerza centrífuga para concentrar sólidos.

Con el desarrollo de la capacidad de circulación de un mayor porcentaje en peso de sólidos en el reactor de bucle y dos etapas de destilación súbita, se reduce la necesidad de concentrar sólidos en la descarga del reactor comparado con operaciones convencionales de reactores de bucle que tienen menor circulación de sólidos, una única etapa de destilación súbita, tubería de descarga continua y descarga continua o de otro tipo. Por tanto, las ramas de sedimentación de un reactor de bucle convencional, que se diseñan para maximizar la concentración de sólidos poliméricos antes de la descarga, se pueden reemplazar por una tubería de descarga continua, que simplifica el sistema mecánicamente, reduce el capital inmovilizado, mejora la seguridad, reduce el mantenimiento y mejora el control del reactor. Las ramas de sedimentación requieren un mantenimiento de rutina debido a su tendencia a obstruirse y pueden formar material que obstruya el equipo de manipulación del polímero corriente abajo. La concentración máxima de etileno en el reactor de bucle está limitada por las ramas de sedimentación debido a la tendencia del polímero a acumularse en las ramas a elevadas concentraciones de etileno entre descargas y por tanto a obstruir la rama. La descarga continua elimina esta tendencia. Otra ventaja de la descarga continua es la mejor respuesta a una brusca caída de presión en el reactor, que puede producirse si se reduce el flujo de etileno rápidamente. En estas condiciones, las ramas de sedimentación detendrán la descarga y pueden obstruirse con el polímero en pocos minutos.

Un desarrollo que aumentará la eficiencia del sistema de destilación súbita en dos etapas es el calentador en línea de la destilación súbita continua. El calentador vaporizará hasta el 100% del diluyente descargado desde el reactor con el polímero que permitirá una mayor recuperación de diluyente por el condensador de presión intermedia. La recuperación de diluyente a través del primer recipiente de destilación súbita reducirá los servicios auxiliares y el capital inmovilizado. Los sistemas de recuperación de diluyente de una sola etapa a baja presión convencionales incluyen compresión, destilación y tratamiento que tienen un elevado coste de capital inmovilizado y de operación. El calentador en línea de la etapa de destilación súbita aumentará la temperatura del polímero en el sistema de secado corriente abajo y posibilitará menores niveles de volátiles en el producto final, lo cual reducirá los costes variables, mejora la seguridad y ayuda a cumplir las normas medioambientales.

El primer recipiente de destilación súbita proporciona una etapa de destilación súbita de presión intermedia que permite la condensación simple de diluyente y su vuelta al reactor. El calentador en línea de la etapa de destilación súbita podrá aportar calor suficiente para vaporizar hasta el 100% del diluyente en el primer recipiente de destilación súbita.

El vapor diluyente y catalizador sin reaccionar/que ha reaccionado insuficientemente/finos poliméricos sale por la cabeza de la columna desde el recipiente de destilación súbita hasta el separador ciclónico. La mayor parte del polímero sale por la parte inferior del primer recipiente de destilación súbita a través de una cámara estanca hasta el segundo recipiente de destilación súbita.

Conectada a la parte inferior del primer recipiente de destilación súbita se encuentra la cámara estanca que proporciona un área de flujo pistón con un bajo tiempo de residencia para controlar el nivel de polímero y mantener la presión en el primer recipiente de destilación súbita. La cámara estanca está diseñada para acomodar un intervalo de formas poliméricas desde suspensión concentrada hasta polímero seco.

La corriente de cabeza del primer recipiente de destilación súbita es recibida por el separador ciclónico, que separa la mayor parte de los finos poliméricos y los devuelve al grueso de flujo de polímero en el segundo recipiente de

ES 2 275 755 T3

destilación súbita a través de un sistema de dos válvulas que permite que los finos se acumulen entre las válvulas, descargando luego a través de la válvula inferior mientras se mantiene la presión en el primer sistema de destilación súbita. La corriente de cabeza del separador ciclónico contiene algo de catalizador sin reaccionar/que ha reaccionado insuficientemente y finos poliméricos. Estas partículas son llevadas con el vapor diluyente al condensador, atrapadas con el líquido diluyente después de la condensación, recogidas en el acumulador y devueltas al reactor en el diluyente. Los sistemas de condensación y acumulador están diseñados y operan para acomodar los finos.

El condensador proporciona una licuación de bajos costes variables e inmovilizados del diluyente extraído del reactor con el polímero por medio del primer recipiente de destilación súbita. Los sistemas de un único recipiente de destilación súbita evaporan súbitamente el efluente de polimerización hasta justo por encima de la presión ambiente, lo que requiere la compresión para licuar el diluyente antes de reciclarlo al reactor de bucle. Una etapa de destilación súbita intermedia proporciona la condensación con un medio de refrigeración disponible corrientemente, tal como agua de refrigeración de la planta. El sistema condensador se llena con diluyente y se diseña para que acomode un nivel de finos sin acumulación u obstrucción. El condensador se enfría por un sistema de agua templada que controla la temperatura de condensación para conseguir la presión de vapor apropiada en el acumulador permitiendo un control eficiente de la presión por la válvula de control de presión en el venteo del acumulador. El sistema de agua templada del condensador es un bucle de agua de refrigeración con recirculación, cuya temperatura está controlada regulando el agua de refrigeración según sea necesario.

El acumulador recibe el diluyente condensado y catalizador/finos poliméricos y bombea la mezcla de nuevo hasta el reactor de bucle en base al control de nivel en el acumulador. El acumulador tiene una forma en la parte inferior diseñada para acomodar los finos. Un venteo en el acumulador purga el diluyente acumulado de las corrientes de cabeza ligeras/no condensables y controla la presión en el primer sistema de destilación súbita.

El segundo recipiente de destilación súbita, que opera justo por encima de la presión ambiente, recibe polímero de la cámara estanca del primer recipiente de destilación súbita. La vaporización completa, si no se ha llevado a cabo ya en el primer recipiente de destilación súbita, se producirá en el segundo recipiente de destilación súbita. El polímero abandona la parte inferior del segundo recipiente de destilación súbita hacia el sistema de secado. El calentador en línea de la etapa de destilación súbita aumentará la temperatura del polímero que permite que el sistema de secado elimine los volátiles residuales de forma más eficaz y efectiva. La corriente de cabeza del segundo recipiente de destilación súbita será vapor diluyente no recuperado en el primer sistema de destilación súbita y se filtrará y comprimirá para devolverlo al reactor de bucle.

Aunque en la presente memoria se describe un sistema con dos recipientes de destilación súbita, pueden usarse tres o más recipientes de destilación súbita para vaporizar la cantidad deseada de medio líquido y sustancialmente todo el medio líquido se vaporizará cuando el efluente alcance el último recipiente de destilación súbita.

40

45

50

55

60

65

ES 2 275 755 T3

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir polímero en un reactor de bucle en suspensión continuo que comprende:
 - 5 hacer reaccionar un monómero en un diluyente hidrocarbonado para formar una suspensión de polimerización de sólidos poliméricos en un medio líquido;
 - descargar una porción de la suspensión de polimerización como efluente que comprende una suspensión de sólidos poliméricos descargados en un medio líquido descargado, a través de una abertura de descarga a un primer conducto de transferencia;
 - 10 calentar el efluente con un primer calentador en forma de un cambiador de calor en línea hasta una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del polímero;
 - 15 destilar súbitamente el efluente en una primera etapa de destilación súbita, en la que de 75% a 100% del medio líquido en el efluente se vaporiza en un primer vapor de destilación súbita en la primera etapa de destilación súbita formando un primer vapor de destilación súbita y una primera suspensión de destilación súbita;
 - 20 condensar al menos una porción del primer vapor de destilación súbita sin compresión;
 - descargar la primera suspensión de destilación súbita de la primera etapa de destilación súbita a un segundo conducto de transferencia;
 - 25 calentar la primera suspensión de destilación súbita con un segundo calentador; y
 - destilar súbitamente la primera suspensión de destilación súbita en una segunda etapa de destilación súbita para formar un segundo vapor de destilación súbita y segundos sólidos poliméricos de destilación súbita vaporizando al menos al menos una porción del primer líquido de destilación súbita en la segunda etapa de destilación súbita.
- 30 2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además condensar al menos una porción del segundo vapor de destilación súbita de la segunda etapa de destilación súbita.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que de 95% a 100% del medio líquido en el efluente se vaporiza a primer vapor de destilación súbita en la primera etapa de destilación súbita.
- 35 4. Procedimiento según la reivindicación 2 o la reivindicación 3, en el que al menos 95% del primer medio líquido de destilación súbita se vaporiza a segundo vapor de destilación súbita en la segunda etapa de destilación súbita.
- 40 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el reactor opera a 65,5-121,1°C.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el reactor opera a 79,4-110°C.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que el reactor opera a 93,3-110°C.
- 45 8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el reactor opera a una presión manométrica de 27,6-45,5 x 10⁵ Pa.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que el reactor opera a una presión manométrica de 34,4-41,3 x 50 10⁵ Pa.
10. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la descarga al primer conducto de transferencia es continua.
- 55 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la primera etapa de destilación súbita opera a una presión manométrica de 9,6 a 21,7 x 10⁵ Pa.
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la segunda etapa de destilación súbita opera a una presión manométrica de 1,0-6,9 x 10⁵ Pa.
- 60 13. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que
 - al menos una porción del segundo vapor de destilación súbita de la segunda etapa de destilación súbita se condensa y en el que:
 - 65 - al menos 50% del primer líquido de destilación súbita se vaporiza a segundo vapor de destilación súbita en la segunda etapa de destilación súbita;

ES 2 275 755 T3

- el reactor opera a 79,4-110°C;

- el reactor opera a una presión manométrica de 34,4-41,3 x 10⁵ Pa;

5 - la primera etapa de destilación súbita opera a una presión manométrica de 9,6 a 21,7 x 10⁵ Pa; y

- la segunda etapa de destilación súbita opera a una presión manométrica de 1,0-6,9 x 10⁵ Pa.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

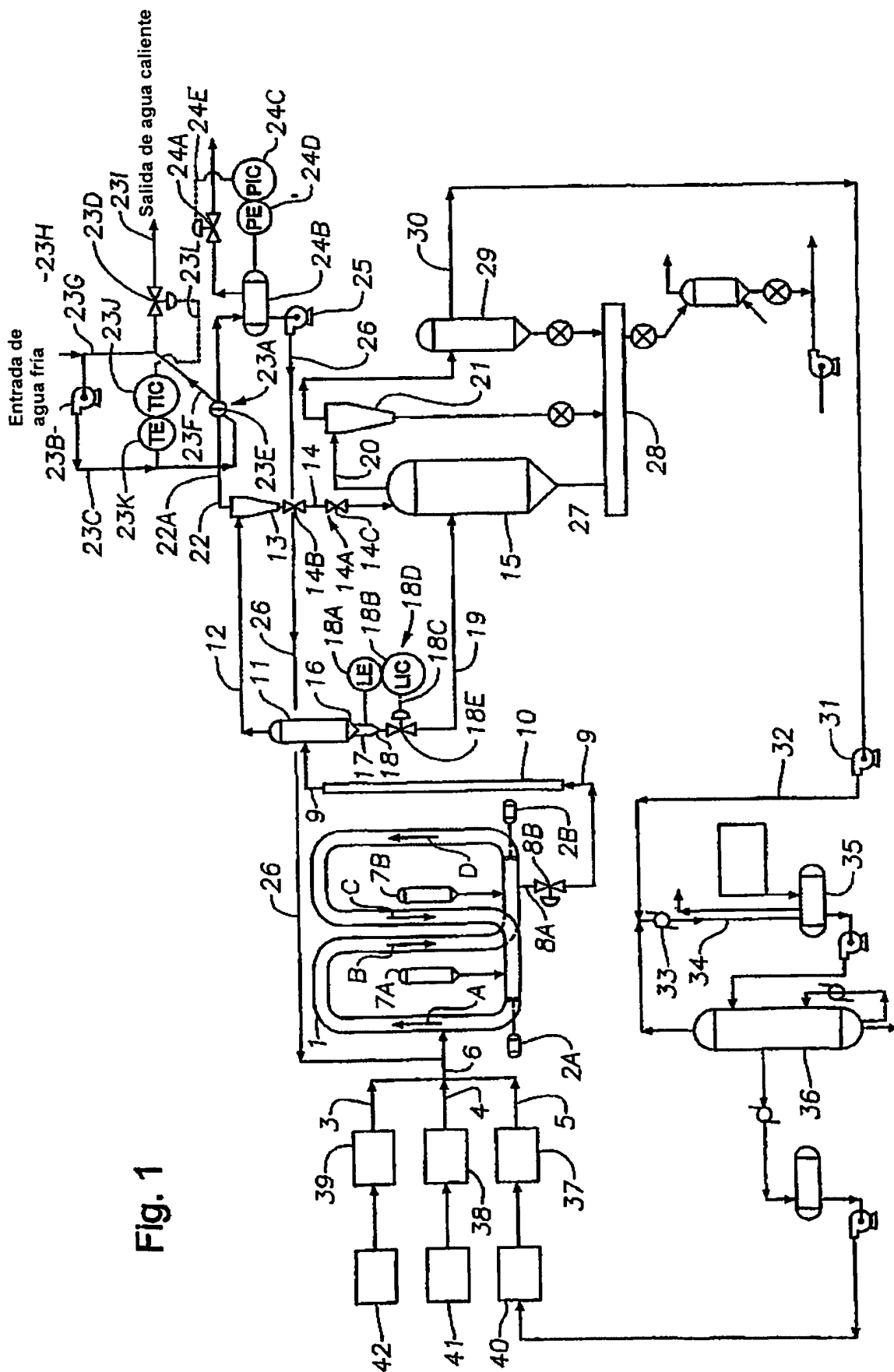


Fig. 1

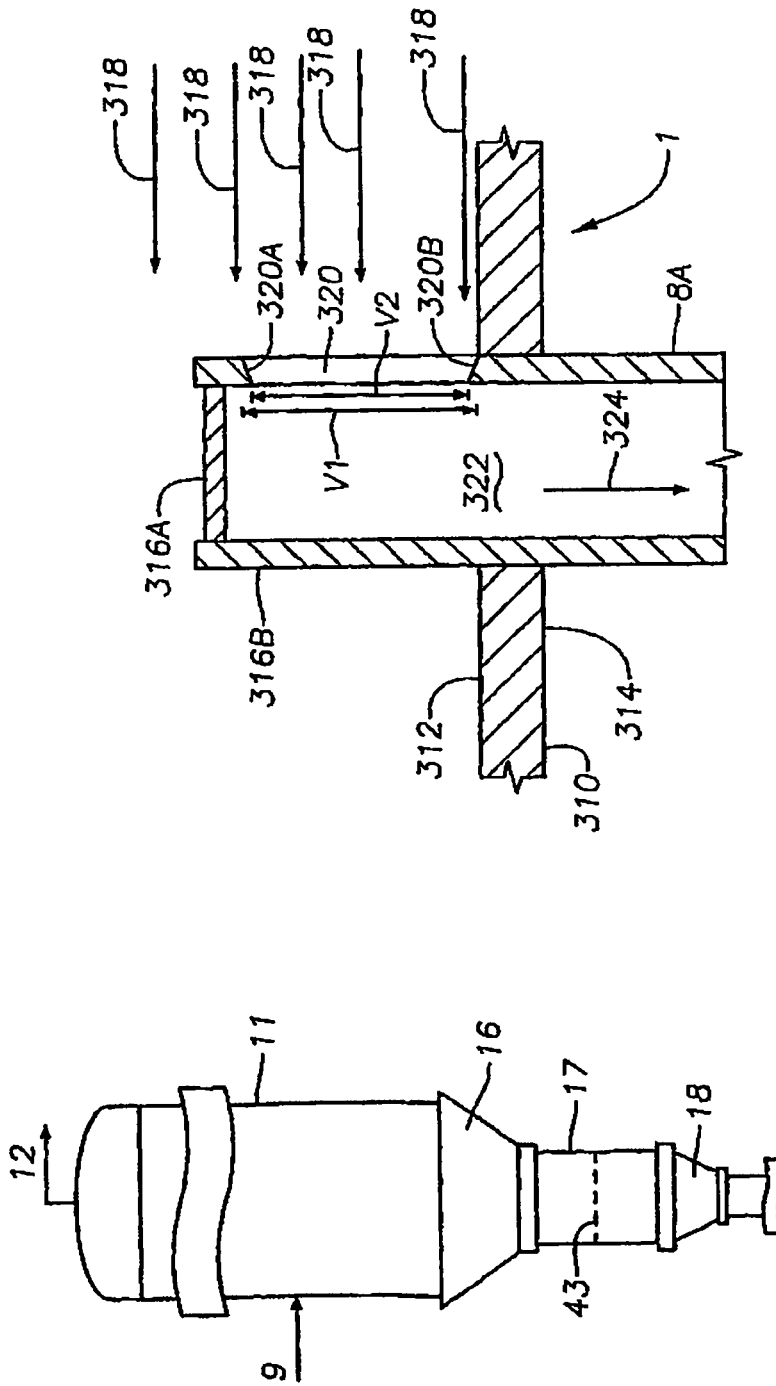


Fig. 3

Fig. 2

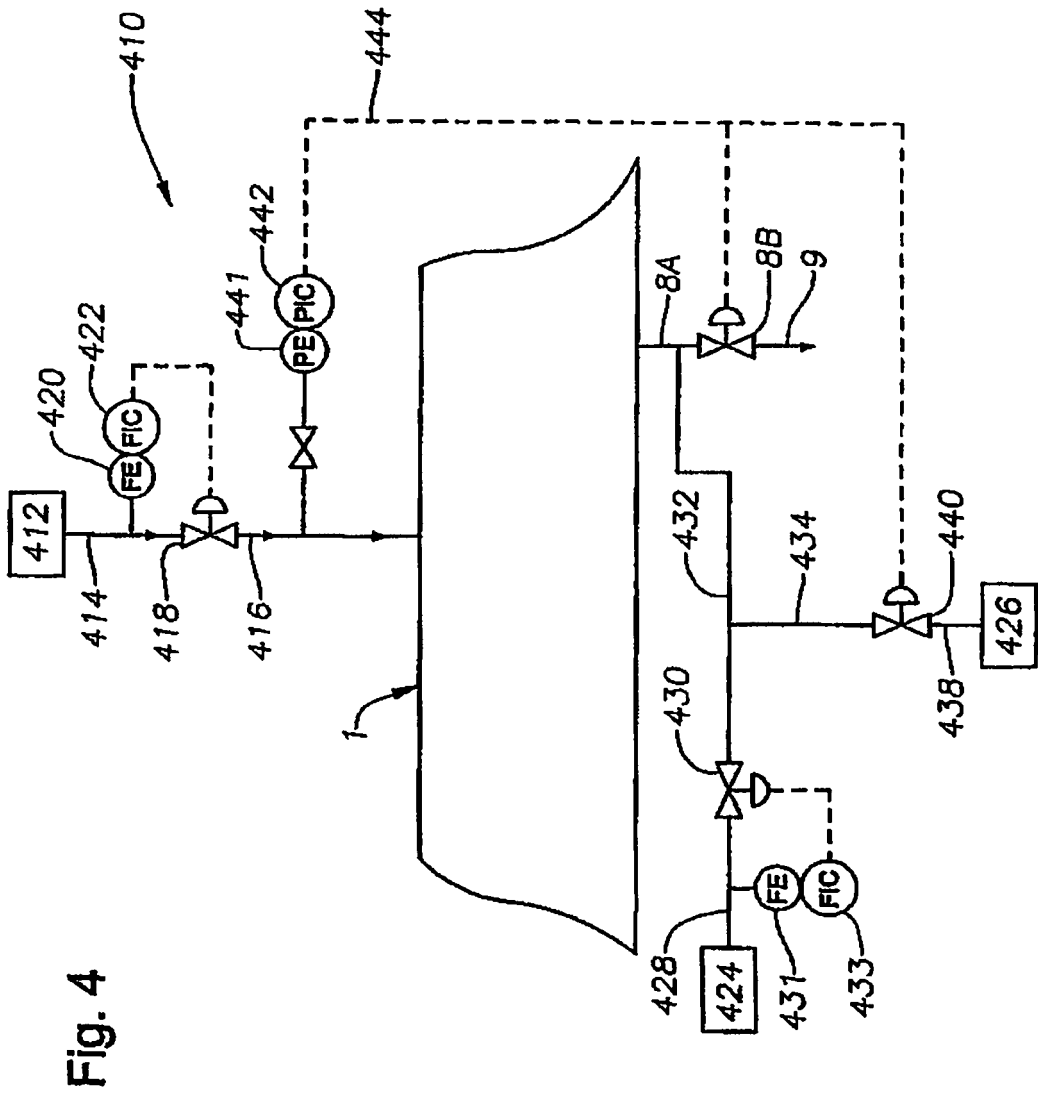


Fig. 4

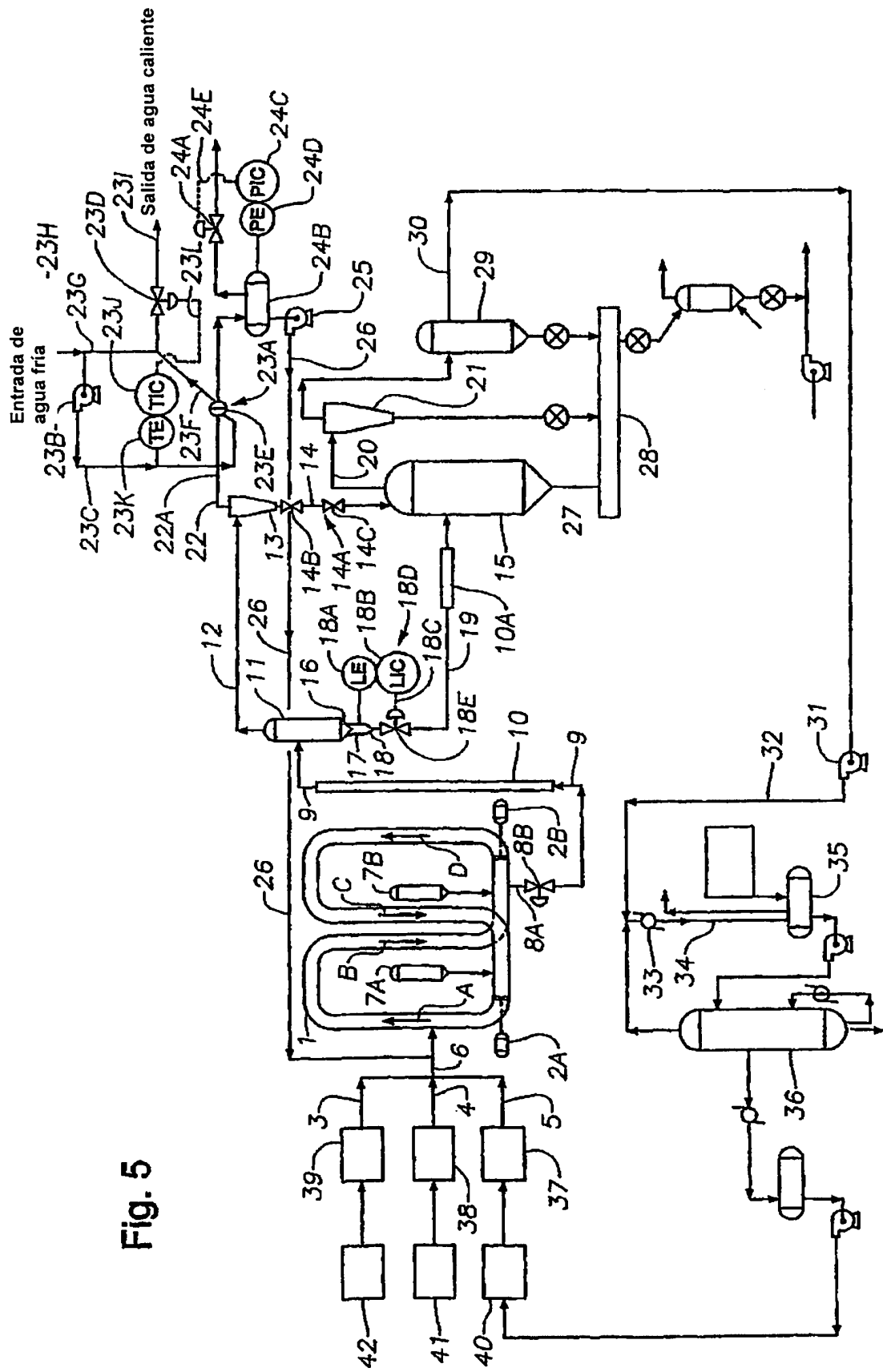


Fig. 5