



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 873**

51 Int. Cl.:

**C08F 2/06** (2006.01)

**C08F 210/00** (2006.01)

**C08F 210/10** (2006.01)

**C08F 6/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03756853 .2**

96 Fecha de presentación : **24.09.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1554317**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **20.07.2005**

54 Título: **Extracción continua a partir polimerización en suspensión de alto contenido en sólidos.**

30 Prioridad: **25.09.2002 US 413924 P**  
**23.09.2003 US 668857**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**14.07.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**14.07.2011**

73 Titular/es:  
**Chevron Phillips Chemical Company L.P.**  
**10001 Six Pines Drive**  
**The Woodlands, Texas 77380, US**

72 Inventor/es: **Verser, Donald, W.;**  
**Burns, David, H.;**  
**Hein, James, E.;**  
**Rajaendran, George, K. y**  
**Hottovy, John D.**

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

**ES 2 362 873 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**

Extracción continua a partir polimerización en suspensión de alto contenido en sólidos

**CAMPO DE LA INVENCION**

5 La presente invención se refiere a la polimerización en suspensión de los monómeros olefínicos. Más particularmente, la presente invención se refiere a mejores técnicas para extraer continuamente una porción de la suspensión fluida de una zona de reacción del bucle y operar un reactor de bucle que tiene una pluralidad de derivaciones continuas.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

10 Las poliolefinas tales como polietileno y polipropileno se pueden preparar por la polimerización en forma de partículas, también denominada como una polimerización en suspensión. En esta técnica, los materiales de alimentación tales como diluyente, monómero y catalizador se introducen en una zona de reacción del bucle, y se hace circular una suspensión fluida que contiene partículas de poliolefina sólidas en un medio líquido (usualmente un diluyente inerte y/o monómero sin reaccionar) a través de la zona de reacción del bucle. Una porción de la suspensión fluida se extrae de o sale de la zona de reacción de modo que se puedan recuperar las partículas de poliolefina sólidas.

15 En los reactores de bucle continuos, los diversos materiales de alimentación se pueden introducir en la zona de reacción del bucle de varias maneras. Por ejemplo, el monómero y un catalizador se pueden mezclar con cantidades variadas de diluyente antes de la introducción en la zona de reacción del bucle. El monómero también se puede combinar con el diluyente reciclado y posteriormente se incorpora en la zona de reacción del bucle. En la zona de reacción del bucle, el monómero y el catalizador se dispersan en la suspensión fluida. A medida que la suspensión fluida circula a través de la zona de reacción del bucle, el monómero reacciona en el catalizador en una reacción de polimerización. La reacción de polimerización produce partículas de poliolefina sólidas en la suspensión fluida.

20 La polimerización en suspensión en una zona de reacción del bucle ha demostrado ser comercialmente exitosa. La técnica de polimerización en suspensión ha gozado de éxito internacional con miles de millones de libras de polímeros olefínicos producidos anualmente de este modo. Con este éxito ha surgido el deseo en algunas situaciones, de construir reactores más grandes. Los reactores más grandes llevan a velocidades de flujo más altas de la suspensión fluida. La velocidad de flujo en el interior de un reactor de bucle puede ser tan alta como 3.785.410 litros (1.000.000 galones) por minuto o más.

25 En un proceso de derivación continua, la suspensión extraída es usualmente una pequeña porción de la suspensión fluida que está en una zona de reacción del bucle. El flujo de esta suspensión extraída menor normalmente varía de 189 litros (50 galones) por minuto a 11,356 litros (3000 galones) por minuto. El flujo grande en el reactor puede transportar el polímero en la forma de partículas en suspensión que son pequeñas, pero también transportan partículas de polímero más grandes o fragmentos de polímeros fusionados. Los fragmentos o partículas de polímero más grandes, algunas con diámetros más grandes que la abertura de la válvula de derivación, pueden taponar la válvula de derivación. Cuando tales partículas más grandes intentan pasar a través de la válvula de derivación, la partícula se rompe o la válvula de derivación tiene flujo restringido.

30 La restricción del flujo causa pérdida del flujo a través de la válvula de derivación y puede producir que se acumulen más partículas de polímero. Esto puede causar el aumento de la presión del reactor, ya que esta es usualmente controlada (al menos parcialmente) en cuánto se abre la válvula de derivación. Si la acumulación en las partículas de polímero es más rápida que la acción del mecanismo de control para controlar la presión por la abertura de la válvula de derivación, se pueden producir taponamiento de la línea y presiones excesivas en el reactor. Esto puede ser especialmente grave para los fragmentos poliméricos fusionados o atípicos que pueden crecer en el reactor de bucle y tienen una dimensión mucho más grande que el tamaño de partícula del polímero más grande. Las válvulas de derivación del reactor tapado pueden producir sobrepresión, tiempo de inactividad, pérdida de producción en el reactor, y en situaciones extremas, alivio de la presión del reactor por válvulas de seguridad del proceso.

35 Se puede usar una válvula de pistón para bloquear un mecanismo de derivación continua que no está en uso. La válvula de pistón tiene la ventaja de impedir la acumulación de polímeros en la línea de extracción de la suspensión. Sin embargo, si se desea comenzar a usar este mecanismo de derivación continua, lleva tiempo (por ejemplo, 10 a 20 minutos) prepararlo para la operación, y la válvula de pistón se debe abrir manualmente.

**COMPENDIO DE LA INVENCION**

40 La presente invención se define en y por las reivindicaciones anexas.

45 En un aspecto, se proporciona un proceso de polimerización. El proceso incluye incorporar un material de alimentación que comprende al menos un monómero olefínico a una zona de reacción del bucle y polimerizar el monómero olefínico para producir una suspensión fluida que comprende partículas de polímero olefínico sólido. El proceso también incluye la extracción en forma continua de una porción de la suspensión fluida a través de una pluralidad de derivación continua activa, y pasar la porción de suspensión extraída a través de una válvula de

5 derivación. El proceso también puede incluir controlar la presión del material de alimentación y ajustar la válvula de derivación en respuesta a la presión del material de alimentación controlada. El proceso también puede incluir lavar con diluyente a través de al menos una derivación continua inactiva. La derivación continua inactiva se puede activar cuando una de las derivaciones continuas activas está al menos parcialmente tapada. El proceso también puede incluir detectar cuando la válvula de derivación está cerrada y lavar automáticamente una línea de extracción de la suspensión asociada con la válvula de derivación con diluyente cuando la válvula de derivación se cierra.

10 La presente invención proporciona un aparato del reactor de bucle. El aparato del reactor de bucle incluye una pluralidad de segmentos mayores y una pluralidad de segmentos menores. Cada uno de los segmentos mayores está conectado en un primer extremo a uno de los segmentos menores, y está conectado en un segundo extremo a otro segmento menor. Como resultado, los segmentos mayores y los segmentos menores forman una trayectoria de flujo continuo adaptada para transportar una suspensión fluida. La trayectoria de flujo continuo está sustancialmente libre de obstrucciones internas. El reactor de bucle también incluye un medio para introducir un monómero olefínico y/o un medio líquido (por ejemplo, un diluyente inerte) en la trayectoria de flujo continuo, un medio para introducir un catalizador de la polimerización en la trayectoria de flujo continuo, y al menos dos medios para derivar en forma continua una porción de la suspensión fluida desde la trayectoria de flujo continuo. Alternativamente, el reactor de bucle incluye al menos cuatro medios para derivar continuamente una porción de la suspensión fluida. Tal reactor de bucle puede tener un volumen mayor que 114 m<sup>3</sup> (30.000 galones), alternativamente mayor que 132 m<sup>3</sup> (35.000 galones), alternativamente mayor que 151 m<sup>3</sup> (40.000 galones) alternativamente mayor que 170 m<sup>3</sup> (45.000 galones), alternativamente mayor que 185 m<sup>3</sup> (50.000 galones), alternativamente mayor que 284 m<sup>3</sup> (75.000 galones), alternativamente mayor que 375 m<sup>3</sup> (100.000 galones).

15 En aún otro aspecto, se proporciona un aparato del reactor de bucle. El aparato del reactor de bucle comprende una pluralidad de pilares mayores y una pluralidad de segmentos menores. Cada segmento menor conecta dos de los pilares mayores entre sí, y por estas conexiones, los pilares y los segmentos comprenden una trayectoria de flujo continuo. Una alimentación del monómero se une a uno de los pilares o segmentos. Al menos una alimentación de catalizador se fija a uno de los pilares o segmentos. Una derivación continua se une a uno de los pilares o segmentos. La derivación continua incluye una línea de extracción de la suspensión en comunicación fluida con el reactor, una válvula de derivación dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión para regular el flujo de la suspensión a través de la línea de extracción de la suspensión, y una línea de lavado conectada fluidamente para proporcionar el diluyente a la línea de extracción de la suspensión.

20 En el precedente aparato del reactor de bucle, al menos dos de los segmentos menores forman curvas continuas. Al menos dos de las curvas continuas tienen uno o más mecanismos de derivación continua o medios unidos a ellos. El aparato del reactor de bucle puede estar esencialmente libre de trayectorias de flujo horizontales ya que todos los pilares mayores se conectan por curvas continuas.

25 El aparato también puede incluir al menos un mecanismo o medio de derivación continua de repuesto para extraer continuamente la suspensión del producto. Preferiblemente, el mecanismo o medio de derivación continua comprende una válvula de bola en V que tiene un tamaño de cuerpo nominal de al menos 1½ pulgada (38,1 mm). La válvula de derivación continua se puede controlar automáticamente por un controlador, que ajusta la válvula de derivación continua en respuesta a una o más señales de entrada de los transmisores de presión sobre la alimentación del monómero al reactor de bucle (u otros medios para introducir el monómero olefínico al reactor de bucle). Adicionalmente o alternativamente, un transmisor de presión se puede disponer sobre la línea de extracción de la suspensión corriente abajo de la válvula de derivación continua. El transmisor de presión puede estar conectado operativamente para proporcionar una señal al controlador. Uno o el total de los mecanismos o medios de derivación continua se pueden controlar automáticamente de tales modos.

30 Los mecanismos o medios de derivación continua pueden ser medios exclusivos para extraer la porción de suspensión; es decir, el proceso y el aparato presentes permite la eliminación del establecimiento de los pilares del reactor juntos.

35 En aún otro aspecto, se proporciona un mecanismo de derivación continua para un aparato del reactor de bucle. El mecanismo comprende una línea de extracción de la suspensión en comunicación fluida con el reactor, una válvula de derivación dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión para regular el flujo de la suspensión a través de la línea de extracción de la suspensión, una línea de lavado conectada fluidamente para proporcionar diluyente a la línea de extracción de la suspensión, y un controlador. El controlador está configurado para recibir una señal de entrada de los transmisores de presión dispuestos sobre la alimentación del monómero y sobre la línea de extracción de la suspensión corriente abajo de la válvula de derivación. El controlador también se configura para enviar una señal de salida para ajustar la válvula de derivación.

40 Se proporciona un proceso para iniciar un reactor de polimerización de bucle. El proceso comprende incorporar etileno al reactor e incorporar isobutano al reactor. La relación de masa del etileno al isobutano incorporado al reactor es suficientemente baja para evitar el taponamiento del mecanismo de derivación continua.

45 Se proporciona un proceso para operar un reactor de polimerización de bucle. El proceso incluye incorporar etileno al reactor, incorporar isobutano al reactor, incorporar un catalizador de la polimerización al reactor, hacer circular una

suspensión fluida que comprende etileno sin reaccionar y partículas de polietileno sólidas en el isobutano a través del reactor, extraer en forma continua una porción de la suspensión fluida a través de una pluralidad de mecanismos de derivación continua, y lavar en forma continua con isobutano a través de la línea de extracción de la suspensión de un mecanismo de derivación continua inactivo. De esta manera, se proporciona un "reposición en caliente" o "reserva en caliente" para el reactor.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Las FIG. 1(a) y (b) muestran los reactores de bucle y los sistemas de recuperación del polímero.

La FIG. 2 es una sección transversal a lo largo de la línea 2--2 de la FIG. 1(a) que muestra un mecanismo de derivación continua.

La FIG. 3 es una sección transversal a lo largo de la línea 3--3 de la FIG. 2 que muestra una disposición de válvula de pistón en el mecanismo de derivación continua.

La FIG. 4 muestra un mecanismo de derivación continua y el sistema de control.

La FIG. 5 es una vista lateral de un codo del reactor de bucle que muestra un mecanismo de derivación continua.

La FIG. 6 es una sección transversal a lo largo de la línea 6--6 de la FIG. 5 que muestra la orientación de dos de los mecanismos de derivación continua.

La FIG. 7 es una vista lateral de un codo del reactor de bucle que muestra la colocación de una pluralidad de mecanismos de derivación continua.

La FIG. 8 es una sección transversal de una porción de un reactor de bucle y dos mecanismos de derivación continua.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El proceso y el aparato presentes se refieren a la derivación continua o extracción de una porción de la suspensión fluida en un reactor de bucle. Esto facilita la operación del reactor de bucle a una concentración de sólidos mucho mayor. En particular, el proceso y el aparato presentes se refieren especialmente a los reactores de bucle grandes que tienen derivación continua en vez de pilares fijos. La presente técnica facilita la operación confiable de tales reactores grandes y la extracción confiable del producto.

El proceso y el aparato presentes son aplicables a cualquier polimerización de olefinas en un reactor de bucle que produce una suspensión de partículas de poliolefina sólidas en un medio líquido. Los monómeros olefinicos adecuados son 1-olefinas que tienen hasta 8 átomos de carbono por molécula y ninguna ramificación más cercana al doble enlace que la posición 4. El proceso y el aparato presentes son particularmente adecuados para la homopolimerización del etileno y la copolimerización del etileno y una 1-olefina superior tal como buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno o 1-deceno. Se prefiere especialmente etileno y 0,01 a 10 por ciento en peso, preferiblemente 0,01 a 5 por ciento en peso, con máxima preferencia 0,1 a 4 por ciento en peso de olefina superior basada en el peso total del etileno y comonómero. Alternativamente se puede usar suficiente comonómero para dar las cantidades descritas antes de incorporación del comonómero en el polímero. Tales polímeros también se denominan como polietileno en la presente.

Los diluyentes adecuados (a diferencia de los solventes o monómeros) son bien conocidos en la técnica e incluyen hidrocarburos que son inertes y líquidos en las condiciones de reacción. Los hidrocarburos adecuados incluyen isobutano, propano, n-pentano, i-pentano, neopentano y n-hexano, se prefiere especialmente isobutano.

En forma adicional, las presentes técnicas se pueden emplear cuando el monómero es el medio líquido para la polimerización de olefinas. Por ejemplo, las presentes técnicas se pueden usar para la polimerización del propileno cuando el propileno es el medio líquido, y un diluyente inerte no está presente en ninguna cantidad sustancial. Un diluyente aún se puede usar para el catalizador. Para ilustración, pero no como limitación, la presente invención se describirá en relación con un proceso de polietileno mediante el uso de un diluyente inerte como el medio líquido, pero se considera que la presente invención también se puede emplear cuando el monómero se usa como el medio líquido y puede tomar el lugar del diluyente en las siguientes descripciones.

Los catalizadores adecuados son bien conocidos en la técnica. Particularmente adecuado es el óxido de cromo sobre un soporte tal como sílice, descrito en términos generales, por ejemplo, en la Patente U.S. Núm. 2.825.721. Se pueden usar los catalizadores Ziegler, metalocenos, y otros catalizadores de poliolefina bien conocidos, así como cocatalizadores.

Los detalles adicionales respecto del aparato del reactor de bucle y los procesos de polimerización se pueden hallar en las Patentes U.S. Núm. 4.674.290; 5.183.866; 5.565.174; 5.624.877; 6.005.061; 6.045.661; 6.051.631; 6.114.501; y 6.420.497.

Con referencia a los dibujos, la FIG. 1(a) muestra un reactor de bucle 10 que tiene ocho segmentos verticales 12, segmentos horizontales superiores 14 y segmentos horizontales inferiores 16. Los segmentos horizontales se

5 pueden reemplazar por los segmentos curvados o curvas continuas de modo que el reactor no contenga esencialmente trayectorias de flujo horizontales, como se muestra en la FIG. 1(b). En la FIG. 1(a), estos segmentos horizontales superiores e inferiores definen zonas superiores e inferiores de flujo horizontal. En la FIG. 1(b), los segmentos curvados superiores e inferiores 14a y 16a toman los lugares de los segmentos horizontales. El reactor se enfría por medio de intercambiadores de calor formados por la cañería 12 y la camisa 18. Cada segmento está conectado al próximo segmento por una curva suave o codo 20 de este modo proporciona una trayectoria de flujo continuo sustancialmente libre de obstrucciones internas. La suspensión fluida circula por medio de un impulsor dirigido por el motor 24. El monómero (y comonomero, si hubiera) y el diluyente fresco se introducen a través de las líneas 26 y 28 respectivamente que pueden ingresar en el reactor directamente en uno (como se muestra FIG. 1(a)) o una pluralidad (como se muestra en la FIG. 1(b)) de lugares o se pueden combinar con la línea de diluyente reciclado 30 mostrada. En la FIG. 1(b) la línea de diluyente reciclado se divide para proporcionar cuatro puntos de alimentación 30a, 30b, 30c, y 30d. Durante la puesta en marcha inicial de un reactor de bucle que tiene uno o más mecanismos de derivación continuos, se ha hallado conveniente aumentar la cantidad de diluyente reciclado incorporado al reactor, con respecto al etileno incorporado al reactor. Por ejemplo, se ha hallado que una relación de flujo de masa de 1:1 de etileno e isobutano reciclado durante la puesta en marcha inicial reduce el taponamiento del mecanismo de derivación continua. También se pueden usar relaciones de flujo de masa menores, por ejemplo, 4:5 o 2:3. El catalizador se introduce por el medio de introducción del catalizador 32 que proporcionan una zona (lugar) para introducción del catalizador.

20 Un mecanismo de derivación continua para la extracción de una suspensión del producto intermedio se denomina en términos generales por carácter de referencia 34. El mecanismo de derivación continua 34 se ubica en o adyacente a un extremo, preferiblemente un extremo corriente abajo, de uno de los segmentos horizontales inferiores 16 o los segmentos curvados inferiores 16a o adyacente o sobre un codo de conexión 20. Una ventaja del mecanismo de derivación continua 34 es que puede eliminar la necesidad de segmentos horizontales. Los pilares fijos normalmente se fijaron a los segmentos horizontales. El uso de los mecanismos de derivación continuos facilita el uso de segmentos curvados preferibles. El mecanismo de derivación continua 34 se muestra en el extremo corriente abajo de un segmento horizontal inferior del reactor de bucle. La ubicación puede ser en un área cercana del último punto del bucle donde el flujo gira hacia arriba antes del punto de introducción del catalizador de modo de permitir que al catalizador fresco el máximo tiempo posible en el reactor antes de que pase primero un punto de derivación. En la presente se prefiere localizar una derivación continua en un codo de flujo ascendente (un codo en el que la suspensión fluida gira hacia arriba para fluir a un segmento vertical). Sin embargo, el mecanismo de derivación continua se puede fijar a cualquier segmento, codo o curva.

35 Como se describe en la patente U.S. Núm. 6.239.235, los procesos de polimerización que utilizan la derivación continua en vez de un pilar fijo tradicional para la derivación de la suspensión están favorecidos para los reactores grandes. La patente U.S. Núm. 6.239.235 describe un proceso de polimerización de olefina en el que monómero, diluyente y catalizador circulan en un reactor de bucle continuo y la suspensión se extrae por el uso de un mecanismo de derivación continua. El proceso se puede emplear en las zonas de reacción de bucle mayores que  $114 \text{ m}^3$  (30.000 galones). Asimismo, se describen concentraciones de sólidos del polímero del reactor de más de 40 por ciento en peso, y preferiblemente mayor que 50 por ciento.

40 El segmento del reactor al que se fija el mecanismo de derivación continua puede ser de diámetro más grande para identificar el flujo y en consecuencia permitir también la estratificación del flujo de modo que la suspensión derivada pueda tener una concentración de sólidos aun mayor.

45 La porción extraída de la suspensión fluida (la suspensión del producto intermedio) se pasa por medio del conducto 36 al equipo de separación corriente abajo, por ejemplo una cámara de evaporación instantánea de presión alta 38 (también denominada como separador de gas instantáneo). El conducto 36 incluye un conducto circundante 40 que se proporciona con un fluido calentado que proporciona calentamiento indirecto al material en suspensión en el conducto de línea de evaporación instantánea 36. El conducto 36 preferiblemente tiene curvas que giran de modo amplio. Por ejemplo, es conveniente que el radio de la pared interna de cualquier curva (si se observa como parte de un círculo) pueda ser de al menos 0,91 m (3 pies), alternativamente al menos 1,22 m (4 pies), alternativamente al menos 1,52 m (5 pies). La FIG. 7 muestra un círculo imaginario y su radio definido por un segmento curvado. Además, el conducto 36 se puede aumentar de tamaño para permitir que la vaporización ocurra sin restricción de las velocidades. El conducto 36 puede estar rodeado por varias secciones de conducto circundante 40 para proporcionar mayor control sobre el calentamiento de la línea de evaporación. Por ejemplo, un calentador de la línea de evaporación puede tener 20 o más secciones del conducto circundante, con control de temperatura común o individual. El conducto circundante 40 se debe proporcionar con vapor de baja presión para evitar la fusión de las partículas de polímero sólidas que se desplazan través del conducto de la línea de evaporación 36.

50 En algunos sistemas que utilizan un calentador de la línea de evaporación, algo o todo el diluyente se evaporará instantáneamente en la línea de evaporación 36 antes de la introducción en la cámara de evaporación instantánea 28. Sin embargo, los términos "cámara de evaporación instantánea" y "tanque de evaporación instantánea" aun se usan con frecuencia para el tanque que sigue la línea de evaporación, donde el diluyente vaporizado se separa de los sólidos poliméricos. El "tanque de evaporación instantánea" o "cámara de evaporación instantánea" se usa aun cuando hay poca o ninguna evaporación en el tanque de evaporación instantánea si el total o sustancialmente el

total del diluyente se vaporiza en la línea de evaporación. En los diseños actuales que tienen las líneas de evaporación que descargan a presiones altas y sin dispositivos de secado corriente abajo, se intenta diseñar las líneas de evaporación de modo que haya poca a ninguna caída de presión en el ingreso al tanque de evaporación instantánea con esencialmente todos los líquidos que se vaporizan antes de entrar al recipiente.

5 El diluyente vaporizado sale de la cámara de evaporación instantánea de alta presión 38 a través del conducto 42 para el procesamiento adicional que incluye la condensación por intercambio de calor simple mediante el uso del condensador de reciclado 50, y retorna al reactor de bucle, sin la necesidad de compresión, por medio de la línea del diluyente reciclado 30. El condensador de reciclado 50 puede utilizar cualquier fluido intercambiador de calor conocido en la técnica en cualquiera de las condiciones conocidas en la técnica. Sin embargo, preferiblemente se usa un fluido a una temperatura que se pueda proporcionar en forma económica. Un intervalo de temperatura deseable para este fluido es 40 grados F a 130 grados F. Las partículas de polímero se extraen de la cámara de evaporación instantánea de alta presión 38 por la línea 44 para el procesamiento adicional mediante el uso de técnicas conocidas en la técnica. Las partículas de polímero pueden pasar a la cámara de evaporación instantánea de presión baja 46 (o directamente a una zona de purga) y a partir de este momento se recupera como producto polimérico por medio de la línea 48. El diluyente separado pasa a través del compresor 47 a la línea 42. Este diseño de evaporación instantánea de alta presión se describe ampliamente en la Patente U.S. Núm. 4.424.341.

10 La derivación continua no solo permite la mayor concentración de sólidos corriente arriba en el reactor, sino que también permite la mejor operación de la evaporación instantánea de alta presión, de este modo permite que la mayor parte del diluyente extraído sea evaporado y reciclado sin compresión. En efecto, 70 a 90 por ciento o más del diluyente generalmente se puede recuperar de esta manera. Preferiblemente 90 a 95 por ciento o más del diluyente se recupera de esta manera. Debido a que el flujo de la suspensión del producto es continuo en vez de intermitente, los calentadores de la línea de evaporación funcionan mejor. Asimismo las líneas de evaporación se pueden diseñar con una cantidad apropiada de caída de presión para obtener velocidades altas y coeficientes de transferencia de calor altos y para limitar el flujo máximo. En tales diseños, la presión de salida de CTO será superior que lo que podría ser de otro modo. La caída de presión después de la válvula de derivación continua (que regula la velocidad del flujo continuo fuera del reactor) no es tan drástica como la caída de presión después de la válvula de encendido de un pilar de fijación. Con los pilares de fijación, la temperatura de la suspensión en la línea de evaporación es superior, y menos calor se transfiere a la suspensión, lo que hace que el calentador de la línea de evaporación sea menos eficiente.

15 La FIG. 2 muestra un segmento curvado 16a con un mecanismo de derivación continua 34 en más detalle. El mecanismo de derivación continua normalmente al menos incluye una línea de extracción de la suspensión en comunicación fluida con el reactor y una válvula para controlar el flujo de la suspensión a través de esta línea. El mecanismo de derivación continua mostrado en la FIG. 2 comprende un cilindro de derivación 52 unido al reactor con una pestaña 53, una línea de extracción de la suspensión 54, una válvula interruptora de emergencia 55 (o válvula de bloqueo), una válvula de motor proporcional 58 (la válvula CTO) para regular el flujo y una línea de lavado 60. El cilindro 52 no necesita extenderse en el reactor; en efecto, la extensión de una prominencia en un reactor de suspensión de bucle puede producir una acumulación de polímero alrededor de la prominencia. Sin embargo, en algunas circunstancias el cilindro puede extenderse en el reactor. La entrada del diluyente generalmente se mantiene constante, la válvula motor proporcional 58 se usa para controlar la velocidad de la extracción continua para mantener la presión del reactor total dentro de los puntos de ajuste designados. Una línea de evaporación manual también puede ser conectada con la línea de evaporación corriente abajo de la válvula de motor proporcionada 58. La entrada del diluyente se puede ajustar sobre la base lógica que calcula y controla los porcentajes de peso de los sólidos en el reactor.

20 FIG. 3, que se toma a lo largo de la línea 3--3 de la FIG. 2, muestra una curva suave o codo 20 asociado con la derivación continua 34 con más detalle, el codo 20 de este modo es un codo que porta un apéndice. Tal como se muestra, un cilindro de derivación 52 se fija en ángulo recto a una tangente de la superficie exterior del codo. Una línea de extracción de la suspensión 54 sigue al cilindro de derivación 52. Dentro del cilindro de derivación 52 se dispone una válvula de pistón 62 que tiene dos propósitos. Primero, proporciona un mecanismo de limpieza simple y confiable para el cilindro de derivación si este en algún momento se contamina con el polímero. Segundo, puede servir como una válvula interruptora simple y confiable para el ensamble de derivación continua completo. Al cerrar los mecanismos de derivación continuos de repuesto con una válvula de pistón, se evita el taponamiento.

25 La FIG. 4 muestra un nuevo esquema y sistema de control para el mecanismo de derivación continua. La FIG. 4 muestra la línea de extracción de la suspensión 54 que lleva a una válvula de bloqueo 66, que se puede accionar con un controlador lógico programable 68. La válvula de bloqueo 66 también se puede controlar en forma remota. La válvula de bloqueo 66 se cierra automáticamente en determinadas situaciones. Por ejemplo, si se detecta una caída de presión significativa del reactor, la lógica puede causar que la válvula de bloqueo 66 se cierre en el caso de que haya una filtración corriente abajo en la línea de extracción de la suspensión 54. La válvula de bloqueo 66 también puede servir como respaldo de la válvula de pistón cerrada 62 y prevenir la filtración de hidrocarburos. Cuando la válvula de bloqueo 66 se cierra, el mecanismo de derivación continua no remueve la suspensión del reactor para la recuperación corriente abajo.

Se ha hallado conveniente mantener al menos un mecanismo de derivación continua en el estado inactivo por el cierre de la válvula de bloqueo 66 (u otra válvula corriente abajo) más que la válvula de pistón 62. Una derivación continua es inactiva si no se usa para extraer la suspensión del producto como parte de la producción comercial normal de la poliolefina. La línea de lavado 70 y válvula de lavado 72 también se pueden operar para incorporar automáticamente diluyente a la línea de extracción de la suspensión 54 si una válvula corriente abajo o válvula de bloqueo se cierra o tapa. Al cerrar la válvula de bloqueo 66 u otra válvula corriente abajo pero dejar la válvula de pistón 62 abierta, el mecanismo de derivación continua se puede mantener como "reposición en caliente" o "reserva en caliente" que se puede poner en uso en forma rápida, esencialmente instantánea, remota, y/o automática si es necesario. Al mantener un mecanismo de derivación continua de "reposición en caliente", un mecanismo de derivación continua adicional se puede poner en operación rápidamente (dentro de 1 minuto o menos) durante determinadas situaciones y evitar la presión alta en el reactor. El mecanismo de derivación continua se puede mantener como una reposición en caliente por la incorporación continua de diluyente a través de la línea de lavado 70 y la válvula de lavado 72 cuando la válvula de bloqueo 66 se cierra. Alternativamente, una reposición en caliente puede tener la válvula de bloqueo abierta y otra válvula corriente abajo (por ejemplo, la válvula motor proporcional 58 o la válvula CTO 74) cerrada. En este caso, la línea de lavado 70 y la válvula de lavado 72 se pueden ubicar corriente abajo de la válvula de bloqueo 66. La línea de lavado 70 y la válvula de lavado 72 también se pueden operar para incorporar automáticamente diluyente a la línea de extracción de la suspensión 54 si el mecanismo de derivación continua se cierra o tapona. Es muy conveniente equipar al reactor de bucle con al menos un mecanismo de derivación continua que exista como un repuesto, en caso de que el mecanismo de derivación continua activa se tapone, que es un riesgo significativo durante la operación.

Después de la válvula de bloqueo 66, en la FIG. 4 la línea de evaporación instantánea lleva a la válvula de derivación continua (CTO) 74 (que puede ser una válvula motor proporcional). La válvula CTO 74 puede ser cualquier válvula adecuada para una suspensión, pero se prefiere una válvula de bola en V. Las válvulas Vee-ball® Rotary Control están disponibles en Fisher Controls International, Inc. of Marshalltown, Iowa. Los detalles respecto de las válvulas de bola en V se pueden hallar en la Patente U.S. Pat. Núm. 5.016.857. Preferiblemente, las válvulas de bola en V tienen un tamaño de cuerpo nominal mayor que 1 pulgada, tal como 1½ pulgada (38,1 mm) o más grande. La válvula CTO 74 se puede controlar en forma automática o manual. Preferiblemente, la válvula CTO se controla de modo que se abra entre 20% y 85%, alternativamente 20% a 70%, de su capacidad de salida. La operación a capacidades de salida menores tiende a producir taponamiento y la operación a capacidades de salida mayores tiende a impedir la evaporación del diluyente por los calentadores de la línea de evaporación instantánea. En la FIG. 4, la válvula CTO 74 se muestra en una línea de fluido horizontal, pero se ha hallado que la válvula CTO también se puede disponer en una línea vertical sin taponamiento.

En la FIG. 4, se muestra un control automático en la forma de un controlador programable 76, que ajusta la válvula CTO 74 en respuesta a una o más señales de entrada. Las señales de entrada de la FIG. 4 son de transmisores de presión 78 y 79 sobre las líneas de alimentación 80 y 81 al reactor de bucle. Sin embargo, la señal de entrada puede ser indicadora de la presión (u otro parámetro) en el reactor o en el equipamiento corriente abajo, tal como la línea de evaporación instantánea o una cámara de evaporación instantánea.

Un transmisor de presión 82 se puede ubicar corriente abajo de la válvula CTO 74. El transmisor de presión 82 se puede emplear para detectar el taponamiento de la válvula CTO 74 (por la detección de disminución de presión o flujo o apertura de válvula anormal para un flujo determinado) y señala una presión indicadora 84 del potencial taponamiento. Preferiblemente, el indicador de presión es un indicador de presión tipo diafragma.

La FIG. 5 muestra una orientación angulada del cilindro de derivación 52. El cilindro de derivación se muestra en un ángulo, alfa, en un plano que es (1) perpendicular a la línea central del segmento horizontal 16 y (2) ubicado en el extremo corriente abajo del segmento horizontal 16. El ángulo con este plano se toma en la dirección corriente abajo del plano. El vértice para el ángulo es el punto central del radio del codo que se muestra en la FIG. 5. El plano se puede describir como el plano transversal del segmento horizontal. En la presente el ángulo representado es de aproximadamente 24 grados. Segundo, se muestra una pluralidad de apéndices de derivación continua, 34 y 34a. Tercero, se muestra un apéndice, 34 orientado en un plano de la línea central vertical del segmento inferior 16, y el otro, 34a, ubicado en un ángulo a tal plano como se mostrará con más detalle en la FIG. 6.

Los cilindros de la derivación continua son menores que los pilares de fijación convencionales. Aún tres apéndices de derivación continua de ID de 50,8 mm (2 pulgadas) pueden extraer tanta suspensión del producto como los pilares de fijación de ID 203,2 mm (8 pulgadas). Esto es significativo porque en los reactores de bucle comerciales de capacidad de 57-68 m<sup>3</sup> (15.000-18.000 galones), se requieren pilares de fijación de 203,2 mm (8 octavos de pulgada). No es conveniente aumentar el tamaño de los pilares de fijación debido a la dificultad de obtener válvulas confiables para diámetros más grandes. Los reactores de 114 m<sup>3</sup> (30.000 galones) o más se benefician del proceso y el aparato presentes. En general los cilindros de la derivación continua tendrán un diámetro interno nominal dentro del intervalo de aproximadamente 25,4 mm (1 pulgada) a aproximadamente 203,2 mm (8 pulgadas). Preferiblemente ellos tendrán aproximadamente diámetro interno 2 a aproximadamente 50,8 – 76,2 mm (3 pulgadas). A medida que la línea se extiende del reactor, el diámetro puede aumentar o disminuir gradualmente para proporcionar el efecto deseado sobre la presión y/o flujo dentro de la línea. La línea puede reducir gradualmente el diámetro que lleva a la válvula CTO (y gradualmente aumentar el diámetro después de pasar la válvula CTO) a fin de adaptar el tamaño de

la válvula control, mantener una velocidad de suspensión alta y/o no proporcionar bordes agudos que pueden llevar a la acumulación del polímero. Por ejemplo, una línea de diámetro 50,8 mm (2 pulgadas) puede estrecharse gradualmente a un diámetro de 38,1 mm (1,5 pulgadas) respecto de 76,2 mm (3 pulgadas) antes de la válvula CTO 74, y posteriormente se estrecha en forma inversa del diámetro 38,1 mm (1,5 pulgadas) a 50,4 mm (2 pulgadas) respecto de una distancia similar después de la válvula CTO 74. En la FIG. 4, los conductos o mandriles estrechados 86 y 88 se muestran antes y después de la válvula CTO 74. No obstante, es importante asegurar que no existen ensanchamientos o contracciones súbitos de los diámetros de las líneas, ya que podrían conducir al taponamiento. Preferiblemente, la carcasa de la válvula CTO tiene una pestaña para la fijación a los apéndices huecos a través del cual fluye la suspensión extraída. Por la misma razón, es importante asegurar las conexiones sin problemas entre las cañerías y sin desalineamientos entre las conexiones de la cañería.

La FIG. 6 se toma a lo largo de la línea 6-6 de la FIG. 5 y muestra el cilindro de derivación 34a fijado a un lugar que se orienta a un ángulo, beta, a un plano vertical que contiene la línea central del reactor. Este plano se puede denominar como el plano central vertical del reactor. Este ángulo se puede tomar de cada lado del plano o de ambos lados si no es cero. El vértice del ángulo se ubica en la línea central del reactor. El ángulo está contenido en un plano perpendicular a la línea central de reactor como se muestra en la FIG. 6.

Cabe mencionar en la presente que existen tres conceptos de orientación. Primero está el ángulo de unión (en otras palabras, el ángulo entre la superficie del reactor y el cilindro de derivación), por ejemplo aproximadamente 30 grados como en la FIG. 2 y aproximadamente 90 grados (perpendicular) como en la FIG. 3. El ángulo de fijación puede ser tangencial o perpendicular o cualquier ángulo entre 0 y 90 grados, alternativamente de aproximadamente 20 a aproximadamente 80 grados, alternativamente de aproximadamente 30 a aproximadamente 60 grados. Segundo es el ángulo de la curva, es decir, la orientación respecto de cuán arriba de la curva del codo está la fijación, representada por el ángulo alfa (FIG. 5). El ángulo curvo puede ser cualquiera de 0 a 90 grados pero es preferiblemente 20 a 70 grados, alternativamente 40 a 60 grados, alternativamente 45 a 70 grados. Se pueden seleccionar diferentes ángulos de acuerdo con muchos factores, que incluyen la dirección del flujo de la suspensión (ascendente o descendente). Por ejemplo, el ángulo curvo puede ser 45 grados. Como otro ejemplo, el ángulo curvo puede ser 70 grados. Tercero es el ángulo, beta, desde el plano central del segmento longitudinal (FIG. 6). Este ángulo del plano central puede ser de 0 a 60 grados, preferiblemente 0 a 45 grados, más preferiblemente 0 a 20 grados, con máxima preferencia aproximadamente 0 grados.

La FIG. 7 es una vista lateral de un codo del reactor de bucle que muestra la ubicación de una pluralidad de mecanismos de derivación continuos. Se muestran cuatro mecanismos de derivación continuos, aunque solo dos son activos; los otros dos mecanismos de derivación continuos se proporcionan como opciones o repuestos. En la FIG. 7, las derivaciones continuas 34d y 34e se ubican en ángulos curvos de 30 grados y 60 grados en el pilar del flujo descendente (es decir, el pilar a través del cual la suspensión fluida fluye hacia abajo), y las derivaciones continuas 34f y 34g de 70 grados y 40 grados sobre el pilar de flujo ascendente (es decir, el pilar a través del cual la suspensión fluida fluye hacia arriba). En general, se prefieren los intervalos de 0-60 grados sobre un pilar de flujo descendente y un intervalo de 30-90 grados, más preferiblemente 70-90 grados, sobre un pilar de flujo ascendente.

La FIG. 8 muestra una sección transversal de un segmento horizontal de un reactor de bucle y dos mecanismos de derivación continuos 34b y 34c. Estos mecanismos de derivación continuos 34b y 34c se disponen a lo largo de un segmento horizontal del reactor de bucle 10 y forman el ángulo gamma con el borde inferior del segmento horizontal. El ángulo gamma es mayor que 0 grados y menor o igual a 90 grados. Esta disposición es especialmente adecuada para un reactor de bucle horizontal que no tiene codos de flujo ascendente o descendente. En otras palabras, esta disposición es adecuada para el reactor de bucle horizontal donde los segmentos mayores y los segmentos menores se disponen en un plano esencialmente horizontal. Los segmentos horizontales no necesitan extenderse a lo largo de un eje perfectamente horizontal sino que más bien pueden ser sustancialmente horizontales. Por ejemplo, un segmento horizontal se puede ubicar en una inclinación o ángulo que está entre 0 y 15 grados de un plano horizontal verdadero.

Con volúmenes de reactor más grandes y concentraciones de sólidos mayores, se debe continuar para asegurar que la válvula de derivación continua no sea taponada. Las concentraciones de sólidos mayores aumentan la oportunidad de las partículas o aglomerados de polímero mayores en la suspensión fluida y en consecuencia aumentan el riesgo del taponamiento de la válvula de derivación continua. Los volúmenes de reacción más grandes aumentan la pérdida económica debida a la pérdida de producción como un resultado del taponamiento de la válvula.

Se ha descubierto que el movimiento automático y/o regular de la válvula de derivación continua es útil para reducir o evitar casos de taponamiento de la válvula. El movimiento regular de la válvula de derivación continua puede lograr una reducción en casos del taponamiento de la válvula de derivación continua. El pulso de presión localizado corto creado por el movimiento de la válvula de derivación continua puede reducir el taponamiento por el forzamiento de los fragmentos o partículas poliméricas acumulados a través de la válvula. Sin embargo, la duración y la magnitud del pulso de presión no son tan grandes como para afectar significativamente la presión promedio del reactor de bucle. Al mover la válvula de derivación continua en intervalos regulares, independientemente de la detección del taponamiento, el operador puede destapar la válvula de derivación continua, asegurar la producción regular del polímero y evitar los problemas del taponamiento antes que ocurran.

5 Como otra alternativa del proceso y el aparato presentes, la válvula de derivación continua se ajusta en respuesta a la presión del reactor. El ajuste se puede obtener por el accionamiento de la válvula de derivación continua con un controlador de acuerdo con una señal particular, que puede ser una señal de un dispositivo de medición de la presión. Con tal sistema, las partículas o aglomerados más grandes pueden pasar a través de la válvula cuando la válvula está más abierta a la vez que controla la presión del reactor y se mantiene menos flujo cuando la válvula está menos abierta. El movimiento regular asegura que la válvula experimentará la producción máxima sobre una base regular, de este modo se proporcionan oportunidades regulares para pasar partículas o aglomerados más grandes del polímero que en la figuración del control cerrado/abierto previamente descrito.

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso de polimerización que comprende:
  - incorporar un material de alimentación que comprende al menos un monómero olefínico a una zona de reacción del bucle;
  - 5 polimerizar, en la zona de reacción del bucle, el monómero olefínico para producir una suspensión fluida que comprende partículas de polímero olefínico sólido;
  - extraer en forma continua una porción de la suspensión fluida a través de una pluralidad de líneas de extracción de suspensión activas;
  - controlar la presión de las líneas de extracción de suspensión activas; y
  - 10 abrir una línea de extracción de suspensión inactiva en respuesta a la presión controlada en una de las líneas de extracción de suspensión activas.
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que además comprende activar automáticamente la línea de extracción de suspensión inactiva cuando una de las líneas de extracción de suspensión activas está al menos parcialmente tapada.
- 15 3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 2, que además comprende
  - convertir la línea de extracción de suspensión inactiva en activa dentro de 1 minuto de detección del taponamiento.
4. Un aparato del reactor de bucle que se usa en el proceso de polimerización de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende:
  - 20 una pluralidad de segmentos mayores;
  - una pluralidad de segmentos menores, cada segmento menor que conecta dos de los segmentos mayores entre sí, por el cual los segmentos comprenden una trayectoria de flujo continuo;
  - al menos una alimentación de monómero unida fluidamente a la trayectoria de flujo continuo;
  - al menos una alimentación de catalizador unida fluidamente a la trayectoria de flujo continuo;
  - 25 al menos dos derivaciones continuas activas, cada una unida a la trayectoria de flujo continuo, y cada derivación continua comprende:
    - una línea de extracción de la suspensión en comunicación abierta con el reactor; y
    - una válvula de derivación dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión para la regulación del flujo de la suspensión a través de la línea de extracción de la suspensión;
    - 30 al menos una derivación continua inactiva unida a la trayectoria de flujo continuo, la derivación continua que comprende:
      - una línea de extracción de la suspensión en comunicación abierta con el reactor; y
      - una válvula de derivación dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión para regular el flujo de la suspensión a través de la línea de extracción de la suspensión.
  - 35 5. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que la derivación continua inactiva además comprende una línea de lavado conectada fluidamente para proporcionar diluyentes a la línea de extracción de la suspensión.
  6. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que las válvulas de derivación comprenden válvulas de bola en V que tienen un tamaño de cuerpo nominal de al menos 38,1 mm (1½ pulgada).
  - 40 7. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 6 en el que las derivaciones continuas además comprenden una válvula de bloqueo dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión corriente arriba de la válvula de bola en V y corriente abajo de la trayectoria de flujo continuo.
  8. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 que además comprende:
    - un transmisor de presión del monómero dispuesto en la alimentación del monómero; y
    - 45 un controlador que está configurado para recibir una señal de entrada del transmisor de presión del monómero, y el controlador está configurado para enviar una señal de salida para ajustar al menos una de las derivaciones continuas.
  9. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 8, que además comprende:

un transmisor de presión dispuesto en la línea de extracción de la suspensión corriente abajo de la válvula de derivación y conectado operativamente para proporcionar una señal al controlador; y

en el que la válvula de derivación es controlada automáticamente por el controlador, que ajusta la válvula de derivación en respuesta a una o más señales de entrada de los transmisores de presión sobre la alimentación del monómero y la línea de extracción de la suspensión.

- 5
10. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que la línea de extracción de la suspensión se estrecha antes de la válvula de derivación y se ensancha después de la válvula de derivación.
11. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que la trayectoria de flujo continuo tiene un volumen mayor que  $114 \text{ m}^3$  (30.000 galones).
- 10
12. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que al menos dos derivaciones continuas activas y al menos una derivación continua inactiva se disponen sobre uno de los segmentos menores.
13. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 que comprende al menos cuatro de las derivaciones continuas.
- 15
14. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que la trayectoria de flujo continuo está esencialmente libre de trayectorias de flujo horizontales.
15. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que los segmentos menores son curvas continuas que definen una porción de un círculo, y el círculo tiene un radio de al menos 0,91 m (3 pies).
16. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 4 en el que los segmentos mayores son sustancialmente horizontales.
- 20
17. Un aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 16 en el que los segmentos menores son sustancialmente horizontales.
18. Un mecanismo de derivación continua que se usa en el aparato del reactor de bucle de acuerdo con la reivindicación 5, el mecanismo que comprende:
- 25
- 1) una línea de extracción de la suspensión en comunicación fluida con el reactor;
  - 2) una válvula de derivación dispuesta a lo largo de la línea de extracción de la suspensión para regular el flujo de la suspensión a través de la línea de extracción de la suspensión;
  - 3) una línea de lavado conectada fluidamente para proporcionar diluyentes a la línea de extracción de la suspensión;
- 30
- 4) un controlador configurado para recibir una señal de entrada de al menos un transmisor de presión dispuesto sobre una alimentación del monómero, y el controlador está configurado para enviar una señal de salida para ajustar la válvula de derivación.
19. Un mecanismo de derivación continua de acuerdo con la reivindicación 18 en el que la línea de extracción de la suspensión tiene un diámetro reducido que lleva a y desde la válvula de derivación.

35

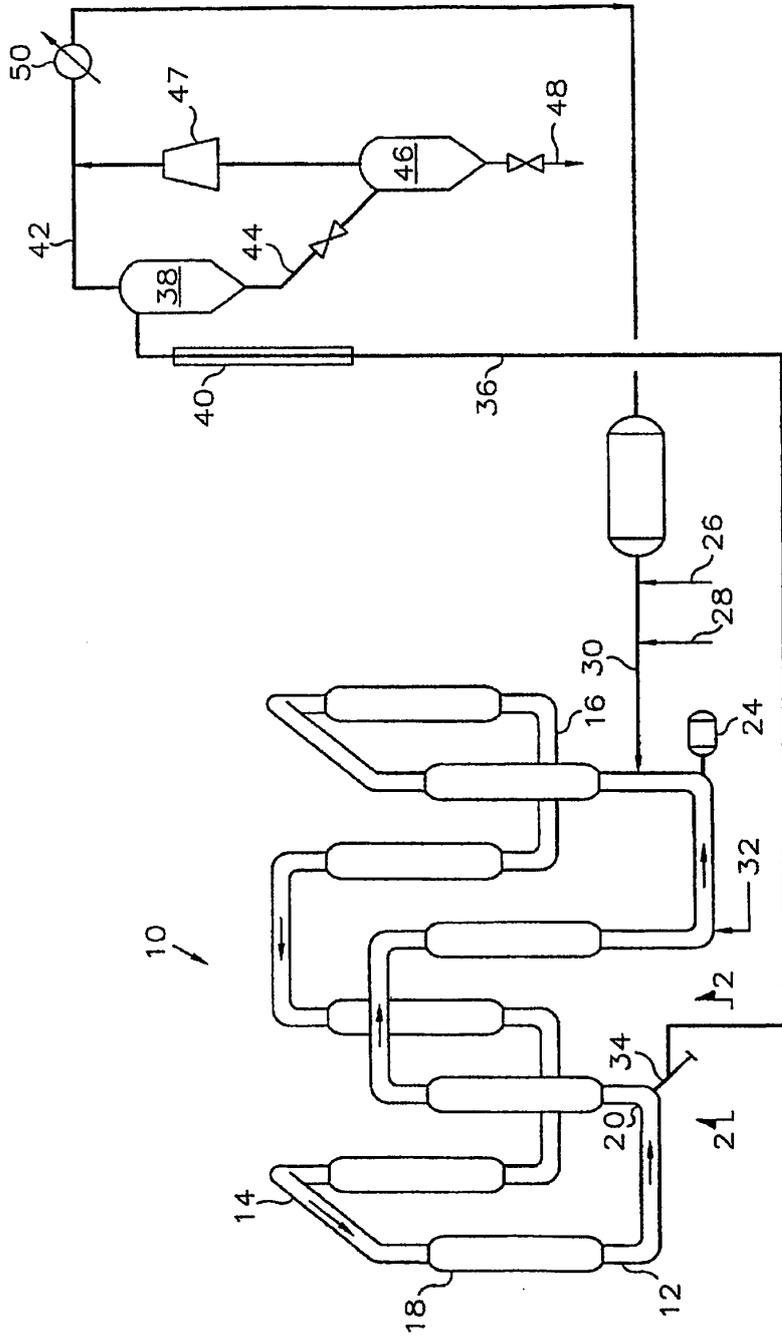


Fig. 1a

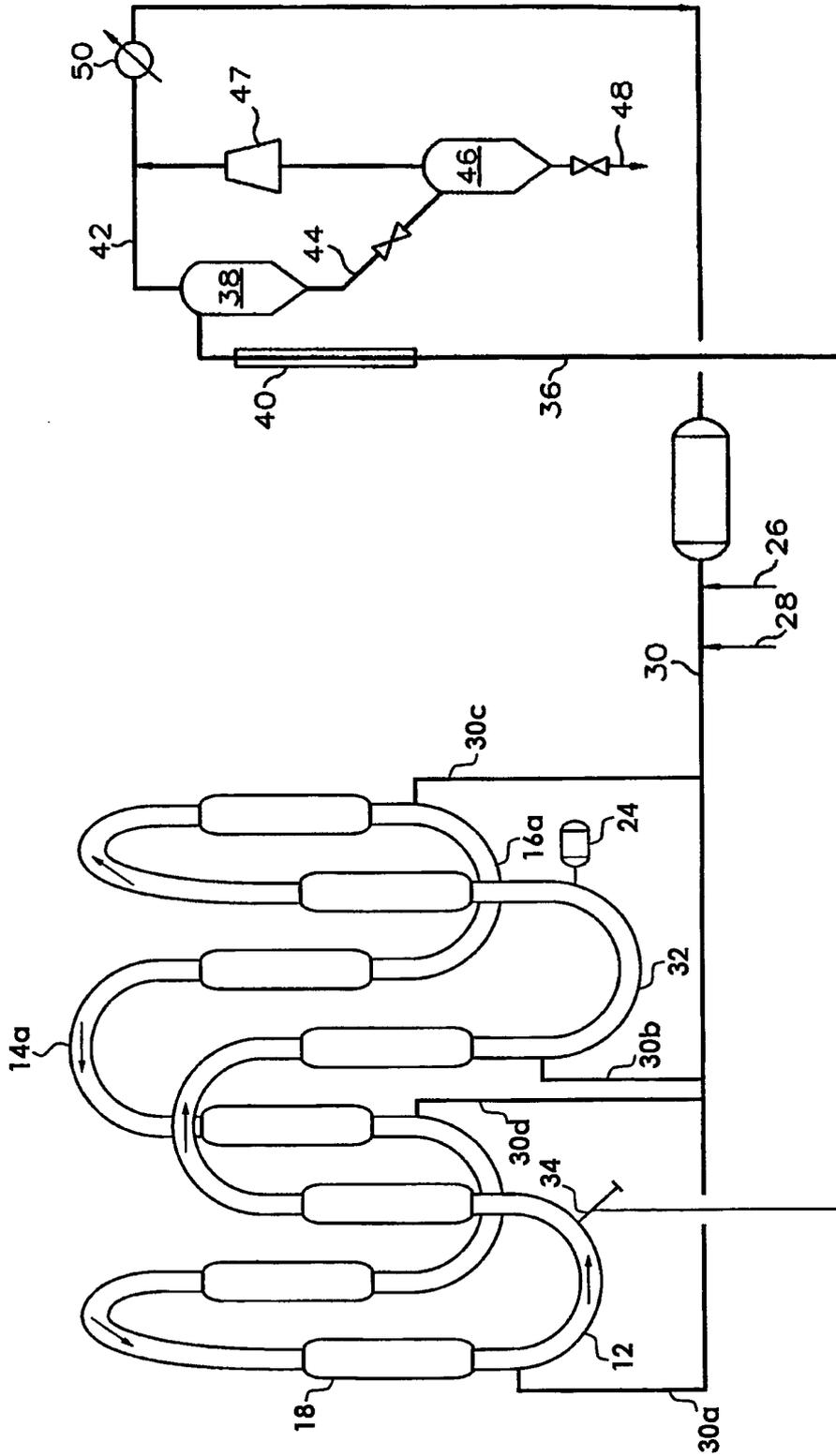


Fig. 1b

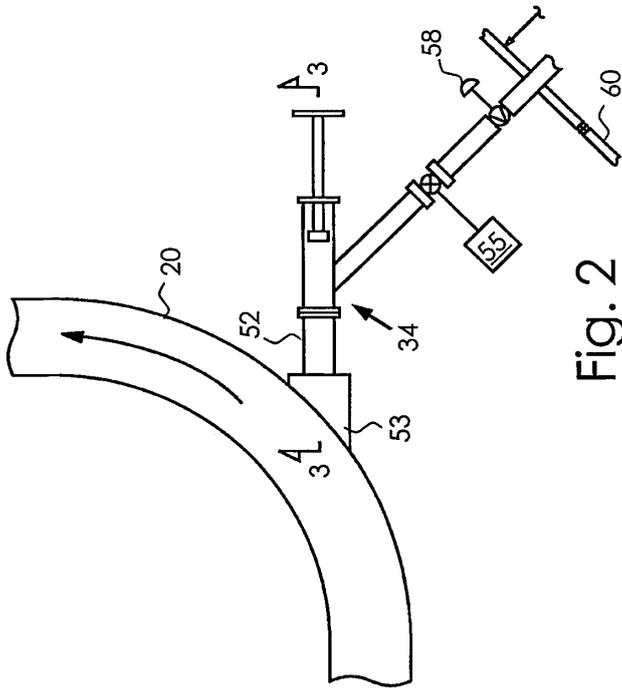


Fig. 2

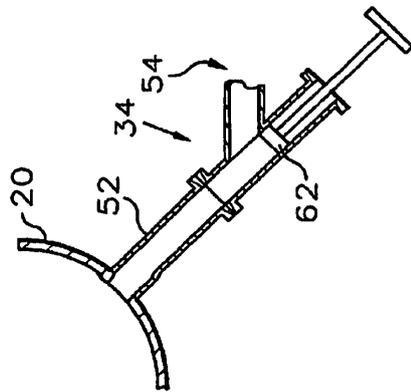


Fig. 3

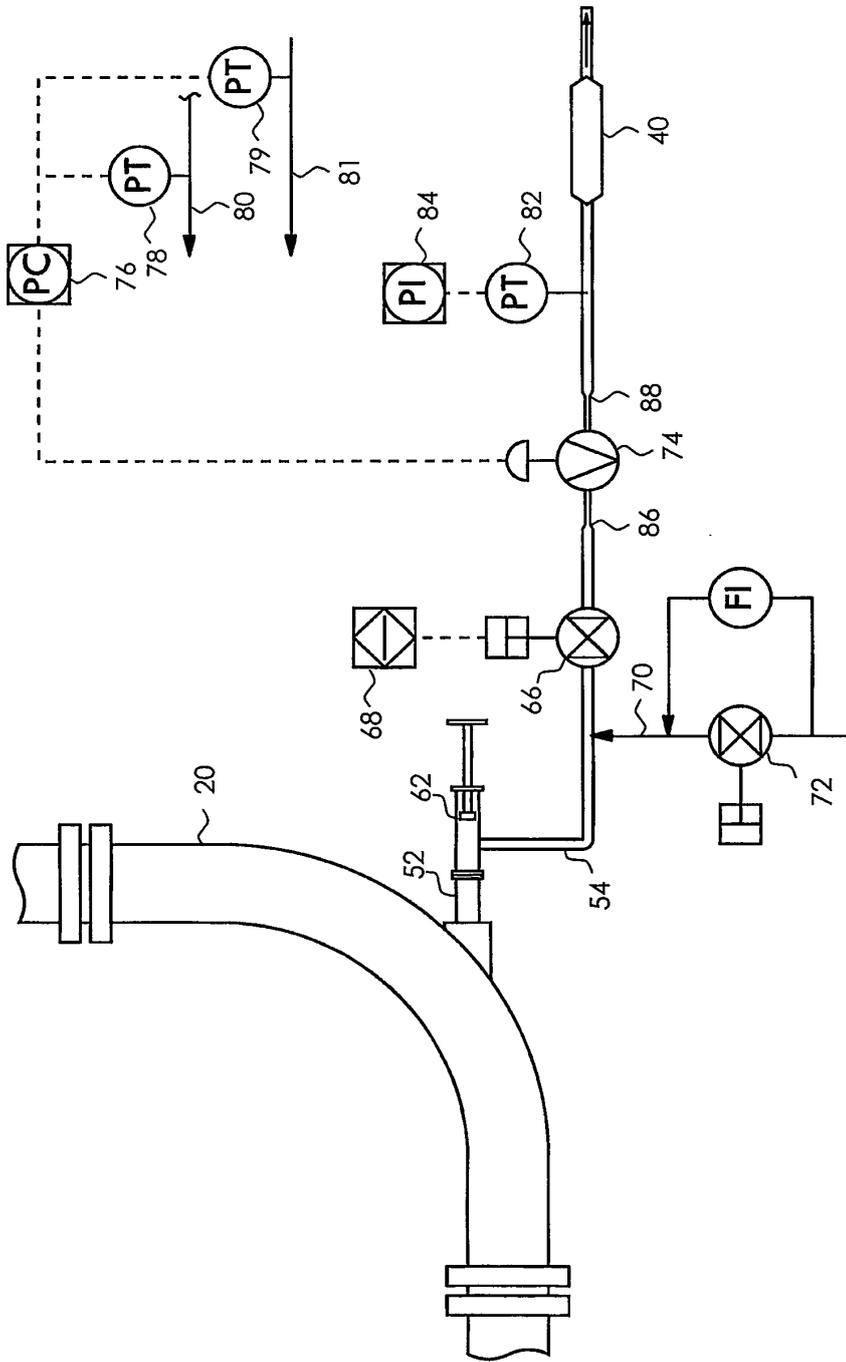


Fig. 4

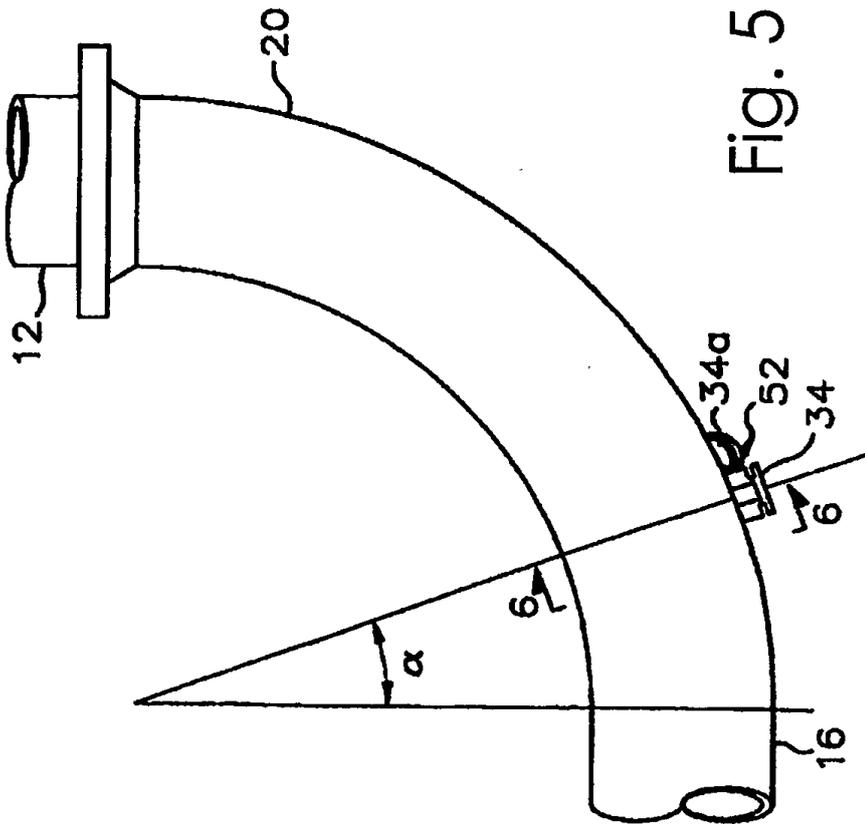


Fig. 5

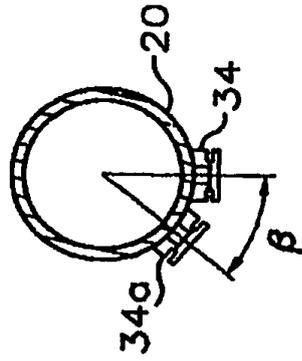


Fig. 6

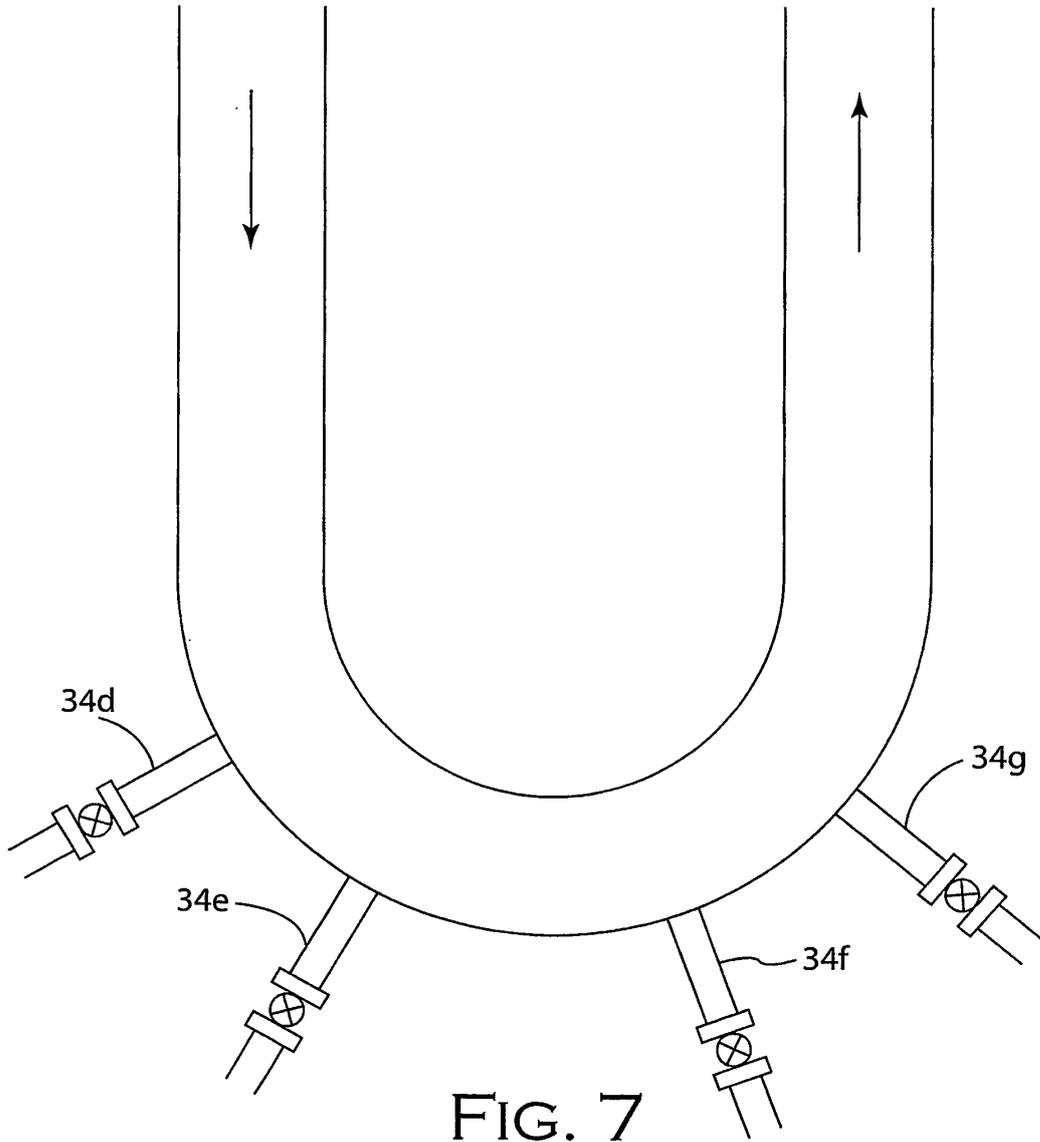


FIG. 7

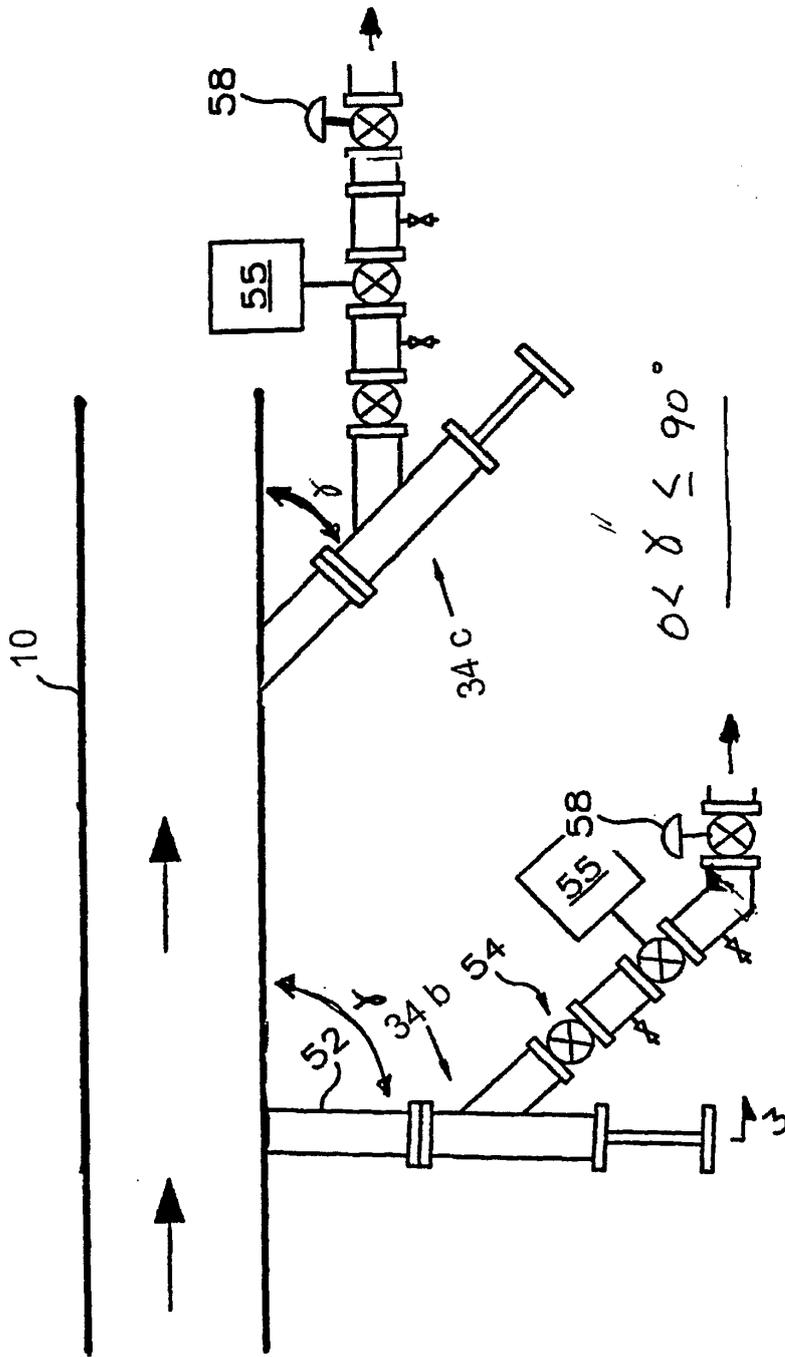


FIG. 8