



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 364 354**

51 Int. Cl.:
C08F 6/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04740226 .8**

96 Fecha de presentación : **28.06.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1641837**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.04.2006**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento de una poliolefina descargada de un reactor de polimerización de olefinas.**

30 Prioridad: **03.07.2003 GB 0315618**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
31.08.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
31.08.2011

73 Titular/es: **INEOS MANUFACTURING BELGIUM N.V.**
Scheldelaan 482
2040 Antwerpen, BE

72 Inventor/es: **Marissal, Daniel y**
Walworth, Brent

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 364 354 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).

DESCRIPCION

Procedimiento de tratamiento de una poliolefina descargada de un reactor de polimerización de olefinas

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para un tratamiento de una poliolefina descargada de un reactor de polimerización de olefinas, al tiempo que se reduce al mínimo la cantidad de diluyente que es transferido desde el reactor a un barril de purga de hidrocarburos y se maximiza la recuperación de dicho diluyente del barril de purga.

El procedimiento puede además incluir etapas para el tratamiento de la corriente de ventilación de purga emitida desde dicho barril de purga.

10 De acuerdo con modalidades prácticas, el procedimiento de la invención implica reducir al mínimo el exceso de diluyente gaseoso que es transferido desde un recipiente de vaporización instantánea, que opera a presión media aguas abajo de un reactor de polimerización de olefinas, al barril de purga de hidrocarburos durante la transferencia del polímero en bruto desde el reactor de polimerización.

15 En los así llamados procedimientos de polimerización de olefinas en "suspensión espesa" ya conocidos, el material polimérico en bruto procedente del reactor de polimerización, que opera bajo una presión comparativamente elevada (de 1×10^5 a 4×10^5 Pa (10 a 40 bares)) y a una temperatura (generalmente entre 60 y 110° C), se somete a una caída de presión o liberación de presión y la mayoría del gas recuperado se separa por decantación o centrifugado en un recipiente de recogida. Sin embargo, parte habitualmente 10 a 20% en peso del gas, no se separa y se transfiere al así llamado barril de purga que opera a una presión más baja. Esto significa que una cantidad grande de hidrocarburos gaseosos procedentes del reactor de polimerización debe comprimirse de nuevo a una presión elevada - en una etapa consumidora de tiempo y energía - antes de que puedan reciclarse en el reactor de polimerización.

25 Por otro lado, cuando se descarga del reactor de polimerización, la suspensión espesa de polímero en bruto se encuentra en forma de un material que contiene cantidades importantes de diluyente, cantidades más pequeñas de monómero o monómeros olefínicos sin reaccionar y que puede contener pequeñas cantidades de catalizador, cocatalizador, otros hidrocarburos y cualquier otro material dependiendo del procedimiento de producción utilizado (de aquí en adelante referidos con el término colectivo "contaminantes"). Después de la liberación de presión, la resina polimérica en bruto se separa al interior del barril de purga antes mencionado a presión atmosférica aproximadamente, en donde se utiliza nitrógeno para purgar estos contaminantes. La corriente de ventilación de purga de esta etapa contiene nitrógeno, diluyente, monómero olefínico y otros materiales específicos del procedimiento.

30 Se conocen diferentes técnicas para separar los constituyentes de la corriente de ventilación de purga y reciclarlos en el procedimiento de polimerización.

En US 5.769.927 se describe un método y un aparato basados en la separación de gases por medio de membranas selectivas para separar los constituyentes del gas de ventilación.

Otro medio común para separar y reciclar los constituyentes del gas de ventilación es la condensación bajo presión.

35 Aunque estas técnicas proporcionan resultados aceptables en lo que se refiere a rendimiento, el tratamiento del gas de ventilación es una operación molesta y consumidora de energía, debido parcialmente al hecho de que se recuperan grandes cantidades del gas de ventilación a presiones bajas (próximas a la presión atmosférica) y los principales constituyentes, tales como el monómero y el diluyente, han de ser comprimidos a una presión elevada antes de que puedan ser reciclados en el reactor de polimerización.

40 El objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento que reduce al mínimo las cantidades de productos útiles presentes a presión baja que han de ser reciclados en un procedimiento de polimerización.

Por tanto, en un primer aspecto, la presente invención proporciona un procedimiento para tratar una poliolefina descargada de un reactor de polimerización de olefinas que comprende la siguiente secuencia de etapas:

45 descargar de un reactor de polimerización una suspensión espesa que comprende poliolefina y diluyente;
someter dicha suspensión espesa a una liberación de presión, de manera que se evapora el diluyente y se forma una mezcla de poliolefina/gas;
descargar dicha mezcla de poliolefina/gas al interior de un recipiente de recogida;
controlar un nivel de poliolefina sedimentada en el recipiente de recogida;
transferir de forma discontinua la mezcla de poliolefina/gas del recipiente de recogida a un recipiente concentrador;
50 descargar dicho recipiente concentrador de tal manera que dicha mezcla de poliolefina/gas se transfiere al interior del barril de purga de hidrocarburos.

El significado de los siguientes términos, tal y como se emplean por toda la presente descripción, es como sigue.

El término “gas” significa un gas o un vapor.

5 El término “diluyente” significa un hidrocarburo líquido o gaseoso bajo condiciones normales (25° C, 1 x 10⁴ Pa (1 bar)), preferentemente un hidrocarburo saturado C₃-C₈ no polimerizable, usado como un portador del polímero en el reactor de “suspensión espesa”.

El término “suspensión espesa” significa una suspensión de partículas de polímero en un líquido o un gas.

El término “barril de purga” significa un dispositivo diseñado para liberar el polímero en bruto de los gases o líquidos atrapados en las partículas de polímero; incluye un barril de purga tradicional, un secador o cualquier otro dispositivo adecuado con un tiempo de residencia importante.

10 De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, el recipiente de recogida se llena, opcionalmente de forma continua, con la mezcla descomprimida de poliolefina/gas procedente de la salida de un reactor de polimerización.

15 La mezcla de poliolefina/gas se calienta preferentemente, en la línea de descarga del reactor al recipiente de recogida, preferentemente después de la descompresión. La temperatura de la mezcla de poliolefina/gas es idealmente una temperatura por encima del punto de rocío de la mezcla de gas, con suma preferencia de 5-10° C por encima del punto de rocío. El objeto de la invención consiste en conseguir polvo dentro del recipiente de recogida que se encuentre lo más seco posible tanto para reducir la carga de desgasificación en el sistema aguas abajo como también para mejorar la capacidad de flujo del polvo dentro del recipiente y desde el recipiente de recogida al recipiente de concentración. El recipiente de recogida está diseñado para evitar un potencial de polimerización, condensación y/o acumulación de sólidos dentro del recipiente. La entrada de la mezcla de poliolefina/gas al interior del recipiente de recogida es con preferencia tangencial respecto a la pared del recipiente y con suma preferencia también está angulada descendentemente en un ángulo comprendido entre 5 y 25 grados respecto a la horizontal, con suma preferencia en alrededor de 10 grados con respecto a la horizontal, para optimizar así el barrido de la pared del recipiente de recogida. El recipiente de recogida está preferentemente aislado y construido tanto para mantener la temperatura del polvo como para evitar un potencial de cualquier condensación sobre cualquiera de las paredes frías del recipiente. El recipiente también está diseñado para un flujo uniforme en sección transversal de los sólidos en la base del recipiente a través de un diseño apropiado del ángulo del cono, acabado superficial y tamaño/configuración de la boquilla de salida.

20 El tiempo de residencia en el recipiente de recogida puede ser un equilibrio entre los requisitos de desgasificación de la resina y el deseo de reducir al mínimo el potencial de una polimerización continua. Este óptimo dependerá de las características de la resina (por ejemplo, densidad, contenido amorfo, temperatura) y de los tipos y cantidades presentes de hidrocarburos. Cuando se trata polietileno de alta densidad procedente de un procedimiento en suspensión espesa empleando hexano-1 como comonomero e isobutano como diluyente, el nivel de sólido se controla preferentemente dentro de la sección de base cónica del recipiente de recogida, manteniendo idealmente el nivel máximo de sólidos en el recipiente de recogida en un valor poco mayor del volumen de sólidos requerido para llenar por completo un solo recipiente de concentración aguas abajo, preferentemente en no más de 50% (con suma preferencia 25%) mayor que el volumen de sólidos requerido para llenar por completo el único recipiente de concentración. En este caso, el tiempo de residencia de los sólidos dentro del recipiente de recogida está comprendido habitualmente entre 20 y 400 segundos, con suma preferencia entre 40 y 200 segundos, idealmente en 30 60 a 100 segundos aproximadamente.

35 El nivel de sólidos en el recipiente de recogida se mide preferentemente empleando un dispositivo nuclear continuo, idealmente compensado respecto a la densidad del gas en el recipiente. Tan pronto como la mezcla de poliolefina/gas alcanza un nivel predeterminado dentro del recipiente de recogida, se abre una válvula de admisión en el recipiente de concentración y se transfiere, a este último, un volumen predeterminado de mezcla de poliolefina/gas recogida en el recipiente de recogida. Se consiguen todas las ventajas de la invención cuando el volumen de mezcla de poliolefina/gas es tal que el recipiente de concentración se llena esencialmente de forma completa, es decir, se transfiere al recipiente de concentración una cantidad mínima de gases efluentes procedentes del reactor. Básicamente, solo los intersticios entre las partículas de polímero y las cavidades en las propias partículas se llenan con gas. Idealmente, prácticamente la totalidad del volumen del recipiente de concentración es ocupado con partículas de polímero. Con preferencia, una pequeña línea de ventilación, con una válvula esférica (por ejemplo, 2,5 cm de diámetro), a un recipiente a presión más baja (tal como un recipiente de concentración paralelo adecuado o el barril de purga), se abre cuando se llena el recipiente de concentración o más preferentemente en un punto en el ciclo de llenado cuando se pone en marcha el flujo de sólidos al interior del recipiente de concentración o cuando de otro modo comienza a reducirse. Una vez que el recipiente de 45 concentración se ha llenado con la mezcla de poliolefina/gas, se cierra la válvula de admisión del recipiente de concentración y se abre la válvula de descarga del recipiente de concentración. El recipiente de concentración se 50 55

vacía al interior de un barril de purga. Se puede emplear un pequeño flujo de gas opcional a presión más elevada (por ejemplo procedente del recipiente de recogida) para asistir la transferencia de sólidos desde el recipiente de concentración al barril de purga; sin embargo, esto no sería necesario en el caso de un sistema bien diseñado.

5 Idealmente, el sistema está diseñado para conseguir un tiempo de ciclo rápido, de manera que el recipiente de concentración pueda llenarse en el plazo de unos pocos segundos o menos. Opcionalmente, una vez que se ha llenado el recipiente de concentración, el mismo se deja abierto hacia el recipiente de recogida durante 5-20 segundos más para permitir que los sólidos se fundan en el recipiente de concentración y con ello ventilar más gas de nuevo al sistema de presión más elevada sin compresión alguna. La secuenciación de las válvulas de entrada y salida del recipiente de concentración es controlada preferentemente por un temporizador; sin embargo, también
10 puede estar basada alternativamente en el uso primario (o adicional) de mediciones del estado del sistema, tal como una indicación del nivel y/o presión.

Preferentemente se instalan en el sistema dispositivos de seguridad para prevenir que se abra la válvula de entrada del concentrador cuando también está abierta la válvula de descarga y viceversa. El estado de estas válvulas puede ser además confirmado a partir de verificaciones de la presión entre el recipiente de recogida, el recipiente de
15 concentración y el barril de purga.

Quando se opera de acuerdo con la invención, no es esencial, o incluso deseable de un modo generalmente particular, mantener siempre una junta de gas entre los recipientes de recogida y concentración durante el proceso de descarga. La única vez en donde es deseable mantener una junta de gas (por ejemplo con un cierto nivel de sólidos) en el recipiente de recogida es cuando puede estar siendo utilizada una línea de by-pass de sólidos
20 opcional alrededor del recipiente de concentración hacia el barril de purga. Dicha línea de by-pass aumentaría la fuga de gas hacia el sistema aguas abajo incluso con una junta de gas adecuada; sin embargo, queda dentro del alcance de la invención la consideración de dicho flujo de sólidos adicional hacia el barril de purga.

Todo el tren de recipiente de recogida, recipiente de concentración y barril de purga está diseñado e instalado preferentemente para permitir un flujo de sólidos fiable por gravedad entre los recipientes. En este caso, los
25 recipientes no necesitan estar situados obligatoriamente de forma vertical directamente uno encima de otro; sin embargo, se diseña preferentemente cualquier inclinación de las tuberías de conexión para confiar en el flujo por gravedad debido a la inclinación, características internas de las tuberías y características del polvo (incluyendo su humedad). Si bien puede ser preferible diseñar el flujo por gravedad esto no significa que sea un requisito de la invención. Se ha reconocido que sería totalmente posible contemplar un uso fiable de la transferencia neumática de
30 sólidos entre los recipientes cuando otras consideraciones tales como costes, instalación, etc hacen que el uso de una simple elevación sea menos atractivo.

El procedimiento de la invención se puede aplicar a cualquier procedimiento de producción de polímeros.

El procedimiento de la invención resulta particularmente útil en la producción de polímeros derivados de monómeros seleccionados entre α -olefinas (referidas de aquí en adelante como "olefinas") que contienen de 2 a 18 átomos de
35 carbono, preferentemente α -olefinas que contienen de 2 a 8 átomos de carbono. Estos polímeros pueden ser:

homopolímeros, tales como polietileno de alta y baja densidad; polipropileno; polibuteno; poli(4-metilpenteno-1); copolímeros de estos monómeros con al menos un comonomero diferente seleccionado entre monoolefinas que
40 contienen de 2 a 18 átomos de carbono, con preferencia de 2 a 8 átomos de carbono; y diolefinas que contienen de 4 a 18 átomos de carbono. Ejemplos de estos copolímeros bien conocidos en la técnica, son copolímeros con una relación de más de 50 moles% de etileno con buteno, hexeno y/u octeno, así como copolímeros al azar y el bloque con una relación de más de 50 moles% de propileno con etileno y/o buteno. El procedimiento de la invención es particularmente adecuado en la producción de homo y copolímeros de etileno y de propileno, y más particularmente en la producción de polietileno de alta densidad.

El procedimiento de la invención es además de uso particular en la producción de los polímeros antes mencionados,
45 en donde se emplean isobutano, pentano, propano o hexano como líquido diluyente en los reactores de suspensión espesa. El hexano y el isobutano son diluyentes líquidos preferidos en el caso de la producción de polietileno de alta densidad.

Una importante ventaja del procedimiento de la presente invención reside en el hecho de que, en lugar de transferir la mezcla de poliolefina/gas directamente desde el reactor de polimerización, o bien directamente desde el recipiente de recogida, al barril de purga junto con una cantidad importante de gas del reactor de polimerización, se utiliza un
50 recipiente de concentración entre el reactor de polimerización o bien entre el recipiente de recogida y el barril de purga. La cantidad de gas transferido desde el reactor de polimerización al barril de purga se reduce así al mínimo. Normalmente, el reactor de polimerización se encuentra bajo una elevada presión (1×10^5 - 4×10^5 Pa (10-40 bares)) mientras que el barril de purga se encuentra a una presión próxima a la presión atmosférica. Cuanto menos
55 gas efluente se tome del recipiente de recogida, menos gas deberá ser reciclado y presurizado a la presión más alta

requerida en el reactor de polimerización. El uso del recipiente de concentración como se ha descrito anteriormente permite disminuir la cantidad de gas que es transferido al lado de baja presión, es decir al barril de purga; la mezcla de poliolefina/gas descargada del recipiente de concentración contiene preferentemente menos de 1,75% en peso, más preferentemente menos de 1% en peso de gas. Por ejemplo, cuando se utiliza isobutano como diluyente para la polimerización y cuando la presión en la segunda etapa del procedimiento de la invención desciende a un valor de 5×10^4 a $1,1 \times 10^5$ Pa (5 a 11 bares absolutos) aproximadamente, habitualmente a un valor de 1×10^5 Pa (10 bares absolutos), la cantidad de gas transferido al barril de purga se reduce a 2-5% en peso aproximadamente, normalmente 2,5% en peso, en donde el porcentaje en peso es el porcentaje másico de gas en la masa total de la corriente transferida. Por tanto, los compresores pueden ser de un tamaño más pequeño, siendo así menos costosos de adquirir y de operar. Por otro lado, puesto que la cantidad de monómeros sin reaccionar y de disolvente que debe reciclarse es más pequeña, la instalación de reciclado aguas abajo puede ser más pequeña y menos consumidora de energía.

De acuerdo con una modalidad preferida del procedimiento de la invención, en lugar de utilizar un recipiente de concentración, se hace funcionar en paralelo dos o más recipientes de concentración. Para los fines de la presente descripción, estos recipientes de concentración son denominados respectivamente como "primer recipiente de concentración" y o bien "recipiente de concentración paralelo" o "segundo recipiente de concentración". En otra modalidad de la invención, el recipiente de recogida se descarga de forma continua pero él o cada recipiente de concentración se alimenta de forma discontinua.

Por tanto, en la primera parte del ciclo, el primer recipiente de concentración se llena con la mezcla de poliolefina/gas y se cierra la válvula de admisión del primer recipiente de concentración. Antes de que el primer recipiente de concentración se vacíe al interior del barril de purga, se abre una válvula de compensación de la presión que conecta los dos recipientes de concentración. El gas contenido en el primer recipiente de concentración se transfiere al recipiente de concentración paralelo hasta que la presión en los dos recipientes de concentración es aproximadamente la misma. Se cierra entonces la válvula de compensación de la presión entre los recipientes de concentración y el primer recipiente de concentración se vacía al interior del barril de purga. La presión en el interior del primer recipiente de concentración desciende a la presión en el interior del barril de purga, mientras que la presión en el recipiente de concentración paralelo es mayor que la presión dentro del barril de purga pero menor que la presión en el recipiente de recogida, es decir aproximadamente 30-50% menor. En un aspecto particular de la presente invención, se proporciona un procedimiento que comprende además las siguientes etapas sucesivas:

- a) abrir la válvula de admisión de un primer recipiente de concentración que también tiene una válvula de descarga, de tal manera que se transfiere un volumen predeterminado de dicha mezcla de poliolefina/gas al interior de dicho primer recipiente de concentración;
- b) cerrar la válvula de admisión de dicho primer recipiente de concentración;
- c) abrir una válvula de compensación de la presión que conecta dicho primer recipiente de concentración con un recipiente de concentración paralelo, comprendiendo también dicho recipiente paralelo una válvula de admisión y una válvula de descarga, con el fin de equilibrar la presión entre el primer recipiente de concentración y el recipiente de concentración paralelo;
- d) cerrar dicha válvula de compensación de la presión;
- e) abrir la válvula de descarga de dicho primer recipiente de concentración, de manera que se transfiere la mezcla de poliolefina/gas al interior de un barril de purga de hidrocarburos;
- f) abrir la válvula de admisión de dicho recipiente de concentración paralelo cuando la mezcla de poliolefina/gas ha alcanzado un nivel predeterminado en dicho recipiente de recogida;
- g) llenar dicho recipiente de concentración paralelo con la mezcla de poliolefina/gas;
- h) cerrar la válvula de admisión de dicho recipiente de concentración paralelo;
- i) abrir la válvula de compensación de la presión que conecta dicho primer recipiente de concentración con dicho recipiente de concentración paralelo, con el fin de equilibrar la presión entre el primero y segundo recipientes de concentración;
- j) cerrar dicha válvula de compensación de la presión.

En la segunda parte del ciclo, el recipiente de concentración paralelo se llenará con la mezcla de poliolefina/gas procedente del recipiente de recogida y la presión entre los dos recipientes de concentración se equilibra abriendo la válvula de compensación de la presión que conecta los dos recipientes de concentración. El recipiente de concentración paralelo se vaciará eventualmente al interior del barril de purga.

El método que utiliza alternativamente dos o más recipientes de concentración en paralelo reduce aún más la cantidad de gas transferido desde el reactor de polimerización, o bien desde el recipiente de recogida, al lado de baja presión, es decir al barril de purga. Por ejemplo, cuando se emplea isobutano como diluyente para la polimerización y cuando la presión en la etapa (b) desciende a un valor de 5×10^4 a $1,1 \times 10^5$ Pa (5 a 11 bares absolutos) aproximadamente, normalmente 1×10^5 Pa (10 bares absolutos), la cantidad de gas transferido al barril de purga se reduce a un valor de 0,75 a 1,75% en peso aproximadamente, normalmente 1% en peso. Estas cifras dependen de la densidad aparente del polímero y de la densidad y tipo de gas.

El procedimiento de acuerdo con la invención puede además comprender etapas para el tratamiento de la corriente de ventilación de purga que surge del procedimiento anterior.

En una modalidad práctica del mismo, el procedimiento de acuerdo con la invención incluye además las siguientes etapas para tratar la corriente de ventilación de purga del barril de purga:

- 5 comprimir y enfriar una corriente de ventilación de purga procedente de un barril de purga, resultando ello en la condensación parcial de la corriente, dividiendo con ello la corriente en una porción condensada rica en monómero y una porción sin condensar rica en gas de purga; dividir la porción no condensada en dos partes, recirculando la primera parte de la porción no condensada al barril de purga;
- 10 tratar la segunda parte de la porción no condensada en una unidad de separación, para crear una corriente de gas de purga más enriquecida y una corriente mezclada; recircular la corriente de gas de purga enriquecida procedente de la etapa de separación al fondo o a un nivel intermedio del barril de purga y
- 15 recircular la corriente mezclada desde la unidad de separación a la etapa de condensación, retornándolas a la corriente de ventilación de purga aguas arriba de la compresión. La relación del gas de purga de reposición nuevo al gas de purga reciclado utilizada en el barril de purga es menor de 0,15, preferentemente menor de 0,05.

El procedimiento para el tratamiento de la corriente de ventilación de purga es muy económico. En realidad, puesto que las cantidades y la concentración de monómeros y otros productos reciclables procedentes del barril de purga son más pequeñas que en los procedimientos tradicionales, la instalación, es decir las unidades de compresión/enfriamiento y separación, no necesita ser muy grande. Tales unidades son menos costosas de adquirir y de operar.

Además, el reciclo de la primera parte de la porción no condensada directamente al barril de purga reduce aún más el tamaño, coste y consumo de energía de la instalación.

25 La etapa de condensación se efectúa preferentemente a una presión comprendida entre 8×10^4 a $2,0 \times 10^5$ Pa (8 a 20 bares) aproximadamente, cuando se emplea isobutano como diluyente para la polimerización, estando comprendida habitualmente dicha presión entre $1,2$ a $1,6 \times 10^5$ Pa (12 y 16 bares). La etapa de condensación se efectúa además preferentemente a una temperatura comprendida entre -30 y $+50^\circ$ C; cuando se emplea isobutano como diluyente para la polimerización, dicha temperatura está comprendida generalmente entre 5 y 30° C, con preferencia entre 10 y 15° C.

30 La unidad de separación puede comprender una unidad de separación por membrana, una unidad de separación criogénica, una unidad de absorción, etc. En el caso de una separación criogénica, la unidad comprende una columna de destilación con un condensador que opera a baja temperatura, por ejemplo en el intervalo de 50 a -100° C.

35 Se prefiere la separación por medio de una membrana. Preferentemente se lleva a cabo empleando una membrana que tiene una selectividad por el componente de permeación más rápida, es decir la olefina, con respecto al otro componente, es decir el gas de purga, de al menos 5 aproximadamente.

Debe apreciarse que el procedimiento anterior para reducir al mínimo la cantidad de gas, que se transfiere desde un recipiente de polimerización a un barril de purga de hidrocarburos, puede aplicarse a cualquier operación de producción de polímeros.

40 Esta invención proporciona un procedimiento de desgasificación óptimo que reduce al mínimo la cantidad de hidrocarburos extraídos con la poliolefina del reactor de polimerización que es operado a una presión por debajo de 7×10^4 Pa (7 bares absolutos), preferentemente 5×10^4 Pa (5 bares absolutos). Además permite reducir las necesidades de energía y de gas de purga de reposición nuevo para todo el proceso de desgasificación y más particularmente para el sistema de barril de purga. Esta invención proporciona un procedimiento para el tratamiento

45 de una poliolefina en donde más del 95% en peso, preferentemente más del 97% en peso, de los hidrocarburos descargados con la olefina desde un reactor de polimerización de olefinas son reciclados a un reactor de polimerización como líquido y en donde la mezcla de poliolefina/gas descargada al barril de purga contiene menos de 2,5% en peso de gas, preferentemente menos de 1% en peso de gas. En una modalidad preferida, el barril de purga utiliza principalmente gas de purga reciclado y tiene una necesidad de gas de purga de reposición nuevo

50 menor de $1 \text{ Nm}^3/\text{t}$ de poliolefina; con suma preferencia todo el gas de purga utilizado en el barril de purga es reciclado. Cuando se introduce cualquier gas de purga de reposición nuevo en el barril de purga, preferentemente es un gas inerte, con suma preferencia nitrógeno. Esta invención proporciona un procedimiento para conseguir el comportamiento anterior al tiempo que se trata la poliolefina que sale del barril de purga, de tal manera que contenga menos de 100, con suma preferencia menos de 40 ppm de Compuestos Orgánicos Volátiles (VOCs) y

55 consumiendo menos de 15 kW/t , con preferencia menos de 10 kW/t de polímero producido de energía para purificar

y reciclar el gas de purga alrededor del barril de purga.

La presente invención resultará más evidente a partir de la siguiente descripción con referencia a los dibujos adjuntos, en donde:

- 5 La Figura 1 (Fig. 1) es una vista esquemática del concentrador de polímero de acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención.
 La figura 2 (Fig. 2) es una vista esquemática del procedimiento para el tratamiento de la corriente de ventilación de purga de acuerdo con la presente invención.
 La figura 1 muestra el concentrador de polímero de acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención.

El concentrador de polímero 10 como se ilustra comprende:

- 10 un recipiente de recogida 12 para recibir el polímero en bruto y un gas efluente desde el reactor de polimerización (no mostrado),
 un primer recipiente concentrador 14 y un segundo recipiente concentrador 16 en paralelo, teniendo cada uno de ellos válvulas de admisión 18 y 18' y válvulas de salida 20 y 20',
 una válvula de compensación de la presión 22 que conecta los dos recipientes concentradores,
 15 un dispositivo de medición (no mostrado) para medir una cantidad/volumen predeterminada de polímero en bruto en dicho medio de recipiente de recogida y
 un conmutador 24, por ejemplo un conmutador de nivel, que opera dichas válvulas de admisión y salida.

- Una suspensión espesa de partículas poliméricas en bruto y gas efluente procedente de un reactor de polimerización (no ilustrado) se transfiere de forma continua al recipiente de recogida 12. La suspensión espesa de polímero en bruto y gas efluente se deja sedimentar en el recipiente de recogida 12 y tan pronto como la suspensión alcanza un nivel predeterminado en el recipiente de recogida 12, el conmutador 24 abre una válvula de admisión 18 del primer recipiente concentrador 14 y el primer recipiente concentrador 14 se llena con la suspensión espesa procedente del recipiente de recogida 12. La cantidad/volumen de polímero en bruto que se transfiere al recipiente de recogida es tal que el recipiente concentrador 14 se llena hasta la parte superior con polímero en bruto, y se reduce al mínimo la cantidad de gas efluente en el recipiente concentrador 14. Tan pronto como se llena el primer recipiente concentrador 14, se cierra la válvula de admisión 18 y se abre la válvula de compensación de la presión 22 que conecta los dos recipientes concentradores 14, 16. El gas efluente contenido en el primer recipiente concentrador 14 se transfiere al segundo recipiente concentrador 16. Cuando se ha equilibrado la presión entre los dos recipientes concentradores 14, 16, se cierra la válvula de compensación de la presión 22 y el conmutador 24 abre la válvula de salida 20 del primer recipiente concentrador 14. El polímero en bruto se transfiere al barril de purga (no mostrado). La presión en el primer recipiente concentrador 14 desciende a la presión del barril de purga, mientras que la presión en el segundo recipiente concentrador 16 es de alrededor de 30%-50% de la presión del recipiente de recogida 12/reactor de polimerización.

- Mientras tanto, el recipiente de recogida 12 se llena de nuevo con polímero en bruto y gas efluente y el conmutador 24 abre la válvula de admisión 18' del segundo recipiente concentrador 16 el cual se llena hasta la parte superior con polímero en bruto y gas efluente procedente del recipiente de recogida 12. Puesto que existe todavía una cierta cantidad de gas efluente en el segundo recipiente de recogida 16, se transfiere menos gas efluente desde el recipiente de recogida 12. La válvula de admisión 18 se cierra y la válvula de compensación de la presión 22 se abre. El gas efluente del segundo recipiente concentrador 16 se transfiere al primer recipiente concentrador 14. La válvula de compensación de la presión 22 se cierra y la válvula de salida 20' del segundo recipiente concentrador 16 se abre para transferir el polímero en bruto junto con el gas efluente al interior del barril de purga. La presión en el segundo recipiente concentrador 16 desciende a la presión del barril de purga mientras que la presión en el primer recipiente concentrador 14 es de alrededor de 30%-50% de la presión del recipiente de recogida/reactor de polimerización.

- 45 El ciclo puede ser iniciado de nuevo.

La figura 2 es una vista esquemática del tratamiento de la corriente de ventilación de purga de acuerdo con la presente invención.

- Una corriente de ventilación de purga de una operación de producción de polímero surge habitualmente de los bidones de purga de resina, en donde se emplea un gas para purgar contaminantes de las partículas poliméricas recientemente formadas. Estos contaminantes son específicos al procedimiento, dependiendo de qué polímero esté siendo producido, de la pureza de los ingredientes de partida y si el procedimiento es un procedimiento en fase gaseosa, un procedimiento en suspensión espesa o cualquier otro procedimiento que generaría una mezcla de gas/sólido a presión media (5×10^4 - $2,5 \times 10^5$ Pa (5-25 bares)). Los contaminantes pueden incluir monómero y comonómero sin reaccionar, disolventes, catalizadores, estabilizantes, otros hidrocarburos o cualesquiera otros materiales usados o presentes en el reactor de polimerización. Por citar solo un ejemplo específico, si se emplea

nitrógeno para purgar y la corriente de ventilación de purga procede de la producción de polietileno en suspensión espesa, la misma contiene - además de cantidades importantes de etano - etileno, hidrógeno, diluyente y nitrógeno y a veces otros contaminantes.

5 El procedimiento de la invención se puede aplicar a cualquier proceso de producción de polímeros que genere una corriente de ventilación de purga conteniendo hidrocarburos volátiles. Muy normalmente, el gas de purga empleado por los productores de polímeros es nitrógeno, el cual es inerte y fácilmente disponible. Sin embargo, podrá apreciarse que el procedimiento se puede emplear para separar otros gases de purga que pudieran ser utilizados, tal como aire, o cualquier otro gas que resulte adecuado para esta finalidad.

10 El objetivo principal de esta parte del procedimiento es separar el diluyente del gas empleado para purgar el polímero en bruto, muy preferentemente en un grado tal que cualquiera o ambos puedan ser reutilizables.

Volviendo ahora a la figura 2, puede verse que la suspensión de polímero en bruto se transfiere desde un reactor de polimerización 26 a un recipiente de recogida 28, luego a un recipiente concentrador 30 y finalmente al barril de purga 32.

15 Se describirá ahora con mayor detalle el tratamiento de la corriente de ventilación de purga. La corriente de ventilación de purga 34, al haberse combinado con corriente recirculada 36 para formar una corriente de entrada 38, pasa primero a través de un compresor 40 para formar una corriente comprimida 42 que luego pasa a través de un condensador 44 o enfriador. La combinación de compresión y enfriamiento se traduce en la formación de una corriente condensada 46 que contiene el diluyente con pequeñas cantidades de monómero o monómeros olefinicos disueltos (y otros materiales orgánicos en el caso de que estén presentes en la alimentación), pero conteniendo
20 también algo de gas de purga disuelto o condensado, y una corriente no condensada 48 con gas de purga que contiene todavía algo de diluyente y monómero o monómeros olefinicos.

La corriente condensada 46 o condensado se recicla directamente al reactor de polimerización 26 después de un posible tratamiento adicional, como es conocido en la técnica.

25 La corriente sin condensar 48 se divide en dos partes. La parte 50 de la corriente sin condensar 48 se alimenta a una unidad de separación 52, en este caso particular una unidad de separación por membrana. La unidad de separación por membrana contiene una membrana que es selectiva por el diluyente y el monómero más que por el gas de purga. Normalmente, el compresor aguas arriba 40 proporciona una diferencia de presión entre los lados de alimentación y permeado de la membrana suficientemente grande para proporcionar una fuerza de impulsión suficiente para la permeación a través de la membrana. La unidad de separación por membrana produce dos
30 corrientes, una corriente de residuo 56 y una corriente de permeado 54. La corriente de residuo 56 es la corriente de producto rica en gas de purga, la cual se puede retornar al barril de purga. La corriente de permeado 54 que está enriquecida en diluyente y contenido monómero, en comparación con la corriente de alimentación 50 de la membrana, se retorna normalmente al lado de entrada del compresor 50 para su elaboración adicional.

35 La otra parte 58 de la corriente sin condensar 48 se recicla directamente hacia el barril de purga 32. Dado que se utiliza un recipiente concentrador 30 o dos recipientes concentradores en paralelo, la cantidad o débito de gas procedente del reactor 26 que se transfiere junto con el polímero en bruto al barril de purga 32 es muy pequeña. La concentración de monómero sin reaccionar, diluyente y a veces otros contaminantes en la corriente de ventilación de purga 34 es, por tanto, mucho más pequeña que en los procedimientos convencionales. Se ha comprobado que no es necesario tratar adicionalmente al menos una parte de la porción no condensada que contiene principalmente
40 nitrógeno y cantidades más pequeñas de monómero, para que se pueda utilizar como un gas de purga en el barril de purga. En el barril de purga, se inyecta nitrógeno "puro" a través del fondo y el gas sube por el interior del barril de purga a través del polímero en bruto. Durante la purga, el nitrógeno lava el gas que contiene monómero, diluyente y otros contaminantes, que está atrapado dentro y entre las partículas de polímero en bruto y, de este modo, llega a cargarse con el gas atrapado. Se ha comprobado que una parte de la porción sin condensar se puede
45 inyectar directamente en el barril de purga sin ningún tratamiento adicional. Esta inyección de la corriente no condensada tiene lugar a una cierta altura por encima de la inyección del nitrógeno "puro", el cual se inyecta a través del fondo del barril de purga. A esta altura, la concentración de monómero y otros contaminantes en el gas de purga que asciende por el interior del barril de purga es aproximadamente la misma o mayor que la concentración de estos productos en la parte no condensada, que es inyectada.

50 En la figura 2, la corriente 36 recirculada a la etapa de condensación se ilustra como retornada para mezclarse con la corriente de alimentación 34 aguas arriba del compresor 40.

El objetivo de la etapa de condensación es poner la corriente de gas de entrada en un estado de presión/temperatura más allá del punto de rocío de la olefina u otro monómero que ha de recuperarse, de manera que una porción de dicho componente se separará por condensación de la corriente de gas en forma líquida. La
55 cantidad de monómero que se puede separar de la corriente de gas dependerá de esta manera del punto de

ebullición, concentración en la alimentación y condiciones operativas bajo las cuales se lleva a cabo la condensación.

Las condiciones en las cuales se efectúa la etapa de condensación tienen influencia sobre las composiciones de las porciones condensadas y no condensadas.

- 5 Para simplificar, el condensador o enfriador de la figura 2 viene identificado por una sola caja 44, en la cual el líquido condensado y el resto de gas se muestran como saliendo en forma de corrientes separadas. Podrá apreciarse que, en la práctica, el condensador comprenderá frecuentemente un enfriador, el cual produce una mezcla gas/líquido, y un separador de fases, en donde se separan las fases y del cual las mismas se extraen como corrientes separadas.

10 El segundo procedimiento de separación de la unidad puede ser una separación con membrana. La unidad de membrana contiene una membrana que exhibe una permeabilidad para el gas de monómero que es sustancialmente diferente que aquella para el gas de purga. Puede ser relativamente permeable al diluyente y monómero pero relativamente impermeable al gas de purga, o bien relativamente permeable al gas de purga pero relativamente impermeable al monómero. Constituye una práctica muy común utilizar una membrana selectiva para los hidrocarburos.

- 15 Como ya se ha mencionado, la membrana deberá tener preferentemente una selectividad para el componente de permeación más rápida, respecto al otro componente, de al menos 5 aproximadamente, más preferentemente al menos 10 aproximadamente y con suma preferencia al menos 20 aproximadamente.

20 El tratamiento de la corriente de ventilación de purga se ilustra ahora con mayor detalle por medio de un ejemplo específico efectuado en una unidad similar a la mostrada en la figura 2. Este ejemplo tiene como finalidad clarificar aún más el procedimiento de acuerdo con la invención.

EJEMPLO

25 Una corriente de suspensión espesa sale de forma continua del reactor de polimerización 26 a una velocidad de 250 kg/h de polietileno de alta densidad (HDPE), 300 kg/h de isobutano (iBu) y 15 kg/h de etileno sin reaccionar (Et). La misma se deprime a 12 bares absolutos y se descarga en el recipiente de recogida 28 en donde ocurre una separación gas-sólido, con lo que una corriente de 294 kg/h de iBu y 14,7 kg/h de Et se descarga de la parte superior del mismo mientras que la parte restante se descarga al interior del recipiente concentrador 30. Una corriente de 250 kg/h de HDPE, 6 kg/h de iBu y 15 kg/h de Et se transfiere al barril de purga 32, suministrando al mismo tiempo, en la parte inferior del mismo, 250 kg/h de HDPE junto con solo 0,1 kg/h de iBu. En la parte superior del barril de purga 32 se suministra una corriente de 6,1 kg/h de iBu, 0,5 kg/h de Et y 6 kg/h de nitrógeno (N₂) (que se introdujo en la parte inferior del barril de purga 32), la cual es conducida como la corriente 34 bajo una presión de 30 1,2 bares absolutos, junto con corriente recirculada 36 (véase más adelante), a través del compresor 40, en donde se comprime a 16 bares absolutos, para formar la corriente 42 de 15,6 kg/h de iBu, 3,5 kg/h de Et y 14 kg/h de N₂. La corriente 42 pasa entonces a través del condensador 44. La corriente condensada 46, 5,866 kg/h de iBu, 0,27 kg/h de Et y 0,3 kg/h de N₂ se recicla a la polimerización después de un tratamiento (no mostrado) que permite la recuperación de N₂. 35

La corriente no condensada que sale del condensador a través de la línea 48 se divide en una corriente, 50, consistente en 9,734 kg/h de iBu, 3,23 kg/h de Et y 13,7 kg/h de N₂ que se alimenta a la unidad de separación con membrana 52. La otra parte 58 de la corriente no condensada 48 se recicla al barril de purga 32.

40 La corriente de residuo 56 producida por la unidad de separación con membrana, consistente en 0,234 kg/h de iBu, 0,230 kg/h de Et y 5,7 kg/h de N₂, se envía de nuevo al barril de purga 32 sucesivamente después de una etapa de purga (no mostrada) suministrando una corriente de 0,034 kg/h de iBu, 0,030 kg/h de Et y 5,7 kg/h de N₂ y después de una reposición de N₂ a la velocidad de 1 kg/h.

La corriente de permeado 54 producida por la unidad de separación con membrana, consistente en 9,5 kg/h de iBu, 3 kg/h de Et y 8 kg/h de N₂, se envía de nuevo al lado de entrada del compresor 40.

- 45 Lista de referencias

- 10 concentrador de polímero
 12 recipiente de recogida
 14 primer recipiente concentrador
 50 16 segundo recipiente concentrador
 18, 18' válvulas de admisión

	20, 20'	válvulas de salida
	22	válvula de compensación de la presión
	24	conmutador
	26	reactor de polimerización
5	28	recipiente de recogida
	30	recipiente concentrador
	32	barril de purga
	34	corriente de ventilación de purga
	36	corriente recirculada
10	38	corriente de entrada
	40	compresor
	42	corriente comprimida
	44	condensador
	46	corriente condensada
15	48	corriente no condensada
	50	una parte de la corriente no condensada
	52	unidad de separación
	54	corriente de permeado
	56	corriente de residuo
20	58	otra parte de la corriente no condensada

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para tratar una poliolefina descargada de un reactor de polimerización de olefinas que comprende la siguiente secuencia de etapas:
- 1) descargar de un reactor de polimerización una suspensión espesa que comprende poliolefina y diluyente;
 - 5 2) someter dicha suspensión espesa a una liberación de presión, de manera que se evapora el diluyente y se forma una mezcla de poliolefina/gas;
 - 3) descargar dicha mezcla de poliolefina/gas al interior de un recipiente de recogida;
 - 4) controlar un nivel de poliolefina sedimentada en el recipiente de recogida;
 - 10 5) transferir de forma discontinua la mezcla de poliolefina/gas del recipiente de recogida a un recipiente concentrador;
 - 6) descargar dicho recipiente concentrador de tal manera que dicha mezcla de poliolefina/gas se transfiere al interior del barril de purga de hidrocarburos.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en donde el recipiente de recogida se alimenta de forma continua.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en donde se hacen funcionar en paralelo dos o más recipientes concentradores.
- 15 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el recipiente de recogida se descarga de forma continua pero el recipiente concentrador o los recipientes concentradores se alimentan de forma discontinua.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde después de llenar el recipiente concentrador, la presión se equilibra a un recipiente concentrador paralelo a una presión más baja antes de descargar dicho recipiente concentrador lleno.
- 20 6. Procedimiento según la reivindicación 5, que comprende además la siguiente secuencia de etapas:
- a) abrir la válvula de admisión de un primer recipiente de concentración que también tiene una válvula de descarga, de tal manera que se transfiere un volumen predeterminado de dicha mezcla de poliolefina/gas al interior de dicho primer recipiente de concentración;
 - 25 b) cerrar la válvula de admisión de dicho primer recipiente de concentración;
 - c) abrir una válvula de compensación de la presión que conecta dicho primer recipiente de concentración con un recipiente de concentración paralelo, comprendiendo también dicho recipiente paralelo una válvula de admisión y una válvula de descarga, con el fin de equilibrar la presión entre el primer recipiente de concentración y el recipiente de concentración paralelo;
 - 30 d) cerrar dicha válvula de compensación de la presión;
 - e) abrir la válvula de descarga de dicho primer recipiente de concentración, de manera que se transfiere la mezcla de poliolefina/gas al interior de un barril de purga de hidrocarburos;
 - f) abrir la válvula de admisión de dicho recipiente de concentración paralelo cuando la mezcla de poliolefina/gas ha alcanzado un nivel predeterminado en dicho recipiente de recogida;
 - 35 g) llenar dicho recipiente de concentración paralelo con la mezcla de poliolefina/gas;
 - h) cerrar la válvula de admisión de dicho recipiente de concentración paralelo;
 - i) abrir la válvula de compensación de la presión que conecta dicho primer recipiente de concentración con dicho recipiente de concentración paralelo, con el fin de equilibrar la presión entre el primero y segundo recipientes de concentración;
 - 40

j) cerrar dicha válvula de compensación de la presión;

k) abrir la válvula de descarga de dicho recipiente concentrador paralelo de manera que la mezcla de poliolefina/gas se transfiera a dicho barril de purga de hidrocarburos.

7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que incluye además las siguientes etapas:

5 l) purgar dicho barril de purga de hidrocarburos con un gas de purga y producir una corriente de ventilación de purga;

m) comprimir y enfriar dicha corriente de ventilación de purga, resultando con ello la condensación parcial de la corriente, con lo que la corriente se divide en una porción condensada rica en diluyente y una porción no condensada rica en gas de purga;

10 n) dividir la porción no condensada en dos partes;

o) recircular la primera parte de la porción no condensada al barril de purga;

p) tratar la segunda parte de la porción no condensada en una unidad de separación, para crear una corriente rica en gas de purga y una corriente mixta;

15 q) recircular la corriente de gas de purga enriquecida al barril de purga y retornar la corriente mixta a la corriente de ventilación de purga, aguas arriba de la etapa de compresión.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, en donde la unidad de separación comprende una unidad de separación por membrana.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en donde dicha unidad de separación por membrana tiene una selectividad por la olefina, en relación con el gas de purga, de al menos 5.

20 10. Procedimiento según la reivindicación 1 o 3, en donde la mezcla de poliolefina/gas descargada del recipiente concentrador contiene menos de 2,5% en peso de gas.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, en donde la mezcla de poliolefina/gas descargada del recipiente concentrador contiene menos de 1,75% en peso de gas, preferentemente menos de 1% en peso de gas.

25 12. Procedimiento según la reivindicación 7, en donde la relación de gas de purga de reposición nuevo a gas de purga reciclado, empleada en el barril de purga, es menor de 0,15, preferentemente menor de 0,05.

13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde más del 95% en peso de los hidrocarburos descargados con la poliolefina de un reactor de polimerización de olefinas se recicla a un reactor de polimerización en forma de líquido.

30 14. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el flujo de gas de purga de reposición nuevo introducido en el barril de purga es menor de 5 Nm³/t de poliolefina, más preferentemente menor de 1 Nm³/t de poliolefina, y muy preferentemente se recicla la totalidad del gas de purga empleado en el barril de purga.

15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde se consume menos de 15 kW/te de polímero producido de energía en la purificación y reciclo del gas de purga alrededor del barril de purga.

35 16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la poliolefina tratada que sale del barril de purga contiene menos de 40 ppm de compuestos orgánicos volátiles (VOC).

Fig.1

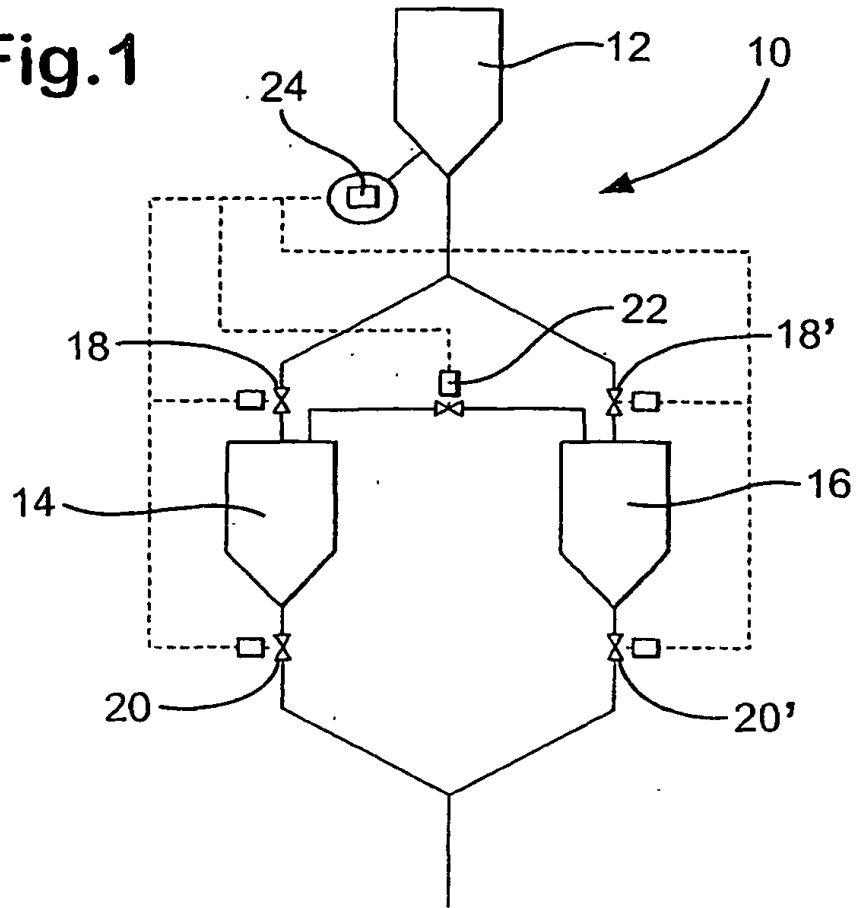


Fig.2

