

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 101**

51 Int. Cl.:
B29B 13/00 (2006.01)
C08F 6/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07726657 .5**
96 Fecha de presentación: **06.03.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **1991403**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.11.2008**

54 Título: **Aparato y procedimiento para desgasificar un polímero en polvo**

30 Prioridad:
07.03.2006 EP 06110782

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
18.07.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
18.07.2012

73 Titular/es:
**TOTAL PETROCHEMICALS RESEARCH FELUY
ZONE INDUSTRIELLE C
7181 SENEFFE (FELUY), BE**

72 Inventor/es:
DAMME, Eric

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 385 101 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

Aparato y procedimiento para desgasificar un polímero en polvo

Campo de la invención

5 La invención trata de un aparato según la reivindicación 1 para desgasificar un polímero en polvo que comprende una cámara que tiene un primer extremo y un segundo extremo opuestos el uno con el otro, estando dicha cámara equipada con al menos un orificio de entrada de polvo y al menos un orificio de salida de gas en el primer extremo y con al menos un orificio de salida de polvo y un orificio de entrada de gas en el segundo extremo, y una válvula provista de una entrada de polvo y una salida de polvo y dispuesta en el orificio de salida de polvo de dicha cámara. La presente invención también trata de un procedimiento según la reivindicación 7 para desgasificar un polímero en polvo que comprende el lavado del polímero en polvo en una cámara con un flujo de gas de lavado.

Antecedentes de la invención

15 En la presente descripción, por procedimiento de polimerización se entiende un procedimiento para polimerizar al menos un monómero, y se usa procedimiento de fabricación de un polímero con el significado de todo el procedimiento, que comprende el procedimiento de polimerización y cualquier tratamiento adicional, como desgasificación, aditivación, composición y/o granulado.

20 En un proceso de polimerización, típicamente el polímero se recupera del reactor en forma de un polímero en polvo, como tal o en suspensión, dependiendo del proceso. El polímero en polvo también contiene típicamente una cierta cantidad de monómero que no ha reaccionado y posiblemente residuos del disolvente que debe ser retirado del polvo antes de su uso posterior. Esta invención trata de los casos donde el monómero y el posible disolvente están en forma de gas en algún punto del proceso de fabricación. La retirada en estos casos de estos gases indeseados se realiza típicamente desgasificando el polímero en polvo lavándolo con un flujo de gas de lavado. En el caso de la fabricación de poliolefinas, los gases a ser retirados son usualmente gases hidrocarburos como etileno, propileno, hexeno, butano, octeno, deceno, etc. En esta descripción, el termino gas residual se usa para designar la mezcla de todos los productos que deben ser retirados del polímero en polvo, incluyendo los productos que están en forma de gas así como también de líquido. El termino gas residual se usa también indistintamente con el termino hidrocarburos cuando se trata su eliminación del sistema.

30 Un procedimiento para lavar un polímero en polvo consiste en introducir el polímero en polvo en una columna de depuración e inyectar a dicha columna desde el fondo un flujo de gas nitrógeno. El nitrógeno entra en contacto con el polímero en polvo que en el caso de poliolefina tiene un tiempo de permanencia en la columna de depuración de aproximadamente 0,5 a 10 horas. Un flujo de nitrógeno y del gas residual sale de la columna de depuración vía un orificio de salida de gas y es dirigido hacia un dispositivo de tratamiento adecuado vía una línea de descarga de gas. El problema con estos aparatos es que una cierta cantidad del gas de lavado, es decir nitrógeno, es también arrastrado con el polímero en polvo hacia el orificio de salida de la cámara de desgasificación y se puede perder tanto como el 50 % ya que este gas de lavado residual está destinado a la línea de descarga de gas.

35 El documento GB 2 271 114 divulga un aparato para desgasificar polímeros en polvo según el preámbulo de la reivindicación 1 y un proceso según el preámbulo de la reivindicación 7 para retirar monómeros no polimerizados por medio de hacer pasar una resina polimérica sólida de un recipiente de secado vía una válvula a un primer recipiente de vacío donde los hidrocarburos gaseosos son retirados vía un conducto. Luego la resina pasa vía una válvula a un primer recipiente presurizado con un gas inerte vía un conducto, a continuación se alimenta a un segundo recipiente de vacío antes de ser descargada a través de una válvula.

40 El documento EP 0 075 899 divulga un proceso para transferir sólidos que están contenidos en un primer medio gaseoso y a una presión controlada de una primera zona a una segunda zona que contiene un segundo medio gaseoso bajo una presión controlada por medio del uso de una barrera de gas la cual evita el pasaje del gas desde dicha segunda zona a la primera zona.

Objetivos y resumen de la invención

45 Es un objetivo de la presente invención minimizar la pérdida del gas de lavado y de transferencia y disminuir el coste de producción de los polímeros. Otro objeto de la invención es mejorar el reciclado de los gases usados en un proceso de fabricación de polímeros.

50 Un objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para desgasificar un polímero en polvo que es más efectivo que los procedimientos actualmente conocidos. Es también un objetivo disminuir más la cantidad de hidrocarburos en un orificio de salida de polvo especialmente en un proceso de fabricación de polietileno.

55 Al menos uno de los objetivos anteriores es alcanzado al menos parcialmente por medio de la presente invención, es decir un aparato para desgasificar polímeros en polvo que comprende una cámara que tiene un primer extremo y un segundo extremo opuestos el uno con el otro, estando dicha cámara equipada con al menos un orificio de

5 entrada de polvo y al menos un orificio de salida de gas en el primer extremo y con al menos un orificio de salida de polvo y al menos un orificio de entrada de gas en el segundo extremo, y una válvula provista de una entrada de polvo y una salida de polvo y dispuesta en el orificio de salida de polvo de dicha cámara. El aparato está caracterizado porque dicha cámara está equipada con una línea de gas que conecta una salida de gas de la válvula con el interior de la cámara en una posición siendo dicha distancia h_2 20 - 70 % de la altura H de la cámara y a una distancia l_1 de una pared de dicha cámara, siendo dicha distancia l_1 20 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara.

La presente invención trata además de un procedimiento para desgasificar polímeros en polvo que comprende el lavado del polímero en polvo en una cámara con un flujo de gas de lavado, en el que al menos una parte del gas de lavado que sale de la cámara a través de un orificio de salida de polvo se reintroduce en dicha cámara.

10 **Breve descripción de los dibujos**

La Figura 1 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención.

La Figura 2 muestra esquemáticamente un aparato según una primera realización de la invención.

La Figura 3 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención.

La Figura 4 muestra esquemáticamente una parte de un sistema útil en un procedimiento según la invención

15 La Figura 5 muestra esquemáticamente un aparato según una segunda realización de la invención.

La Figura 6 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención.

La Figura 7 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención.

Descripción detallada de la invención

20 La presente invención trata de un aparato para desgasificar polímeros en polvo que comprende una cámara que tiene un primer extremo y un segundo extremo opuestos el uno con el otro, estando dicha cámara equipada con al menos un orificio de entrada de polvo y al menos un orificio de salida de gas en el primer extremo y con al menos un orificio de salida de polvo y un orificio de entrada de gas en el segundo extremo, y una válvula provista de una entrada de polvo y una salida de polvo y dispuesta en el orificio de salida de polvo de dicha cámara. El aparato está caracterizado porque dicha cámara está equipada con una línea de gas que conecta una salida de gas de la válvula con el interior de la cámara en una posición que está a una distancia h_2 de dicho primer extremo, siendo dicha distancia 20 - 70 % de la altura H de la cámara y a una distancia l_1 de una pared de dicha cámara, siendo dicha distancia l_1 20 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara.

30 La presente invención proporciona entonces un aparato en el que se reduce la pérdida del gas de lavado y transferencia. De hecho, cuando el polímero en polvo desgasificado al menos parcialmente sale de la cámara por el orificio de salida de polvo, arrastra consigo gas de lavado cuando sale de la cámara, tanto como hasta el 50 % del gas de lavado introducido en la cámara. Una parte de este gas de lavado residual entra a los pasos posteriores del proceso de fabricación. Más aun, si se usa un gas de transferencia para transferir el polímero en polvo de un orificio de salida de polvo a un paso posterior del proceso, una parte de este gas de transferencia entra en el orificio de salida de polvo y típicamente escapa del sistema. La fuga puede también ser tan alta como el 50 % del gas de transferencia introducido en el proceso. A fin de minimizar estas fugas así como reducir la cantidad de gas de lavado que ingresa a los pasos posteriores del proceso de fabricación, es deseable volver a introducir al proceso el gas de lavado residual y/o el gas de transferencia que se escapa. Por lo tanto, se provee de una línea de gas con un orificio de salida de gas que permite que los gases en el orificio de salida de polvo sean retirados y reintroducidos en la cámara. Esta reintroducción se hace dentro de la cámara tal que vuelve a entrar en contacto con el polímero en polvo y por lo tanto se reutiliza para el lavado. Esto lleva a una reducción de la pérdida de gas residual de lavado y de transferencia así como a una disminución del coste de producción de los polímeros. Debe tenerse en cuenta que el gas que proviene del orificio de salida de polvo de la primera cámara y vuelve a la cámara consiste esencialmente en gas de transferencia y una pequeña fracción de gas de lavado.

45 La línea de gas usada para reintroducir los gases en la cámara puede también estar equipada con un dispositivo adecuado para retirar cualquier partícula de polímero.

La palabra "cámara" como está usada en esta descripción significa una entidad física esencialmente en forma de un espacio cerrado. Una cámara puede por ejemplo ser un recipiente, tal como un depósito o una columna, o un recipiente puede estar dividido en dos, tres, cuatro o más cámaras.

50 Según una realización de la invención, la distancia h_2 es 20 - 70 % de la altura (H) de la cámara. Esta distancia puede ir también del 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65 % hasta 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 % de la altura H de la cámara. Por altura aquí se quiere decir la dimensión que separa el extremo de la cámara que comprende el orificio de entrada de polvo, es decir el primer extremo, del extremo de la cámara que comprende el orificio de salida de polvo, es decir el segundo extremo, estando estos dos típicamente en extremos opuestos de la cámara. Si este no fuese el caso, se entiende que la altura quiere decir la dimensión mayor de la cámara.

- Según otra realización de la invención, la distancia l_1 es 20 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara. Esta distancia puede ir también del 20, 22, 25, 30, 35, 40 o 45 % hasta 25, 30, 35, 40, 45 o 50 % del diámetro mayor L de la cámara. Preferiblemente, la distancia l_1 es 30 - 50 %, más preferiblemente 40 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara. Las distancias de l_1 pueden combinarse con cualquiera de las distancias de h_2 dadas en la anterior realización. El diámetro mayor en el caso más típico de una cámara cilíndrica es el diámetro de la cámara en dirección transversal, es decir en la dirección de un plano perpendicular al plano de la dirección de la altura. Según una realización preferida, la posición en el extremo superior de la cámara y dentro de ella, está dispuesta tal que está esencialmente debajo del nivel del polímero en polvo cuando el sistema está en uso.
- Según una realización preferida de la invención, la válvula es una válvula rotativa. Puede ser usado cualquier otro tipo de válvula o dispositivo, como es fácilmente evidente para una persona capacitada en la técnica dependiendo del equipamiento a continuación de la cámara. Por ejemplo, se pueden usar válvulas de corredera o tornillos. Según otra realización de la invención, la segunda válvula, es decir aquella dispuesta en la línea de gas es una válvula de bola. También puede usarse cualquier otra válvula usada con polvo, prefiriéndose la válvula de corredera cuando el polvo se transfiere por flujo gravitatorio. La línea de gas puede también estar equipada con una válvula para abrirla y cerrarla. Según aun otra realización de la invención, la cámara es una columna de depuración o una tolva de alimentación. De una forma general, el aparato según la presente invención puede ser usado en cualquier tipo de cámara donde se presentan los arriba mencionados problemas.
- En la presente invención, también es posible utilizar cualquier otro sistema de transferencia, tal como un recipiente de transferencia.
- La presente invención trata además de un procedimiento para desgasificar polímeros que comprende el lavado del polímero en polvo en una cámara con un flujo de gas de lavado, en el que al menos una parte del gas de lavado que sale de la cámara a través de un orificio de salida de polvo se reintroduce en dicha cámara por debajo del nivel del polímero en polvo. El aparato descrito arriba es naturalmente útil en el presente procedimiento y tiene las mismas ventajas que el aparato descrito arriba.
- Según una realización de la invención, dicha reintroducción se realiza en una posición que está a una distancia (h_2) del primer extremo de la cámara (1), siendo dicha distancia (h_2) 20 - 70 % de la altura (H) de la cámara (1) y a una distancia (l_1) de una pared (22) de dicha cámara (1), siendo dicha distancia 20 - 50 % del diámetro mayor (L) de la cámara (1) y tal reintroducción se realiza por debajo del nivel del polímero en polvo.
- Según una realización, la distancia h_2 puede estar entre 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65 % y 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70 % de la altura H de la cámara.
- Según otra realización, la distancia l_1 puede estar también entre 20, 25, 30, 35, 40 o 45 % y 25, 30, 35, 40, 45, 50 % del diámetro mayor L de la cámara. Preferiblemente, la distancia l_1 es 30 - 50 %, más preferiblemente 40 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara. Las distancias de l_1 pueden combinarse con cualquiera de las distancias de h_2 dadas en la realización anterior.
- Donde sea que se produzca la reintroducción del gas de lavado en la cámara, siempre es por debajo del nivel del polímero en polvo.
- Según aun otra realización de la invención, el flujo de gas de lavado que entra en la cámara tiene un flujo de 100 - 300 kg/h, preferiblemente de 150 - 300 kg/h y más preferiblemente de 200 - 300 kg/h. Expresado en toneladas/hora de polímero, el flujo de gas de lavado que entra en la cámara tiene un flujo de 5 - 50 kg/h. Según una realización preferida, el gas usado para el lavado es un gas inerte, típicamente nitrógeno. Se prefiere un gas inerte para evitar cualquier degradación del producto por medio del oxígeno y para evitar cualquier riesgo de explosión.
- El procedimiento según la presente invención puede comprender además los pasos de transferencia del polímero en polvo a una segunda cámara y el lavado del polímero en polvo con un segundo flujo de gas de lavado en una segunda cámara. Por consiguiente, el aparato según la presente invención puede comprender también medios para transferir el polímero en polvo de una primera cámara a una segunda cámara, y una segunda cámara equipada con al menos un orificio de entrada de gas y al menos un orificio de salida de gas para un gas de lavado. Cualquiera o ambas de estas dos cámaras pueden estar equipadas con el aparato según la presente invención.
- Los detalles y realización descritos arriba en conexión con el aparato según la presente invención también se aplican al presente procedimiento y viceversa.
- El aparato según la presente invención también puede usarse en un procedimiento para desgasificar polímeros en polvo que comprende el lavado del polímero en polvo en una primera cámara con un primer flujo de gas de lavado, la transferencia del polímero en polvo a una segunda cámara y el lavado del polímero en polvo con un segundo flujo de gas de lavado en dicha segunda cámara. La cámara del aparato según la presente invención puede ser cualquiera o ambas de las dos cámaras de este procedimiento.
- En dicho procedimiento, el polímero en polvo se desgasifica en dos cámaras diferentes y de una forma más efectiva que los métodos actualmente conocidos. En algunos procesos conocidos de fabricación, primero se lava el polímero

en polvo, es decir se desgasifica en una columna de depuración y entonces se transfiere a una tolva de alimentación de un extrusor. En una tolva de alimentación para extrusión, típicamente se usa un flujo bajo de nitrógeno a fin de mantener el polímero en polvo bajo una sobrepresión a fin de evitar la contaminación con oxígeno antes de la extrusión. El flujo de nitrógeno usado es sin embargo insuficiente para lavar el polímero en polvo en el sentido que se usa lavar en esta descripción.

Este procedimiento es especialmente adecuado para su uso en un proceso de suspensión, tal como un proceso en bucle para fabricar poliolefinas tal como polietileno y polipropileno. La combinación de la presente invención con este procedimiento permite de esta forma la reducción de la cantidad de hidrocarburos en el orificio de salida de polvo antes de la extrusión, especialmente en un proceso de fabricación para polietileno que comprende dos reactores de bucle en serie.

Cuando se prepara un polietileno con un proceso en bucle, la cantidad de hidrocarburos en el orificio de salida de polvo de la primera cámara puede estar por ejemplo en torno a 50 - 100 ppm, y con el presente procedimiento, la cantidad final de hidrocarburos en el orificio de salida de polvo de la segunda cámara puede reducirse a un valor tan bajo como 5 ppm. De este modo es posible reducir la cantidad de gases residuales en el polímero en polvo a una cantidad bastante inferior al límite requerido y sin aumentar el tiempo necesario para desgasificar. De hecho, es posible reducir la cantidad de hidrocarburos de 50 a 5 ppm con un tiempo de permanencia total de tres horas (lo que se usa típicamente en un proceso sin un segundo lavado), cuando el tiempo de permanencia en la primera cámara es de aproximadamente dos horas y en la segunda cámara de aproximadamente una hora. De hecho los inventores se sorprendieron al hallar que un segundo lavado reduce la cantidad de gas residual hasta tal grado. Un aumento en el tiempo de permanencia del polímero en polvo o un aumento en el flujo del gas de lavado no tendría el mismo efecto.

Según una realización, el primer flujo de gas de lavado tiene un flujo de 5 - 50 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero. Se usa preferiblemente un flujo de más de 8 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero y por otra parte, un flujo de menos de 15 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero. Según otra realización, el segundo flujo de gas de lavado tiene un flujo de 5 - 50 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero. Se usa preferiblemente un flujo de más de 8 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero y por otra parte, un flujo de menos de 20 kg/h de nitrógeno por tonelada/hora de polímero.

Según una realización, la transferencia del polímero en polvo se realiza por medio de la gravedad. Esto significa que la primera y la segunda cámaras están ubicadas una arriba de la otra, y se deja que el polímero en polvo fluya libremente desde la primera cámara a la segunda cámara. La salida de polvo de la primera cámara puede también estar equipada con una válvula para controlar el flujo del polímero en polvo. Esta válvula puede ser la misma que está conectada con la línea de gas para el gas de lavado residual.

Según una realización alternativa, la transferencia del polímero en polvo se realiza por medio de un flujo de un gas de transferencia, es decir una transferencia neumática. El gas de transferencia se inyecta en un flujo del polímero en polvo en o cerca del orificio de salida de polvo de la primera cámara y transfiere el polímero en polvo a la segunda cámara, mientras que al mismo tiempo mezcla en alguna medida el polímero en polvo. El flujo de gas de transferencia está típicamente alrededor de 200 kg/h de gas de transferencia por tonelada de polímero, la velocidad en las líneas está típicamente alrededor de 20 m/s.

Según una realización preferida, el gas usado para la transferencia es también un gas inerte, típicamente nitrógeno.

El aparato según la presente invención puede además usarse en un sistema para desgasificar polímeros en polvo que comprende

- una primera cámara equipada con al menos un orificio de entrada de gas y al menos un orificio de salida de gas para el gas de lavado;
- medios para transferir el polímero en polvo desde dicha primera cámara a una segunda cámara, y
- una segunda cámara equipada con al menos un orificio de entrada de gas y al menos un orificio de salida de gas para el gas de lavado.

Según una realización, los medios para transferir el polímero en polvo es una línea de transferencia. La línea de transferencia puede ser cualquier línea adecuada por sí misma para transferencia o transporte de un polímero en polvo. La línea de transferencia puede ser una línea directa que conecta la primera y la segunda cámara ubicadas una encima de la otra, o puede ser una línea más larga, dependiendo de la disposición del sistema de fabricación. La transferencia puede realizarse por medio de la gravedad o por medio de un gas de transferencia. En caso de que se elija la opción de la gravedad, la línea de transferencia está preferiblemente equipada con un mezclador a fin de mejorar la mezcla del polímero en polvo entre las dos cámaras. En caso de que se elija la opción del gas, la línea de transferencia está equipada con un orificio de entrada de gas para el gas de transferencia. El gas de transferencia puede circular en un circuito cerrado, preferiblemente equipado con los medios apropiados para eliminar cualquier posible residuo de partículas de polímero antes de que el gas de transferencia sea reutilizado para transferencia. El desgasificado puede también hacerse en cierta medida en el circuito del gas de transferencia, el cual está entonces

equipado con los dispositivos apropiados para eliminar los hidrocarburos desgasificados.

5 El sistema comprende al menos dos cámaras diferentes. Las cámaras pueden ser de cualquier tipo adecuado para una persona capacitada en la técnica. El sistema puede también comprender tres, cuatro, cinco o más cámaras equipadas con orificios de entrada y salida de gas. Según una realización la primera cámara es una columna de depuración. Dicha columna de depuración puede por ejemplo estar ubicada bajo un tanque de separación conectado a un reactor de suspensiones. La segunda cámara puede ser una tolva de alimentación, tal como una tolva de alimentación de un extrusor. Las cámaras usadas en la presente invención pueden comprender también más de un orificio de entrada de gas y salida de gas.

10 Según una realización, el tiempo de permanencia del polímero en polvo en las cámaras es de 0,5 - 10 horas. El tiempo de permanencia puede ir de 0,5; 1; 1,5; 2; 3 o 5 horas hasta 1; 1,5; 2; 3; 5 o 10 horas.

Los detalles y realizaciones adicionales descritos arriba en conexión con el procedimiento y/o aparato según la invención también aplican a los usos en el procedimiento y/o sistema descrito arriba.

15 La presente invención también trata del uso de un aparato según la presente invención en un proceso de fabricación de poliolefina que comprende dos reactores de bucle en serie. Los detalles y realizaciones descritas arriba en conexión con el procedimiento y aparato también aplican al uso según la invención.

En cualquiera de las realizaciones descritas arriba, cualquier orificio de salida de gas en una cámara puede equiparse con un dispositivo adecuado para distribuir el gas más uniformemente dentro de la cámara. Tal dispositivo puede ser por ejemplo una pantalla en forma de cono. También, es posible usar un distribuidor con múltiples puntos de inyección. También es naturalmente posible usar en paralelo dos o más sistemas según la presente invención.

20 La invención puede también implementarse por medio de la combinación apropiada de dos o más realizaciones mencionadas en esta descripción.

Descripción detallada de los dibujos

25 La Figura 1 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención. El sistema comprende una primera cámara 1 que es una columna de depuración. El polímero en polvo entra en la primera cámara 1 por medio de la línea de alimentación 2 vía un orificio de entrada de polvo. El nivel del polímero en polvo está representado esquemáticamente en el número de referencia 3. Un flujo 4 de gas de lavado, aquí nitrógeno, entra en la primera cámara 1 vía un orificio de entrada de gas de lavado dispuesto en la parte inferior (segundo extremo) de la primera cámara 1. El flujo de nitrógeno entra en contacto con el polímero en polvo dentro de la cámara 1 y retira una parte de los gases residuales presente en el polímero en polvo. Un flujo 5 de nitrógeno y gases residuales sale de la primera cámara 1 vía un orificio de salida de gas dispuesto en la parte superior (primer extremo) de la primera cámara 1.

30 Desde el orificio de salida de polvo 6, el polímero en polvo entra en una línea de transferencia 7, equipada con una válvula 8, la cual en este caso es una válvula rotativa. Un flujo de gas de transferencia 9 entra en contacto con el polímero en polvo y transfiere el polímero en polvo a un orificio de entrada de polvo 11 de una segunda cámara 10, la cual en este caso es una tolva de alimentación. Dicha segunda cámara 10 también está equipada con un orificio de entrada de gas y un orificio de salida de gas, y un flujo 12 de gas de lavado, también nitrógeno, entra en la segunda cámara 10 por dicho orificio de entrada de gas dispuesto en la parte inferior de la segunda cámara 10, y un flujo 13 de nitrógeno y gas residual sale de la segunda cámara 10 por medio de dicho orificio de salida.

35 El sistema según esta realización está equipado además con un aparato adicional para permitir el correcto funcionamiento de la válvula 8. Este aparato consiste en una línea adicional de gas 16 que conecta una salida o un orificio de salida de gas de la válvula 8 con la parte superior de la primera cámara 1. La línea de gas 16 está provista con una válvula 17 para abrir y cerrar dicha línea de gas 16.

40 La Figura 2 muestra esquemáticamente un aparato según una primera realización de la invención. Esta realización difiere de la de la Figura 1 en que la primera y segunda cámaras están dispuestas tal que la primera cámara 1 está arriba de la segunda cámara 10 y la línea de transferencia 7 no está equipada con un orificio de entrada de gas de transferencia. Por lo tanto la transferencia del polímero en polvo de la primera cámara 1 a la segunda cámara 10 se realiza por medio de la gravedad.

45 El sistema según esta realización está equipado con un aparato según la presente invención para reducir las pérdidas del gas de lavado en la primera cámara 1 y para reciclar el gas de lavado en dicha primera cámara 1. Este aparato difiere del primer aparato explicado en conexión con la Figura 1 o 4 en que la línea de gas 16 no comprende una válvula. El segundo extremo de la línea de gas (que su primer extremo está conectado con la válvula 8) está ubicado dentro de la cámara 1, en una posición que está en el centro de la cámara cuando se ve transversalmente y aproximadamente en el centro de la cámara cuando se ve verticalmente.

50 La Figura 3 muestra esquemáticamente un sistema útil en un procedimiento según la invención. Esta realización difiere de la de la Figura 2 en que un mezclador 15 está dispuesto entre la válvula rotativa 8 y el orificio de entrada

de polvo 11 de la segunda cámara 10. El mezclador 15 mejora aun más la mezcla del polímero en polvo que entra en la segunda cámara 10. El sistema descrito en la Figura 3 puede también equiparse con un aparato explicado en conexión con las Figuras 2 o 5, aunque por motivos de claridad no se muestra aquí.

5 La Figura 4 muestra esquemáticamente un sistema adicional útil en un procedimiento según la invención. En esta realización una línea de gas 16 tiene su primer extremo conectado con una salida de gas de una válvula 8 para el polímero en polvo saliente ubicada en el fondo de la cámara. La válvula 8 está provista con un orificio de salida de gas que permite que al menos una parte del gas de lavado residual que permanece en el polímero en polvo entre en la válvula 8 para ser retirado y reintroducido en la cámara en su extremo superior. El segundo extremo de la línea de gas 16 está por lo tanto ubicado en la parte superior de la cámara, a una altura h_1 , la cual en esta realización es aproximadamente 20 % de la altura H de la cámara, medida desde el extremo superior de la cámara, es decir desde el extremo donde el polímero en polvo entra a la cámara y debajo del nivel del polímero en polvo. Desde allí, el gas de lavado residual es retirado vía un orificio de salida de gas 5. Se provee una válvula 17 en la línea de gas 16 para abrirla y cerrarla. Típicamente, la válvula se cierra durante el comienzo del proceso de fabricación y se abre una vez que el proceso opera de forma estable.

15 La Figura 5 muestra esquemáticamente un aparato según una segunda realización de la invención. Los números de referencia usados tienen el mismo significado que aquellos de las Figuras 1 a 4. Esta realización difiere de la realización explicada en conexión con la Figura 4 en que la línea de gas 16 no comprende una válvula. El segundo extremo 18 de la línea de gas (que su primer extremo está conectado con la válvula 8) está ubicado dentro de la cámara. La posición del segundo extremo 18 está en esta realización a la altura h_2 aproximadamente 48 % de la altura H de la cámara, medida desde el extremo superior de la cámara, y en la dirección transversal L aproximadamente en el medio del reactor, es decir a una longitud l_1 que es aproximadamente el 50 % de la longitud máxima L de la cámara. En el caso de cámaras cilíndricas, L corresponde al diámetro de la cámara. El segundo extremo 18 de la línea de gas 16 está además equipada con una pantalla 19 en forma de cono. Esta pantalla 19 permite una distribución más uniforme del flujo de gas de lavado que entra en la cámara desde el segundo extremo 18 de la línea de gas 16. El gas de lavado entra entonces en contacto con el polímero en polvo en lugar de ser inmediatamente desechado a través del orificio de salida de gas 5.

20 La Figura 6 muestra esquemáticamente un sistema útil en la invención. En esta realización, las cámaras 23 y 24 están ubicadas una encima de la otra en una cámara 26. El polímero en polvo se transfiere desde la cámara 23 a la cámara 24 a través de un orificio dispuesto en 25. La primera cámara 23 está equipada con un orificio de salida de gas 5a y la cámara 25 está equipada en esta realización con dos orificios de salida de gas 5b y 5c. Ambas cámaras también están equipadas con orificios de entrada de gas de lavado 4a y 4b.

25 La Figura 7 muestra esquemáticamente un sistema útil en la invención. Esta realización fue usada en la parte Experimental y será descrita allí con mayor detalle.

Parte experimental

35 La presente invención fue probada en un sistema según la Figura 7, y como se describe en la página 10. En este sistema, la primera y segunda cámara eran cilíndricas y el diámetro D1 de la primera cámara 1 fue 2,8 m y el ángulo α en la parte del fondo de la cámara 1 fue 70°. El volumen de la primera cámara, aquí columna de depuración fue 100 m³ y el gas de lavado, aquí nitrógeno, fue inyectado a la columna de depuración a través de una pantalla.

40 El diámetro D10 de la segunda cámara 10 fue 5 m y el ángulo β en la parte del fondo de la cámara 10 fue 60°. El volumen de la segunda cámara, aquí tolva de alimentación, fue 400 m³ y el gas de lavado, aquí nitrógeno, fue inyectado a la tolva de alimentación a través de un distribuidor con ocho boquillas de inyección ubicadas a aproximadamente 2 m del fondo del cono. La válvula 8 fue una válvula rotativa.

45 El sistema fue usado para desgasificar polietileno proveniente de un reactor de doble bucle, el polímero tiene una densidad de 0,949 g/cm³, un índice de fusión de alta carga HLMI de 8 g/10 min. La densidad aparente del polímero fue de 450 g/l.

50 Los **Ejemplos 5 y 6** están de acuerdo con la invención. El sistema según la Figura 7 fue probado en los **Ejemplos 5 y 6**. Las condiciones están indicadas en la Tabla 1. El nitrógeno fue reinyectado en el medio de la columna de depuración, a una distancia h_2 de aproximadamente 70 % de la altura H y en l_1 de aproximadamente 50 % del diámetro mayor L, y por debajo del polímero en polvo. El **Ejemplo 1** es un ejemplo comparativo, en el cual la reinyección del nitrógeno ocurre en la parte superior (20) de la primera cámara y fuera del polímero en polvo.

55 Los **Ejemplos 5 y 6** muestran el efecto de la reinyección de nitrógeno dentro de la cámara por debajo del polímero en polvo. El nitrógeno fue reinyectado en el medio de la columna de depuración a una distancia h_2 de aproximadamente 70 % de la altura H y en l_1 de aproximadamente 50 % del diámetro mayor L, según un sistema mostrado parcialmente en la Figura 5. Se puede apreciar al observar el **Ejemplo 5**, que si el flujo de nitrógeno en la columna de depuración es menor que en el **Ejemplo** comparativo **1** (200 kg/h contra 300 kg/h), permaneciendo todo el resto de condiciones iguales, la cantidad de hidrocarburos en el orificio de salida de polvo de la columna de depuración permanecen iguales que los del **Ejemplo 1**. Esto muestra claramente que con menos nitrógeno, es posible tener la misma cantidad de hidrocarburos en el orificio de salida de polvo de la columna de depuración.

5 En el **Ejemplo 6**, la cantidad de gas de transferencia requerida es solo la mitad de la del **Ejemplo 5**, puesto que debido a que se disminuye a la mitad la presión de transferencia como mucho solo es necesaria la mitad de gas nitrógeno para rebalancear la presión en la unidad de reciclaje de nitrógeno. Uno puede ver que con menos nitrógeno usado, es posible tener la misma cantidad de hidrocarburos en el polvo en el orificio de salida de la tolva de alimentación, 55 ppm en ambos **Ejemplos 5 y 6**.

10 Los **Ejemplos 2 a 4** están fuera del alcance de la invención. Como se puede apreciar de la Tabla 1, cuando se compara por ejemplo con los **Ejemplos 1 y 2**, cuando se reduce el 50 % el flujo de nitrógeno en la columna de depuración, y el flujo de nitrógeno en la tolva de alimentación se incrementa 500 %, disminuyendo el flujo total de nitrógeno de 330 a 300 kg/h, la cantidad de hidrocarburos en el orificio de salida de la tolva de alimentación disminuye de 55 a 6 ppm. También se puede apreciar cuando se observa el **Ejemplo 3**, que si el nivel de polímero en la columna de depuración se disminuye del 90 al 55 %, y el tiempo de permanencia disminuye de aproximadamente 2,5 horas a 1,5 horas, la cantidad de hidrocarburos al final del sistema es 10 ppm en lugar de 6 ppm, es decir aun 1/5 de la cantidad en un proceso típico. En el **Ejemplo 4**, se observó que cuando se disminuye la cantidad de polímero en la tolva de alimentación y su tiempo de permanencia, la cantidad de hidrocarburos al final es incluso menor, es decir 4 ppm.

Tabla 1

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6
COLUMNA DE DEPURACIÓN							
Velocidad de alimentación del polímero a la columna de depuración	t/hora	15	15	15	15	15	15
Hidrocarburos en el orificio de entrada de polvo de la columna de depuración	ppm	6000	6000	6000	6000	6000	6000
Flujo de nitrógeno hacia la columna de depuración	kg/h	300	150	150	150	200	250
COLUMNA DE DEPURACIÓN							
Nivel de polímero en la columna de depuración	%	90	90	55	90	90	90
Contenido en la columna de depuración	t	37,8	37,8	23,1	37,8	37,8	37,8
Tiempo de permanencia	horas	2,52	2,52	1,54	2,52	2,52	2,52
Hidrocarburos en el orificio de salida de polvo de la columna de depuración	ppm	60	75	100	75	60	61
Hidrocarburos en la corriente de depuración	kg/h	89,1	88,9	88,5	88,9	89,1	89,1
Concentración de hidrocarburos en el flujo de gas que sale	% en peso	17	24	24	24	22	22

ES 2 385 101 T3

(continuación)

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6
TRANSFERENCIA							
Presión de transferencia	hPa	700	700	700	700	700	350
Pérdidas en la válvula rotativa	kg/h	125	125	125	125	125	62,5
Reinyección de nitrógeno		arriba	arriba	arriba	arriba	medio	medio
TOLVA DE ALIMENTACIÓN							
Nivel de polímero en la tolva de alimentación	%	10	10	10	50	10	10
Contenido en la tolva de alimentación	t	16,8	16,8	16,8	84	16,8	16,8
Tiempo de permanencia	horas	1,12	1,12	1,12	5,6	1,12	1,12
Flujo de nitrógeno la tolva de alimentación	kg/h	30	150	150	150	30	30
Hidrocarburos en el polvo en el orificio de salida de la tolva de alimentación	ppm	55	6	10	4	55	55
Tiempo total de permanencia en el sistema	horas	3,64	3,64	2,66	8,12		

REIVINDICACIONES

1. Un aparato para desgasificar polímeros en polvo que comprende
 - 5 - una cámara (1) que tiene un primer extremo (20) y un segundo extremo (21) opuestos el uno con el otro, estando dicha cámara equipada con al menos un orificio de entrada de polvo y al menos un orificio de salida de gas en el primer extremo (20) y con al menos un orificio de salida de polvo y al menos un orificio de entrada de gas en el segundo extremo (21),
 - una válvula (8) provista de una entrada de polvo y una salida de polvo y dispuesta en el orificio de salida de polvo (6) de dicha cámara (1),
 - 10 donde dicha cámara (1) está equipada con una línea de gas (16) que conecta una salida de gas de la válvula (8) con el interior de la cámara (1), caracterizado porque la línea de gas (16) se conecta al interior de la cámara (1) en una posición que está a una distancia (h_2) del primer extremo, siendo dicha distancia (h_2) 20 - 70 % de la altura (H) de la cámara (1) y a una distancia (l_1) de una pared (22) de dicha cámara (1), siendo dicha distancia (l_1) 20 - 50 % del diámetro mayor (L) de la cámara (1).
 - 15 2. Aparato según la reivindicación 1, caracterizado porque la distancia (h_2) es 20 - 60 % de la altura (H) de la cámara (1).
 3. Aparato según la reivindicación 2, caracterizado porque la distancia (h_2) es 30 - 50 % de la altura (H) de la cámara (1).
 - 20 4. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la distancia (l_1) es 30 - 50 % del diámetro mayor (L) de la cámara (1).
 5. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la válvula (8) es una válvula rotativa.
 6. Aparato según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cámara (1) es una columna de depuración.
 - 25 7. Un procedimiento para desgasificar polímeros en polvo que comprende el lavado del polímero en polvo en una cámara con un flujo de gas de lavado, en el que al menos una parte del gas de lavado que sale de la cámara a través de un orificio de salida de polvo se reintroduce en dicha cámara, caracterizado porque la reintroducción se realiza en una posición que está a una distancia (h_2) del primer extremo (20), siendo dicha distancia (h_2) 20 - 70 % de la altura (H) de la cámara (1) y a una distancia (l_1) de la pared (22) de dicha cámara (1), siendo dicha distancia (l_1) 20 - 50 % del diámetro mayor L de la cámara (1) y tal reintroducción se realiza por debajo del nivel del polímero en polvo.
 - 30 8. Un procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el flujo del gas de lavado que entra a la cámara tiene un flujo de 5 - 50 kg/h de gas de lavado por tonelada/hora de polímero.
 - 35 9. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 7 - 8, caracterizado porque el gas de lavado es un gas inerte.
 10. Un procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el gas inerte es nitrógeno.

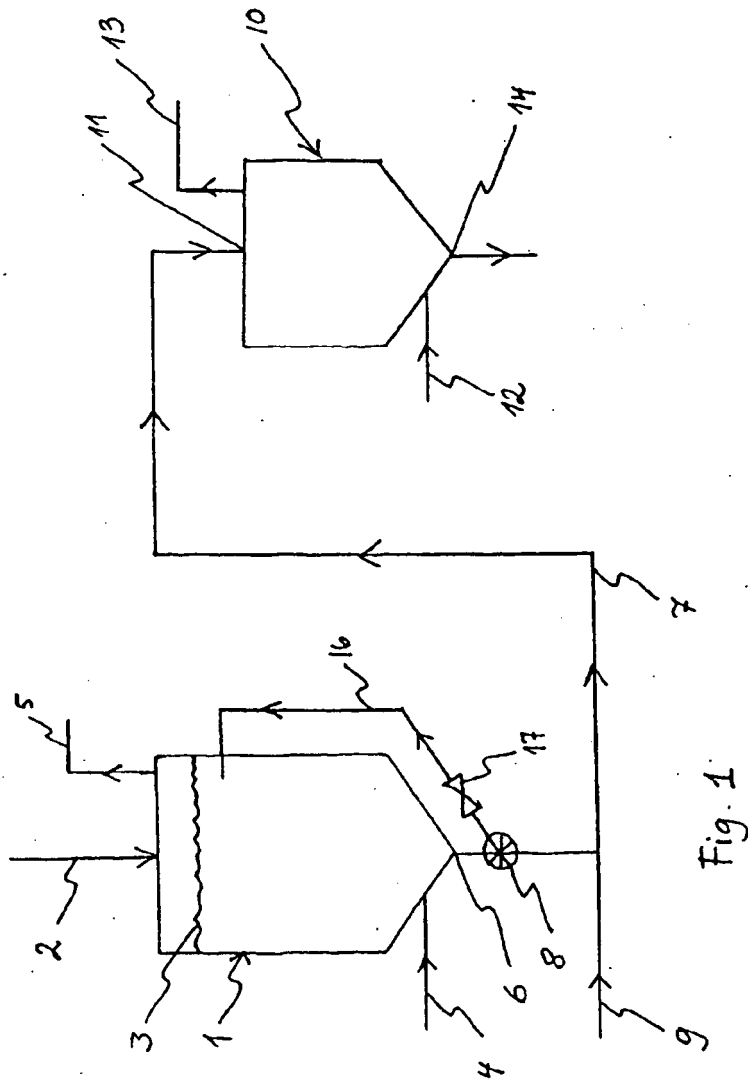


Fig. 1

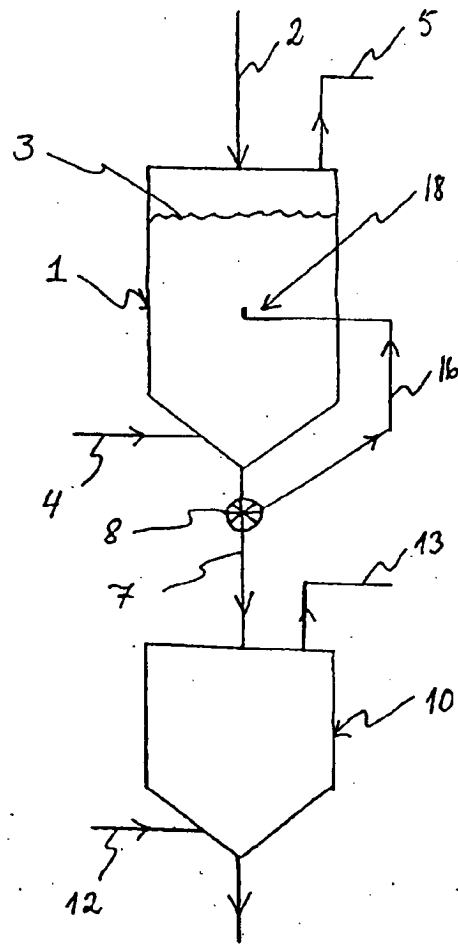


Fig. 2

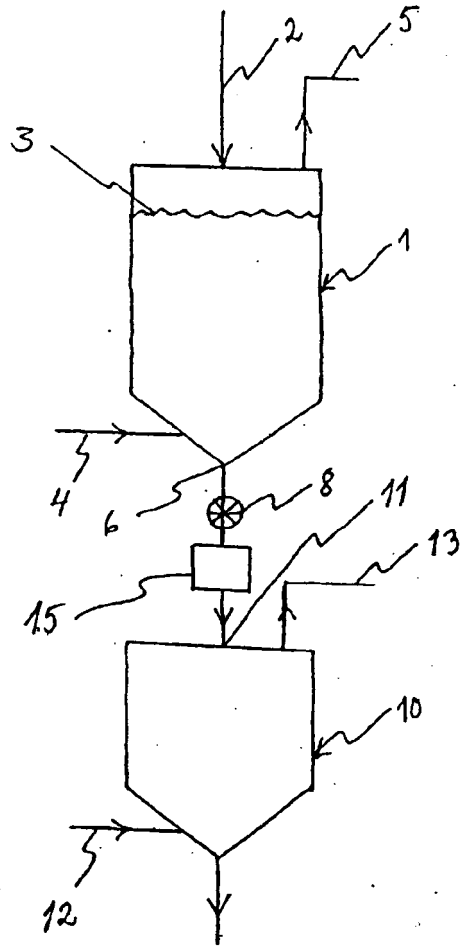


Fig. 3

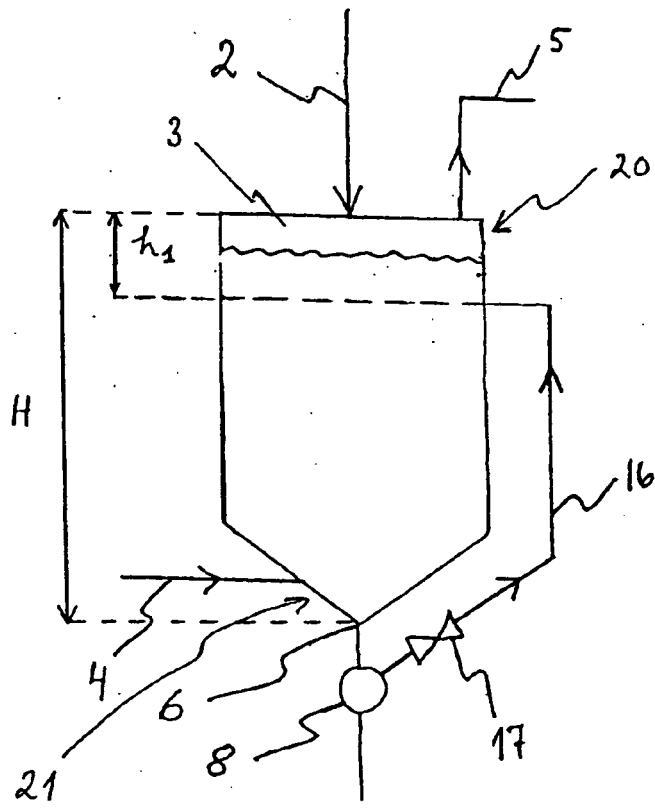


Fig. 4

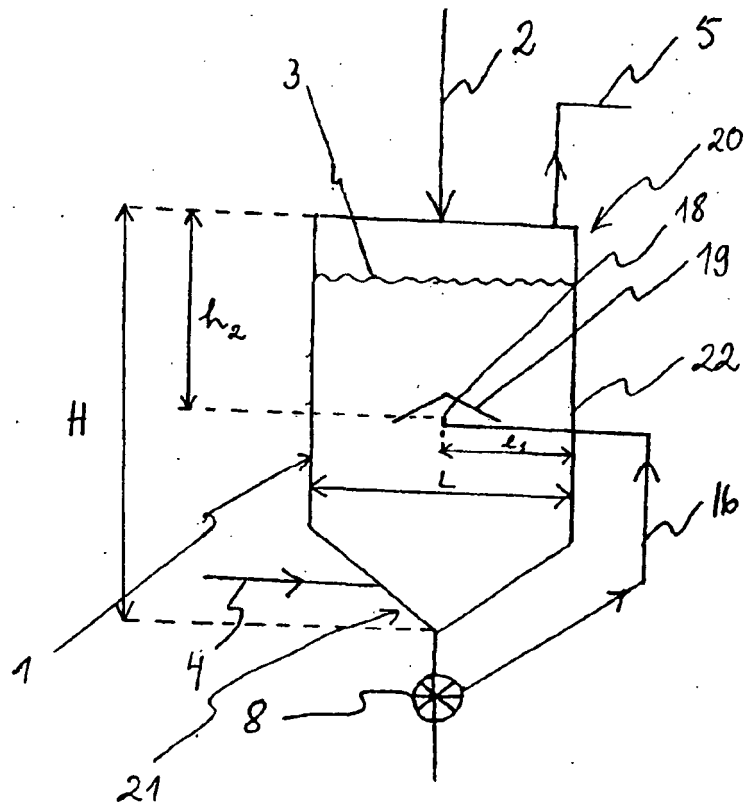


Fig. 5

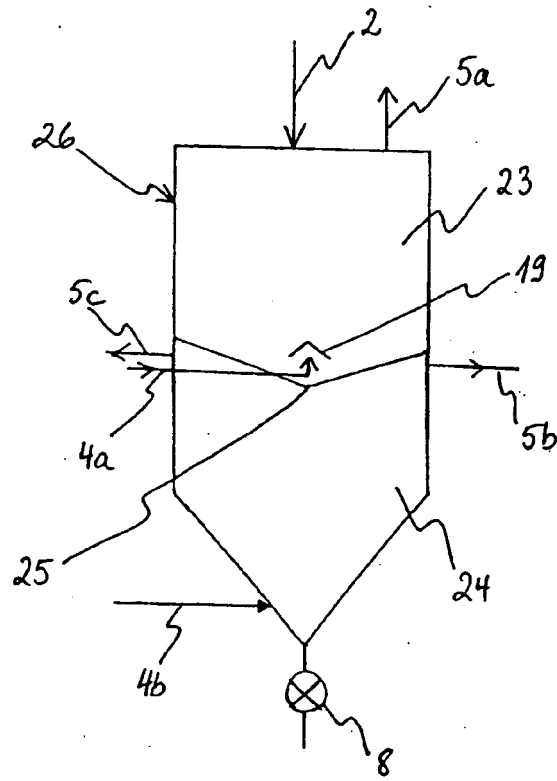


Fig. 6

