



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 229 423**

⑤① Int. Cl.⁷: **C08F 10/00**
C08F 2/14
B01J 19/18
B01J 19/24
B01J 4/00

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **98113059 .4**
⑧⑥ Fecha de presentación: **14.07.1998**
⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0891990**
⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **20.01.1999**

⑤④ Título: **Polimerización en suspensión con alto contenido en sólidos.**

③⑩ Prioridad: **15.07.1997 US 893200**

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2005

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2005

⑦③ Titular/es: **ConocoPhillips Company**
216 Patent Library Building
Bartlesville Technology Center
Bartlesville, Oklahoma 74004, US

⑦② Inventor/es: **Hottovy, John Douglas;**
Hensley, Harvey Dean;
Przelomski, David Joseph;
Cymbaluk, Teddy Henry;
Franklin, Robert Kyle, III y
Perex, Ethelwoldo P.

⑦④ Agente: **Díez de Rivera y Elzaburu, Ignacio**

ES 2 229 423 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

Polimerización en suspensión con alto contenido en sólidos.

5 Antecedentes de la invención

Esta invención se refiere a la polimerización de monómeros olefínicos en un diluyente líquido.

10 Las polimerizaciones por adición se llevan a cabo frecuentemente en un líquido que es un disolvente del polímero resultante. Cuando los polímeros de etileno (lineales) de alta densidad llegaron a estar disponibles comercialmente en los años 50, éste fue el método utilizado. Pronto se descubrió que una forma más eficaz de producir dichos polímeros era llevar a cabo la polimerización en condiciones de suspensión. Más específicamente, la técnica de polimerización escogida fue la polimerización en suspensión continua en un reactor tubular tipo lazo en el que el producto se extraía mediante cangilones de depósito que funcionaban según un principio de operación discontinua para recuperar el
15 producto. Esta técnica ha disfrutado de un éxito internacional con miles de millones de libras de polímeros de etileno producidas anualmente de esta forma. Con este éxito se ha considerado ventajoso construir un menor número de reactores grandes, en contraposición a un mayor número de pequeños reactores para una capacidad de planta dada.

20 Los cangilones de depósito sin embargo, presentan dos problemas. En primer lugar, representan la imposición de una técnica de operación discontinua sobre una base de un proceso continuo. Cada vez que un cangilón de depósito alcanza la etapa en la que se acumula o se inflama la suspensión de polímero acumulada, ello ocasiona una interferencia con el flujo de la suspensión en el reactor tipo lazo, aguas arriba, y en el sistema de recuperación, aguas abajo. También el mecanismo de la válvula, esencial para sellar periódicamente los cangilones de depósito de la zona aguas arriba del reactor y el sistema de recuperación aguas abajo, requiere mantenimiento frecuente debido a la dificultad para mantener
25 un sello hermético con las válvulas de gran diámetro necesarias para sellar los cangilones.

En segundo lugar, a medida que los reactores se hacen mayores, se presentan problemas logísticos en los cangilones de depósito. Si un diámetro de tubería se dobla, el volumen del reactor sube cuatro veces. Sin embargo, debido a los mecanismos de válvula involucrados, el tamaño de los cangilones de depósito no se puede incrementar más fácilmente.
30 Por tanto, el número de cangilones requeridos empieza a sobrepasar el espacio físico disponible.

A pesar de estas limitaciones, los cangilones de depósito han continuado teniendo que ser empleados donde los polímeros olefínicos se forman como una suspensión en un diluyente líquido. Esto es porque, a diferencia de las polimerizaciones en suspensión a granel (esto es, en las que el monómero es el diluyente) donde se obtienen de forma rutinaria concentraciones de sólidos mejores del 60%, las suspensiones de polímero olefínico en un diluyente están
35 limitadas generalmente a no más del 37 a 40 por ciento de sólidos en peso. Por tanto, se ha creído que los cangilones de depósito son necesarios para dar un producto final en suspensión a la salida de los cangilones de depósito mayor del 37-40 por ciento. Esto es porque, como su nombre implica, el depósito tiene lugar en los cangilones para así incrementar la concentración de sólidos de la suspensión finalmente recuperado como un producto en forma de suspensión.
40

Otro factor que afecta al máximo práctico de sólidos en el reactor es la velocidad de circulación, puesto que una mayor velocidad para un diámetro de reactor dado permite más sólidos, dado que un factor limitante en la operación es el ensuciamiento del reactor debido a la formación de polímero en el reactor.

45 El documento de patente EP A 0.432.555 muestra un proceso de polimerización, en el que la concentración de sólidos en volumen de la suspensión de la reacción de polimerización se optimiza utilizando un sistema de control específico. Esta referencia no dice nada sobre cómo se retira el producto del reactor.

El documento de patente norteamericana A 4.613.484 se refiere a un dispositivo para separar partículas de polímero sólidas de una mezcla de polimerización en forma de suspensión utilizando un cangilón de depósito. Igualmente, el
50 documento de patente EP A 0.415.427 se refiere a un proceso de recuperación de un polímero utilizando un cangilón de depósito.

Resumen de la invención

55 Es un objeto de esta invención producir polímeros olefínicos como una suspensión en un diluyente líquido utilizando una extracción de la suspensión producto en continuo;

60 Es un objeto adicional de esta invención proporcionar un proceso de polimerización de olefinas en suspensión en un diluyente a una concentración de sólidos en el reactor, suficientemente alta como para hacer comercialmente viable la extracción directa del producto en continuo.

Es un objeto adicional de esta invención proporcionar un proceso de polimerización de olefinas en suspensión en un diluyente a mayores velocidades de circulación.

65 Es también un objeto adicional de esta invención proporcionar un proceso de polimerización de olefinas en suspensión en un diluyente en una zona de reacción mayor de 113,6 m³; y

ES 2 229 423 T3

Es aun otro objeto adicional de esta invención proporcionar un dispositivo reactor tipo lazo que tiene una capacidad mayor de 113,6 m³ y que tiene un modo de extracción en continuo.

De acuerdo con un aspecto de esta invención, un proceso de polimerización de olefinas se lleva a cabo a una mayor concentración de sólidos en el reactor mediante la retirada en continuo de la suspensión producto.

De acuerdo con otro aspecto de esta invención, se lleva a cabo un proceso de polimerización de olefinas en reactor tipo lazo operando a una velocidad de circulación mayor para un diámetro de tubería de reactor dado.

De acuerdo con otro aspecto de esta invención, se proporciona un dispositivo de polimerización tipo lazo que tiene un apéndice hueco alargado en un extremo aguas abajo de uno de los segmentos longitudinales del lazo, estando el apéndice hueco en comunicación directa fluida con una línea de destilación súbita calentada y estando así adaptado para la eliminación continua de la suspensión producto.

Breve descripción de los dibujos

En los dibujos, que forman parte de esta invención, la Figura 1 es una vista esquemática en perspectiva de un reactor tipo lazo y un sistema de recuperación de polímero; la Figura 2 es una sección transversal a lo largo la línea 2-2 de la Figura 1 que muestra un apéndice de extracción en continuo; la Figura 3 es una sección transversal a lo largo de la línea 3-3 de la Figura 2 que muestra un dispositivo de válvula de corte en el ensamblaje de extracción en continuo; la Figura 4 es una sección transversal de una localización tangencial en el conjunto de extracción en continuo; la Figura 5 es una vista lateral de un codo del reactor tipo lazo que muestra un cangilón de depósito y un ensamblaje de extracción en continuo; la Figura 6 es una sección transversal a lo largo de la línea 6-6 de la Figura 5 que muestra la orientación de dos de los ensamblajes de extracción en continuo; la Figura 7 es una vista lateral que muestra otra orientación para el ensamblaje de extracción en continuo; la Figura 8 es una vista de la sección transversal del mecanismo impulsor; la Figura 9 es una vista esquemática que muestra otra configuración para los lazos en la que los segmentos superiores 14a son semicírculos de 180 grados en los que los segmentos verticales son al menos dos veces más largos que los segmentos horizontales y la Figura 10 es una vista esquemática que muestra el eje más largo dispuesto horizontalmente.

Descripción detallada de la invención

Sorprendentemente, se ha encontrado que la extracción en continuo de la suspensión producto en una reacción de polimerización de olefinas realizada en un reactor tipo lazo en presencia de un diluyente inerte permite la operación del reactor a una concentración de sólidos mucho mayor. La producción comercial de polímeros predominantemente de etileno en isobutano como diluyente, ha estado limitada generalmente a una concentración máxima de sólidos en el reactor de 37- 40 por ciento en peso. Sin embargo, se ha encontrado que la extracción en continuo permite incrementos significativos en la concentración de sólidos. Además, la extracción en continuo ocasiona por sí misma, algún incremento adicional en el contenido en sólidos en comparación con el contenido en el reactor desde el cual se extrae el producto debido a la localización del apéndice de extracción en continuo que elimina selectivamente una suspensión desde un estrato en el que los sólidos están más concentrados. Por lo tanto, concentraciones mayores del 40 por ciento en peso son posibles de acuerdo con esta invención.

En toda esta solicitud, no se hace caso del peso de catalizador puesto que la productividad, particularmente con el óxido de cromo sobre sílice, es extremadamente alta.

También sorprendentemente, se ha encontrado que se puede emplear una circulación más agresiva (con su correspondiente mayor concentración en sólidos). Efectivamente, con una circulación más agresiva en combinación con la extracción en continuo, concentraciones de sólidos mayores del 50 por ciento en peso se pueden eliminar del reactor mediante extracción en continuo. Por ejemplo, la extracción en continuo fácilmente puede permitir operar a 5-6 puntos porcentuales por encima; esto es, el reactor se puede ajustar fácilmente a incrementos de sólidos del 10 por ciento; y la circulación más agresiva fácilmente puede añadir otros 7-9 puntos porcentuales lo que sitúa al reactor por encima del 50 por ciento. Pero, debido a que la extracción en continuo se posiciona para extraer suspensión desde un estrato en la corriente que tiene una concentración de sólidos mayor que la promedio, el producto realmente recuperado tiene una concentración aproximadamente 3 puntos porcentuales (o más) por encima del promedio de la suspensión del reactor. Así, la operación puede acercarse a una concentración de la suspensión efectiva del 55 por ciento en peso o más, esto es, un promedio de 52 por ciento en el reactor y la eliminación de un componente que es efectivamente 55 por ciento (esto es, 3 puntos porcentuales) más alta.

Se debe hacer énfasis en que en una operación comercial, un incremento tan pequeño como de un punto porcentual en la concentración de sólidos es de la máxima importancia. Por lo tanto, pasar de un porcentaje promedio de 37-40 en la concentración promedio de sólidos en el reactor a casi 41 es importante; así, pasar de más de 50 es realmente notable.

La presente invención es aplicable a cualquier polimerización de olefinas en un reactor tipo lazo utilizando un diluyente tal que produzca una suspensión producto de polímero y diluyente. Monómeros olefinicos apropiados son las 1- olefinas que tengan hasta 8 átomos de carbono por molécula y sin ramificaciones más cerca del doble enlace que la posición 4. La invención es particularmente apropiada para la homopolimerización de etileno y la copolimerización

de etileno y una 1-olefina superior como buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno o 1-deceno. Es especialmente preferido el etileno y de 0,01 a 10, preferiblemente de 0,01 a 5, lo más preferiblemente de 0,1 a 4 por ciento en peso de una olefina superior sobre la base del peso total de etileno y comonómero. Alternativamente se puede utilizar suficiente comonómero para alcanzar las cantidades de incorporación de comonómero en el polímero, descritas anteriormente.

5

Diluyentes apropiados (a diferencia de disolventes o monómeros) se conocen bien en la técnica e incluyen hidrocarburos que son inertes y líquidos en las condiciones de reacción. Hidrocarburos apropiados incluyen isobutano, propano, n-pentano, i-pentano, neopentano y n-hexano, siendo el isobutano especialmente preferido.

10 Catalizadores apropiados también se conocen bien en la técnica. Particularmente apropiado es el óxido de cromo sobre un soporte como sílica como se muestra en general, por ejemplo, por Hogan y Banks en el documento de patente estadounidense 2.285.721 (Marzo 1958), la descripción del cual se incorpora aquí como referencia.

15 En referencia ahora a los dibujos, se muestra en la Figura 1 un reactor tipo lazo (10) que tiene segmentos verticales (12), segmentos horizontales superiores (14) y segmentos horizontales inferiores (16). Estos segmentos horizontales superiores e inferiores definen las zonas superior e inferior de flujo horizontal. El reactor se enfría por medio de dos cambiadores de calor tubulares formados por tubo (12) y camisa (18). Cada segmento está conectado al siguiente segmento mediante un conector en curva suave o codo (20), proporcionando así una trayectoria continua de flujo sustancialmente libre de obstrucciones internas. La mezcla de polimerización se hace circular por medio de un impulsor (22) (mostrado en la Figura 8) dirigido mediante un motor (24). El monómero, comonómero, si es el caso, y el diluyente se introducen a través de las tuberías (26) y (28) respectivamente, las cuales pueden entrar en el reactor directamente por una o por una pluralidad de localizaciones o se pueden combinar con la tubería de recirculación de diluyente condensado (30) como se muestra. El catalizador se introduce a través de medios de introducción del catalizador (32) que proporcionan una zona (localización) para la introducción del catalizador. El apéndice hueco alargado 25 para la extracción en continuo de una suspensión producto intermedia se designa generalmente con el carácter de referencia (34). El mecanismo de extracción en continuo (34) está localizado en, o es contiguo al extremo aguas abajo de una de las secciones horizontales inferiores del reactor tipo lazo (16) y contiguo, o sobre un codo conector (20).

30 El apéndice de extracción en continuo se muestra en el extremo aguas abajo de un segmento horizontal inferior del reactor tipo lazo, que es la localización preferida. La localización puede estar en una región cerca del último punto en el lazo donde el flujo cambia de sentido hacia arriba antes del punto de introducción del catalizador para así permitir al catalizador de nueva aportación el máximo tiempo posible en el reactor antes de que pase al punto de extracción. Sin embargo, el apéndice de extracción en continuo se puede localizar en cualquier segmento o cualquier codo.

35 También, el segmento del reactor al cual está unido el apéndice de extracción en continuo, puede ser de un diámetro mayor para frenar el flujo y por lo tanto, permitir una estratificación adicional del flujo con el fin de que el producto que se extrae pueda tener incluso una mayor concentración de sólidos.

40 La suspensión producto intermedio retirada de manera continua se pasa mediante el conducto (36) a una cámara de destilación súbita de alta presión (38). El conducto (36) incluye un conducto circundante (40) que está provisto con un fluido caliente que proporciona calentamiento indirecto al material en suspensión en el conducto de la tubería de destilación súbita (36). El diluyente vaporizado sale de la cámara de destilación súbita (38) mediante el conducto (42) para un posterior procesamiento que incluye condensación por intercambio de calor sencillo utilizando el condensador de reciclo (50), y vuelve al sistema, sin necesidad de compresión, mediante la línea de reciclo del diluyente (30). El 45 condensador de reciclo (50) puede utilizar cualquier fluido de intercambio de calor apropiado conocido en la técnica en cualesquiera condiciones conocidas en la técnica. Sin embargo, preferiblemente se utiliza un fluido a una temperatura que pueda proporcionarse económicamente. Un intervalo de temperatura apropiado para este fluido es de 4 a 54°C. Las partículas de polímero se retiran de la cámara de destilación súbita de alta presión (38) mediante la tubería (44) para posterior procesamiento utilizando técnicas conocidas en la técnica. Preferiblemente se pasan a la cámara de destilación súbita de baja presión (46) y después se recuperan como polímero producto mediante la tubería (48). El diluyente separado se pasa a través del compresor (47) a la tubería (42). Este diseño de destilación súbita a alta presión se describe en general por Hanson y Sherk en la patente estadounidense 4.424.341 (3 de enero de 1984), incorporándose la divulgación de la misma en el presente documento como referencia. Sorprendentemente, se ha encontrado que la extracción en continuo no sólo permite más altas concentraciones de sólidos aguas arriba en el 55 reactor, sino que también permite una mejor operación de la destilación súbita de alta presión, permitiendo así que la mayoría del diluyente retirado sea destilado y recirculado sin compresión. Efectivamente, de 70 a 90 por ciento del diluyente generalmente se puede recuperar de esta manera. Esto es debido a varios factores. El primero de todos, debido a que el flujo es continuo en vez de intermitente, los calentadores de la tubería de destilación súbita funcionan mejor. También, la caída de presión después de la válvula de control proporcional que regula la velocidad del flujo en continuo fuera del reactor tiene una presión más baja lo cual significa que cuando destila, la temperatura cae 60 permitiendo un uso más eficiente de los calentadores de la tubería de destilación súbita.

En referencia ahora a la Figura 2, se muestra el codo (20) con el mecanismo de extracción (34) en mayor detalle. El mecanismo de extracción en continuo comprende un cilindro de extracción (52), una línea de retirada de la suspensión 65 (54), una válvula de disparo de emergencia (55), una válvula proporcional accionada por motor (58) para regular el flujo y una línea de drenaje (60). El reactor funciona "lleno de líquido". Debido al monómero disuelto, el líquido tiene una ligera compresibilidad, permitiendo así el control de presión de todo el sistema de líquido con una válvula. La entrada de diluyente se mantenía constante, utilizándose la válvula proporcional accionada por motor (58) para controlar

la velocidad de retirada en continuo para mantener la presión total del reactor dentro de los puntos designados.

En referencia ahora a la Figura 3, que está tomada a lo largo de la sección de la línea 3-3 de la Figura 2, se muestra con mayor detalle, la curva suave o el codo (20) al cual se ha asociado el mecanismo de extracción en continuo (34), siendo así el codo (20) un codo portador de apéndice. Tal y como se muestra, el mecanismo comprende un cilindro de extracción (52) unido, en este caso, en un ángulo recto a una tangente a la superficie externa del codo. El cilindro saliente (52) es la tubería de retirada de la suspensión (54). Colocada dentro del cilindro de extracción (52) se encuentra una válvula de pistón (62) que cumple dos funciones. Primero, proporciona un mecanismo de limpieza en profundidad sencillo y seguro para el cilindro de extracción si éste llegara a atascarse con polímero. Segundo, puede servir como una sencilla y fiable válvula de corte para el ensamblaje completo de la extracción en continuo.

La Figura 4 muestra una orientación de la unión preferida para el cilindro de extracción (52), la cual está unida tangencialmente a la curvatura del codo (20) y en un punto justo antes del giro ascendente del flujo de la suspensión. Esta apertura es elíptica a la superficie interior. Se podría hacer un alargamiento adicional para mejorar la extracción de sólidos.

La Figura 5 muestra cuatro cosas. Primero, muestra una orientación angular del cilindro de extracción (52). El cilindro de extracción se muestra en un ángulo, alfa, al plano que es (1) perpendicular a la línea central del segmento horizontal (16) y (2) está localizada en el extremo aguas abajo del segmento horizontal (16). El ángulo con este plano tal y como se muestra en la Figura 5. El plano se puede describir como el plano transversal del segmento horizontal. El ángulo representado aquí es de aproximadamente (24) grados. Segundo, muestra una pluralidad de apéndices de extracción en continuo, (34) y (34a). Tercero, muestra un apéndice, (34) orientado sobre un plano vertical a la línea central del segmento inferior (16), y el otro, (34a), localizado en un ángulo a un plano como se mostrará con más detalle en la Figura 6. Finalmente, muestra la combinación de apéndices de extracción en continuo (34) y un cangilón de depósito convencional (64) para la eliminación en discontinuo, si se desea.

Como se puede ver de los tamaños relativos, los cilindros de extracción continua son mucho menores que los cangilones de depósito convencionales. Tres apéndices de extracción en continuo, de 50,8 mm de diámetro interno pueden eliminar tanta suspensión producto como 14 cangilones de depósito de 203 mm de diámetro interno. Esto es significativo debido a que con los grandes reactores tipo lazo comerciales actuales de 56,8-68,2 m³ de capacidad, se requieren seis cangilones de depósito de 203 mm. No es deseable incrementar el tamaño de los cangilones de depósito debido a la dificultad para hacer válvulas fiables de mayores diámetros. Como se apreció previamente, doblando el diámetro de la tubería, se cuadruplica el volumen y sencillamente no hay espacio suficiente para que cangilones de depósito cuatro veces mayores que los actuales se posicionen fácilmente. Por lo tanto, la invención hace factible la operación de mayores reactores más eficientes. Reactores de 113,6 m³ o mayores son posibles gracias a esta invención. Generalmente los cilindros de extracción en continuo tendrán un diámetro interno nominal en el rango de 25,4 mm a menos de 203 mm. Preferiblemente tendrán aproximadamente 50,8-76,2 mm de diámetro interno.

La Figura 6 se toma a lo largo de la sección de la línea 6-6 de la Figura 5 y muestra el cilindro de extracción (34a) unido a un lugar que está orientado en un ángulo, beta, a un plano vertical que contiene la línea central del reactor. Este plano se puede denominar como plano central vertical del reactor. Este ángulo se puede tomar bien desde el lado del plano o bien desde ambos lados si no es cero. El vértice del ángulo se localiza en la línea central del reactor. El ángulo está contenido en un plano perpendicular a la línea central del reactor tal como se muestra en la Figura 6.

Se observa que aquí hay tres conceptos de orientación. El primero es la orientación de la unión, esto es, tangencial como en la Figura 4 y perpendicular como en las Figuras 2 ó 7 o cualquier ángulo entre estos dos límites de 0 a 90 grados. El segundo, es la orientación relativa a la distancia de la curva del codo a la unión, está representada por el ángulo alfa (Figura 5). Este puede ser cualquiera de 0 a 60 grados pero es preferiblemente de 0 a 40 grados, más preferiblemente de 0 a 20 grados. El tercero es el ángulo, beta, desde el plano central del segmento longitudinal (Figura 6). Este ángulo puede ser de 0 a 60 grados, preferiblemente de 0 a 45 grados, más preferiblemente de 0 a 20 grados.

La Figura 7 muestra una realización en la que el cilindro de extracción en continuo (52) tiene una orientación de la unión perpendicular, una orientación alfa de 0 (inherente al mismo ya que está en el extremo, pero todavía, sobre la sección recta), y una orientación beta de 0, es decir, está justo sobre el plano vertical de la línea central del segmento horizontal inferior (16).

La Figura 8 muestra en detalle el mecanismo impulsor (22) para el movimiento continuo de la suspensión a lo largo de su trayectoria de flujo. Tal como se puede ver en esta realización, el impulsor está en una sección ligeramente aumentada de la tubería que sirve como zona de propulsión para los reactantes circulantes. Preferiblemente, el sistema se opera de modo que genere una presión diferencial de al menos 0,124 MPa de presión manométrica, preferiblemente al menos 0,138 MPa de presión manométrica, más preferiblemente al menos 0,152 MPa de presión manométrica entre los extremos aguas arriba y aguas abajo de la zona de propulsión en un reactor de diámetro nominal de 61 cm con una longitud total de trayectoria de flujo de aproximadamente 290 m utilizando isobutano para producir predominantemente polímeros de etileno. Tanto como 0,345 MPa de presión manométrica o más es posi-

ble. Esto se puede hacer controlando la velocidad de rotación del impulsor, reduciendo la holgura entre el impulsor y la pared interior de la carcasa de la bomba o utilizando un diseño del impulsor más agresivo tal como se conoce en la técnica. Este mayor diferencial de presión también se puede producir mediante el uso de al menos, una bomba adicional.

Generalmente, el sistema se hace funcionar de tal manera que se genera una presión diferencial, expresada como una pérdida de presión por unidad de longitud del reactor, de al menos 0,23, generalmente de 0,23 a 0,49 mm de caída de presión por mm de longitud del reactor para un reactor de diámetro nominal de 610 mm. Preferiblemente, esta caída de presión por unidad de longitud es de 0,29 a 0,36 para un reactor de 610 mm de diámetro. Para diámetros mayores, se necesita una mayor velocidad de la suspensión y una mayor caída de presión por unidad de longitud del reactor. Esto supone que la densidad de la suspensión sea generalmente de aproximadamente 0,5-0,6 g/cm³.

En referencia ahora a la Figura 9, los segmentos superiores se muestran como semicírculos de 180 grados, que es la configuración preferida. Los segmentos verticales tienen al menos dos veces, generalmente alrededor de siete a ocho veces, la longitud de los segmentos horizontales. Por ejemplo, la trayectoria de flujo vertical puede ser de 57,9-68,6 m y los segmentos horizontales pueden tener una longitud de trayectoria de flujo de 7,6-9,1 m. Se puede emplear cualquier número de lazos, además de los cuatro descritos en la presente memoria y los ocho representados en la Figura 1, pero generalmente se utilizan cuatro o seis. La referencia al diámetro nominal de 61 cm quiere decir un diámetro interno de aproximadamente 6,68 m. La longitud del flujo generalmente es mayor de 152 m, generalmente mayor de 274 m, siendo bastante satisfactorio aproximadamente de 287 a 411 m.

Las bombas comerciales para usos tales como la circulación de reactantes en un reactor tipo lazo cerrado se ensayan de manera rutinaria por sus fabricantes y se determinan fácil y rutinariamente las presiones necesarias para evitar la cavitación.

Ejemplos

Se empleó un reactor de polimerización de cuatro tramos verticales utilizando una bomba impulsora Lawrence Pumps Inc D51795/81 de 660 mm en una carcasa M51879/FAB, para polimerizar etileno y 1-hexeno. Esta bomba se comparó con una bomba de 610 mm, la cual proporcionaba una circulación menos agresiva (20,1 cm de pérdida de carga frente a 29,9 cm). Esto se comparó a continuación, con la misma circulación más agresiva y un ensamblaje de extracción en continuo del tipo mostrado por el símbolo de referencia 34 de la Figura 5. Los resultados se muestran a continuación.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 229 423 T3

TABLA DE DATOS			
Descripción	24 en bomba	26 en bomba	26 en bomba + CTO
Fecha de realización	4-9 de Octubre de 1994	24-28 de Mayo de 1995	15-18 de Noviembre de 1996
Concentración Promedio de Sólidos en el Reactor, % en peso	39	45	53
Velocidad de Producción de polímero, g/h	18,2	18,5	18,1
Potencia de la Bomba de Circulación del Reactor, Kw	430	691	753
Diferencial de Presión de la Bomba de Circulación, KPa	98,7	154,6	163,5
Cabeza de Bomba de Circulación, m	18,8	28,2	28,2
Velocidad de Flujo de la Suspensión en el Reactor, mGPM	39	46	45
Densidad de la Suspensión en el Reactor, g/m ³	0,534	0,558	0,592
Temperatura del Reactor, °C	102,0	103,5	102,8
Concentración de etileno, % en peso	4,43	3,67	4,9
Concentración de 1-Hexeno, % en peso	0,22	0,17	0,14
Coeficiente de Transferencia de Calor del Reactor	270	262	241
Diámetro Interior del Reactor, mm	560,388	560,388	560,388
Volumen del Reactor, m ³	70,81	70,81	70,81
Longitud del Reactor, m	287	287	287
Caída de Presión por mm del Reactor, mm/mm	0,217	0,322	0,322

Aunque esta invención se ha descrito en detalle con el propósito de ilustración, no se debe inferir que esté limitada al mismo, sino que se pretende que cubra todas las opciones dentro del espíritu y el alcance de la misma.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de polimerización que comprende:

- polimerizar, en una zona de reacción tipo lazo, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión fluida que comprende un diluyente líquido y partículas sólidas de polímero olefínico;
- mantener una concentración de dichas partículas sólidas de polímero olefínico en dicha suspensión, en dicha zona, mayor del 40 por ciento en peso en base al peso de dichas partículas de polímero y el peso de dicho diluyente líquido;
- retirar de manera continua una suspensión que tiene un incremento en concentración de sólidos en comparación con dicha suspensión en dicha zona, comprendiendo la suspensión así retirada un diluyente líquido retirado y partículas sólidas de polímero retiradas como un producto intermedio de dicho proceso.

2. El proceso de la reivindicación 1, en el que dicho monómero olefínico comprende etileno, en particular en el que dicho monómero olefínico comprende etileno y 0,01-5 por ciento en peso de hexeno en base al peso total de dicho etileno y dicho hexeno, y en el que dicho diluyente líquido es isobutano.

3. El proceso de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que dicha concentración de dichas partículas sólidas de polímero olefínico, en dicha suspensión, en dicha zona, es mayor de 50 por ciento en peso basado en el peso de dichas partículas de polímero y el peso de dicho diluyente líquido.

4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se mantiene un diferencial de presión de por lo menos 0,124 MPa de presión manométrica en una zona de propulsión para que dicha suspensión circule a través de la zona de reacción mencionada.

5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que se mantiene un diferencial de presión mayor de 0,23 por mm de la longitud de la trayectoria de flujo del reactor en una zona de propulsión, en particular, en el que dicho diferencial está en el intervalo de 0,23 a 0,49 mm/mm por mm de dicha longitud de la trayectoria de flujo del reactor.

6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha zona de reacción se mantiene llena de líquido.

7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha zona de reacción tiene un volumen mayor de 75,7 m³, preferiblemente mayor de 113,6 m³.

8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicho producto intermedio de dicho proceso se pasa de manera continua a través de una zona de calentamiento en la que se calienta dicho producto intermedio para producir un producto intermedio caliente y a continuación, se somete dicho producto intermedio caliente a una caída de presión en una zona de destilación súbita de alta presión, siendo calentado dicho producto intermedio caliente hasta un grado tal que una porción mayor de dicho diluyente líquido retirado se evapora y así se separa de dichas partículas sólidas de polímero retiradas; siendo el diluyente líquido extraído, así separado, a continuación condensado para recircular, sin compresión alguna, mediante intercambio de calor con un fluido que tiene una temperatura en el intervalo de 4 a 54°C.

9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que dicha suspensión se retira en continuo desde una región cercana al último punto de dicha zona de reacción tipo lazo en la que el flujo cambia de sentido hacia arriba antes de una zona de introducción de catalizador.

10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicha suspensión se retira de manera continua desde al menos una región contigua al extremo de una zona inferior de flujo horizontal.

11. El proceso de la reivindicación 10, en el que dicha suspensión se retira en un punto a lo largo del plano vertical de la línea central de dicha zona inferior de flujo horizontal y antes de que dicho flujo cambie de sentido hacia arriba.

12. El proceso de la reivindicación 10, en el que dicha al menos una región está a lo largo del plano vertical de la línea central de dicha zona inferior de flujo horizontal y después de que dicho flujo haya cambiado de sentido hacia arriba.

13. El proceso de la reivindicación 10, en el que al menos una región está orientada en un ángulo lejos del plano vertical central de dicha zona inferior de flujo horizontal en una cantidad en el intervalo de 0 a 45 grados.

14. El proceso de la reivindicación 13, en el que dicha al menos una región está orientada lejos de dicho plano vertical central en un ángulo en el intervalo de 0 a 20 grados.

ES 2 229 423 T3

15. El proceso de la reivindicación 13, en el que al menos una región es anterior a dicho punto donde el flujo cambia de sentido hacia arriba.

16. El proceso de la reivindicación 13, en el que dicha al menos una región está en una localización después de que dicho flujo haya cambiado de sentido hacia arriba al menos 1, pero menos de 45 grados desde una línea central del flujo ascendente.

17. El proceso de la reivindicación 10, en el que dicha al menos una región es exactamente una región, o es una pluralidad de regiones.

18. Un proceso de polimerización que comprende:

- polimerizar, en una zona de reacción tipo lazo, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión fluida que comprende diluyente líquido y partículas sólidas de polímero olefínico;

- extraer dicha suspensión que comprende diluyente líquido retirado y partículas sólidas de polímero retiradas llevando a cabo alternativamente las siguientes etapas:

- A. permitir que dicha suspensión se deposite en al menos una zona de depósito y a continuación, retirar un lote de la suspensión así depositada, de dicha zona de depósito como un producto intermedio de dicho proceso, cerrando a continuación dicha zona de depósito; y

- B. después de eso, retirar de manera continua dicha suspensión que comprende diluyente líquido retirado y partículas sólidas de polímero retiradas como un producto intermedio de dicho proceso.

19. El proceso de la reivindicación 18, que comprende además, ajustar las condiciones del reactor durante la puesta en marcha de la etapa (B) para incrementar los sólidos del reactor en al menos el 10 por ciento.

20. Un aparato de reactor tipo lazo que comprende:

una pluralidad de segmentos verticales;

una pluralidad de segmentos horizontales superiores;

una pluralidad de segmentos horizontales inferiores;

en el que cada uno de los segmentos verticales mencionados está conectado en un extremo superior del mismo mediante un conector en curva suave superior a uno de dichos segmentos horizontales superiores, y está conectado por un extremo inferior del mismo mediante un conector en curva suave inferior a uno de dichos segmentos horizontales inferiores definiendo así una trayectoria de flujo en continuo adaptada para transportar una suspensión fluida, estando dicho reactor sustancialmente libre de obstrucciones internas;

medios para introducir el monómero reaccionante, el catalizador de polimerización y el diluyente dentro de dicho reactor;

medios para mover en continuo dicha suspensión a lo largo de dicha trayectoria de flujo;

al menos un apéndice hueco alargado contiguo al extremo aguas abajo de una de dichas secciones horizontales inferiores, estando dicho apéndice en comunicación abierta con dicha trayectoria de flujo para retirar de manera continua la suspensión producto; y

una línea de destilación súbita alargada en comunicación fluida con dicho apéndice para transferir suspensión producto desde dicho apéndice a un sistema de destilación súbita, teniendo dicha línea de destilación súbita un calentador asociado, con ella para calentar dicha suspensión producto.

21. El aparato de la reivindicación 20, en el que dicho al menos un apéndice está unido a uno de los mencionados segmentos horizontales inferiores, proporcionando así un segmento horizontal inferior portador de un apéndice, estando dicho apéndice orientado a lo largo de un plano vertical por la línea central de dicho segmento horizontal inferior portador del apéndice y contiguo al conector en curva suave inferior unido al extremo aguas abajo de dicho segmento horizontal inferior portador del apéndice.

22. El aparato de la reivindicación 20, en el que dicho apéndice está unido en un ángulo entre 0 y 90 grados.

23. El aparato de la reivindicación 20, en el que dicho al menos un apéndice está unido a dicho conector en curva suave unido a dicho extremo aguas abajo de dicho segmento horizontal inferior portador del apéndice, proporcionando así un conector en curva suave portador del apéndice.

ES 2 229 423 T3

24. El aparato de la reivindicación 23, en el cual dicho apéndice está unido a dicho conector en curva suave portador del apéndice, por un punto al menos 1 pero menos de 45 grados desde una línea central del segmento vertical contiguo.

5 25. El aparato de la reivindicación 24, en el cual dicho al menos un apéndice está unido en un ángulo recto a una tangente de dicho conector en curva portador del apéndice.

26. El aparato de la reivindicación 24, en el que dicho al menos un apéndice está unido tangencialmente a dicho conector portador del apéndice.

10 27. El aparato de la reivindicación 26, en el que dicho al menos un apéndice está unido por un punto colocado lejos de dicho plano central vertical en una cantidad en el intervalo de 20-45 grados.

28. El aparato de la reivindicación 26, en el que dicho al menos un apéndice es exactamente un apéndice, o es una pluralidad de apéndices.

15 29. Un proceso de polimerización que comprende:

polimerizar, en una zona de reacción tipo lazo, al menos un monómero olefínico utilizando un catalizador que comprende óxido de cromo sobre un soporte en un diluyente líquido para producir una suspensión fluida que comprende diluyente líquido y partículas sólidas de polímero olefínico;

20 mantener una concentración de dichas partículas sólidas de polímero olefínico en dicha suspensión en dicha zona, mayor de 40 por ciento en peso en base al peso de dichas partículas de polímero y el peso de dicho diluyente líquido; y

25 retirar de manera continua la suspensión que comprende diluyente líquido retirado y partículas sólidas de polímero retiradas como un producto intermedio de dicho proceso.

30

35

40

45

50

55

60

65

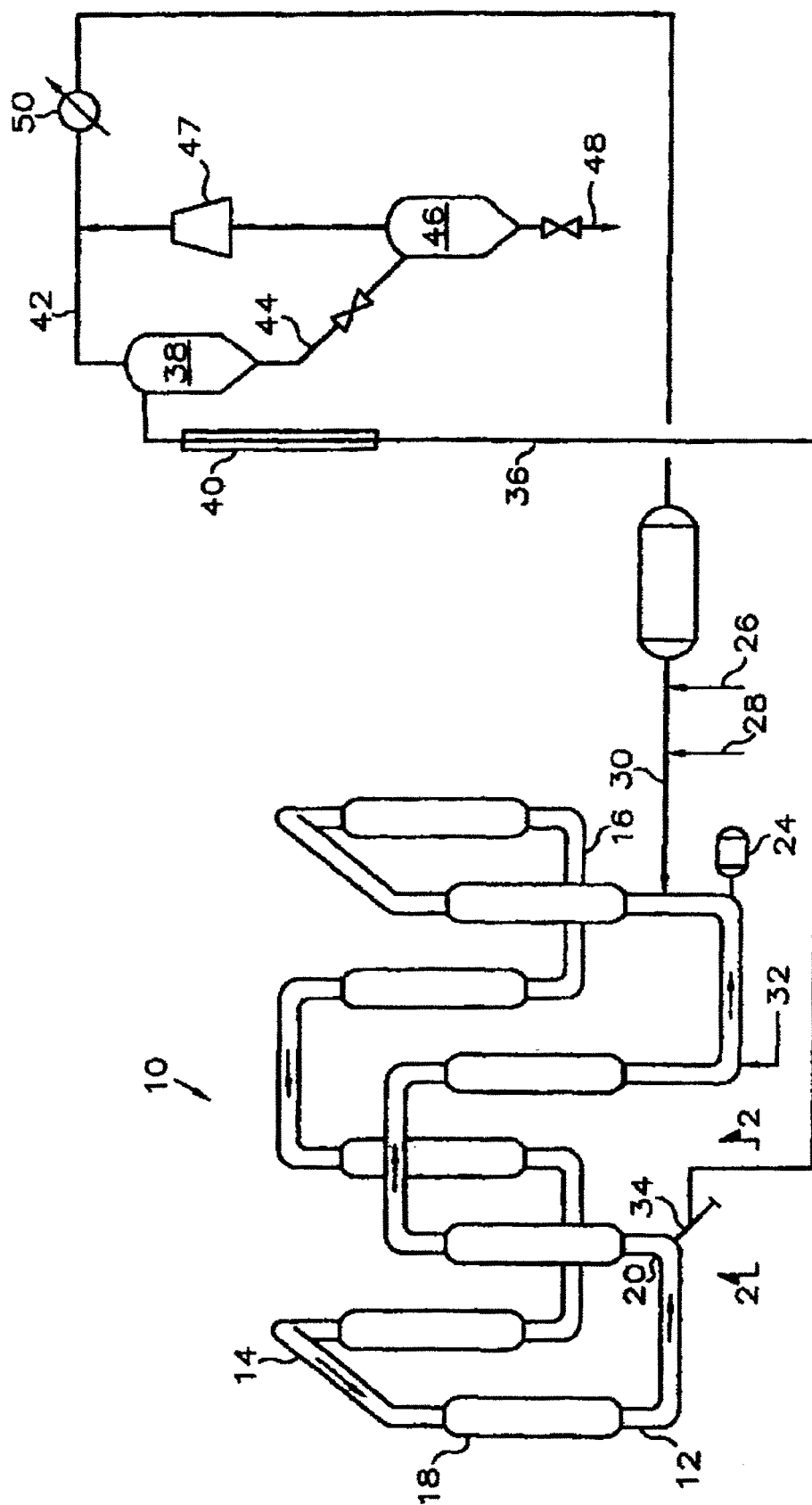
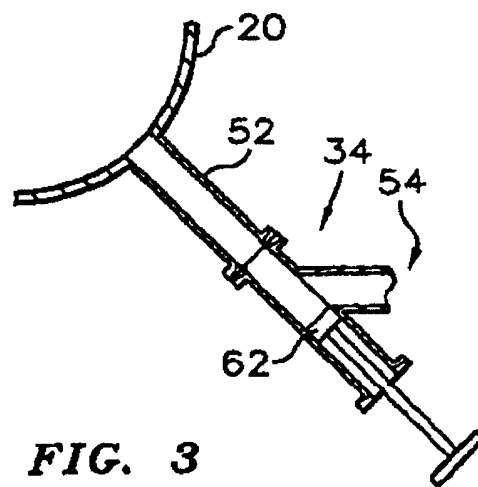
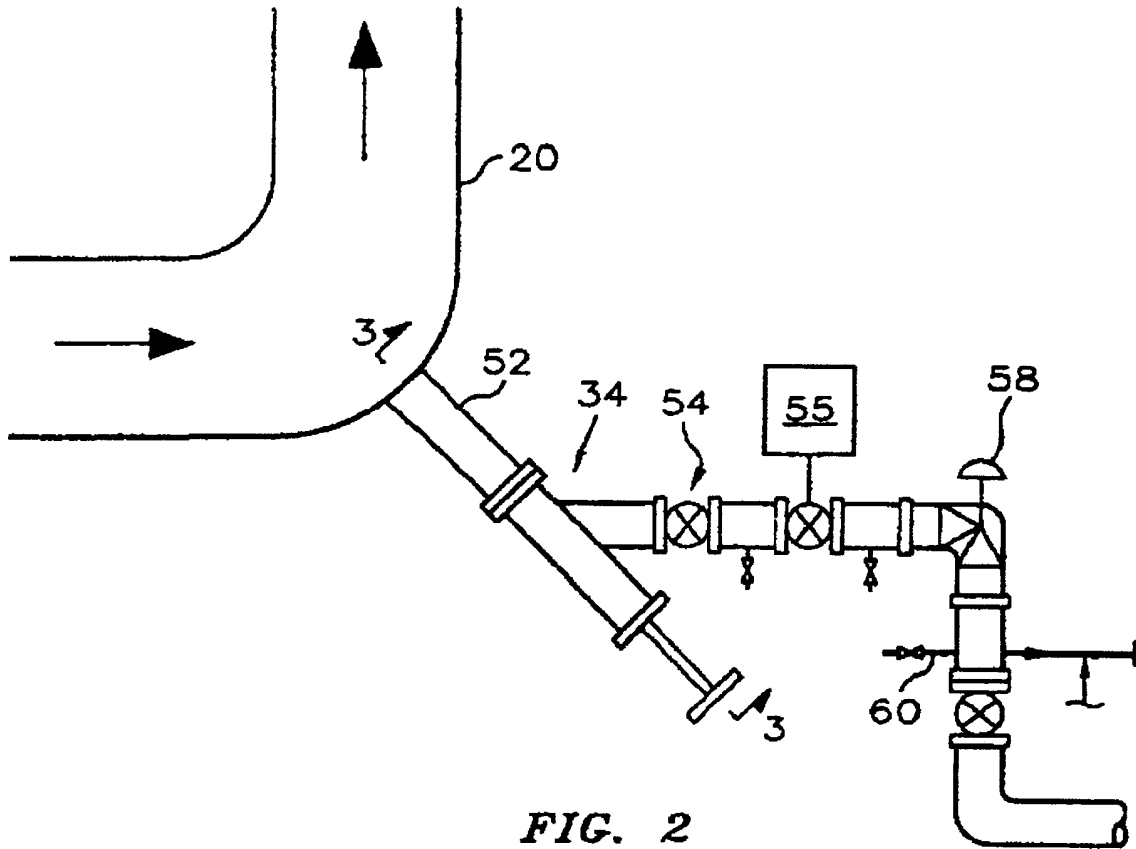
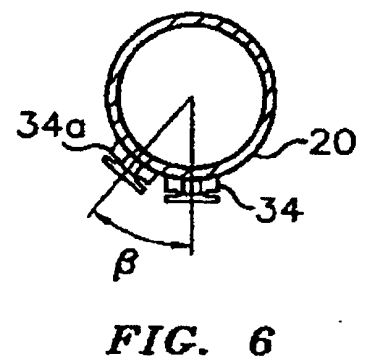
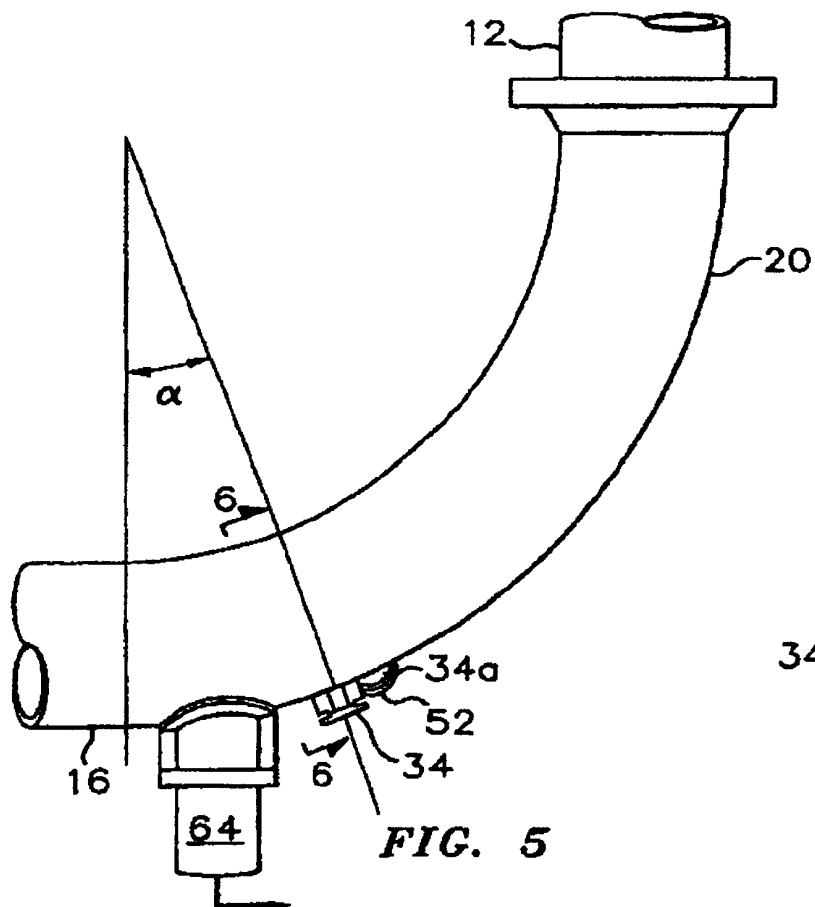
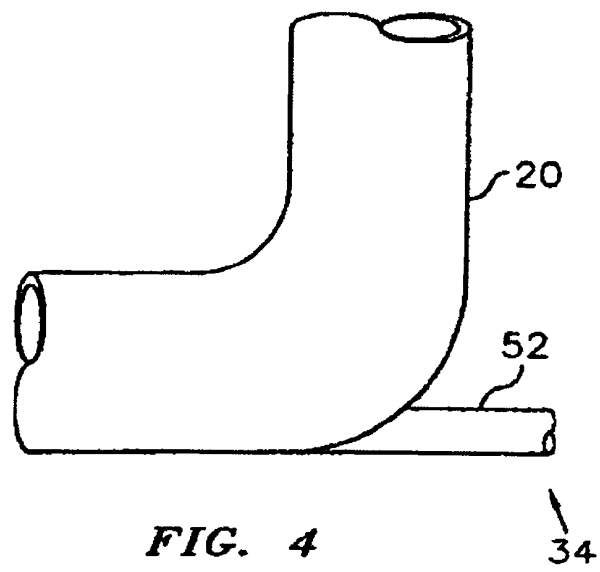


FIG. 1





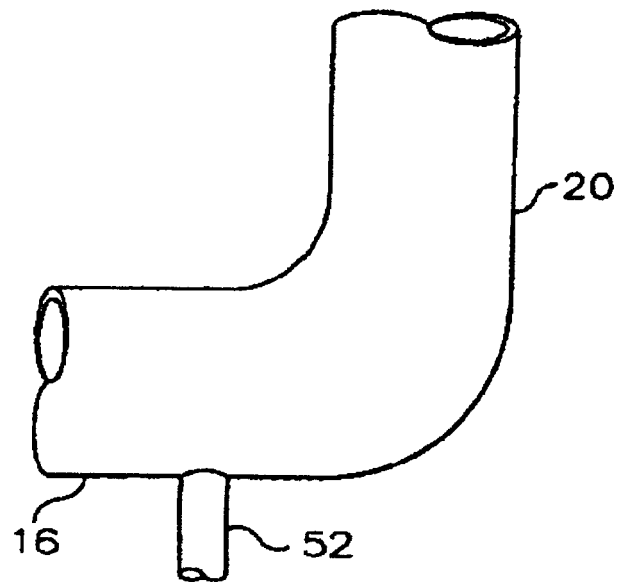


FIG. 7

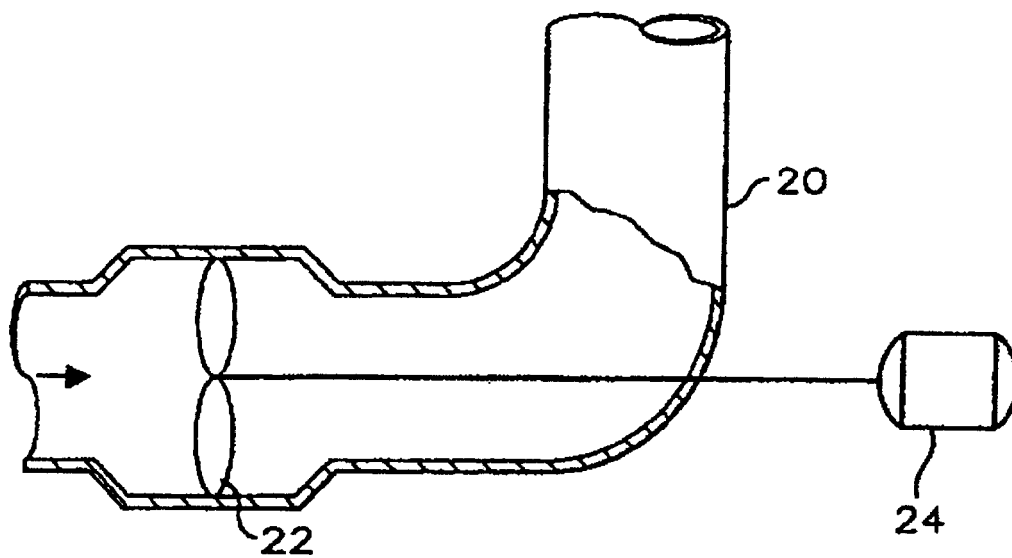


FIG. 8

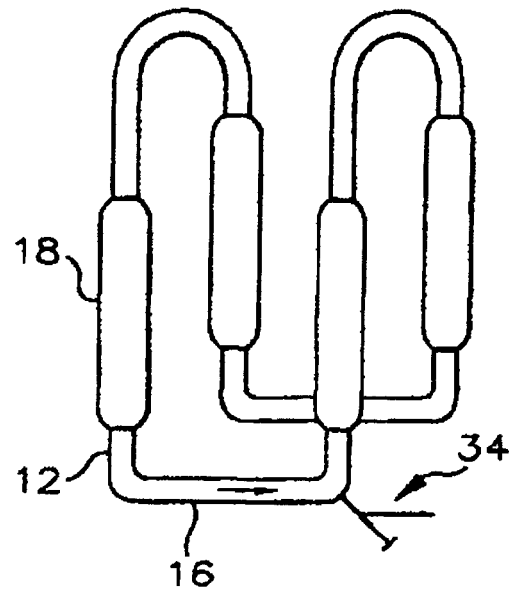


FIG. 9

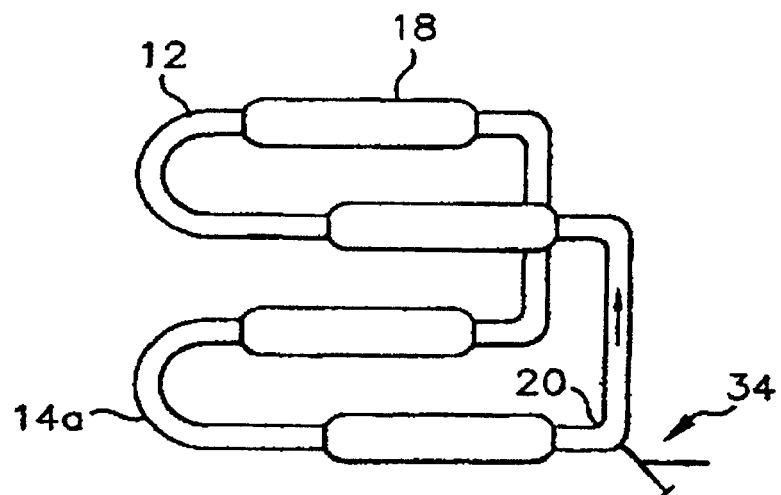


FIG. 10