

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 436 465**

51 Int. Cl.:

C08F 10/00 (2006.01)

C08F 2/14 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.10.2010** **E 10771114 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2013** **EP 2493937**

54 Título: **Procedimiento de polimerización en fase de suspensión**

30 Prioridad:

30.10.2009 EP 09174646

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

02.01.2014

73 Titular/es:

INEOS MANUFACTURING BELGIUM NV (100.0%)
Scheldelaan 482
2040 Antwerpen, BE

72 Inventor/es:

MARISSAL, DANIEL

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 436 465 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

Procedimiento de polimerización en fase de suspensión

La presente invención se refiere a la polimerización de olefinas en reactores cíclicos en fase de suspensión.

Se conoce bien la polimerización en fase de suspensión de olefinas en la que un monómero olefínico y opcionalmente un comonómero olefínico se polimerizan en presencia de un catalizador en un diluyente en el que el producto polimérico sólido se suspende y transporta.

La presente invención trata más particularmente de la polimerización en un reactor cíclico en el que la suspensión se hace circular por el reactor típicamente por medio de una bomba o un agitador. Los reactores cíclicos llenos de líquido se conocen particularmente bien en la técnica y se describen, por ejemplo, en las Patentes de EE. UU. Número 3.152.872, 3.242.150 y 4.613.484.

La polimerización se lleva a cabo típicamente a temperaturas en el intervalo de 50-125°C y a presiones en el intervalo de 1-100 bar. El catalizador utilizado puede ser cualquier catalizador típicamente utilizado para la polimerización de olefinas, tal como óxido de cromo, catalizadores de Ziegler-Natta o de tipo metalloceno. La suspensión de producto, que comprende polímero y diluyente y en la mayoría de los casos también catalizador, monómero olefínico y comonómero, se puede descargar intermitentemente o continuamente, opcionalmente utilizado dispositivos concentradores tales como hidrociclones o ramales de sedimentación para minimizar la cantidad de fluidos extraídos con el polímero.

El reactor cíclico es de una construcción tubular continua que comprende al menos dos, por ejemplo cuatro, secciones verticales y al menos dos, por ejemplo cuatro, secciones horizontales. El calor de polimerización típicamente se retira utilizando intercambio indirecto con un medio refrigerante, preferiblemente agua, en camisas que rodean al menos parte del reactor cíclico tubular. El volumen del reactor cíclico puede variar, pero está típicamente en el intervalo de 20 a 250 m³; los reactores cíclicos de la presente invención son de este tipo genérico.

Las capacidades máximas de las plantas a escala comercial se han incrementado continuamente a lo largo de los años. La creciente experiencia operativa a lo largo de las últimas décadas ha conducido al manejo de concentraciones cada vez mayores de suspensión y monómero en los ciclos de reacción. El incremento en las concentraciones de las suspensiones se ha conseguido típicamente con velocidades de circulación incrementada conseguidas, por ejemplo, mediante una carga hidrostática de la bomba de circulación del reactor superior o múltiples bombas de circulación según se ilustra por EP 432555A y EP 891990A. El incremento en la carga de sólidos es deseable para incrementar el tiempo de permanencia en el reactor para un volumen de reactor fijo y también para reducir el tratamiento con diluyente aguas abajo y los requisitos de reciclado (una concentración de sólidos superior corresponde obviamente a una proporción de diluyente reducida). Sin embargo, el requisito de velocidad y caída de presión incrementadas del ciclo ha conducido a tamaños y complejidad del diseño de la bomba crecientes, y también un consumo de energía creciente a medida que se incrementan las concentraciones de la suspensión. Esto tiene implicaciones tanto de capital como de costes operativos.

Históricamente, la velocidad de circulación en el ciclo de reacción típicamente se ha maximizado para asegurar el mantenimiento de una buena distribución térmica, de composición y de distribución de partículas a través de la sección transversal del reactor, particularmente la evitación de la sedimentación de sólidos, características de flujo estables o concentraciones de sólidos excesivas en la pared de los tubos. Una distribución transversal inadecuada podría conducir a incrustaciones incrementadas, transferencia de calor reducida y productividad y homogeneidad del polímero reducidas. Por ejemplo, WO 2004024780 divulga en las Tablas 2 y 3 velocidades de circulación de al menos 6,9 m/s a fin de evitar la saltación, que es el fenómeno de partículas que rebotan a lo largo de la pared de los reactores en lugar de suspenderse totalmente en el diluyente.

Se ha encontrado que de hecho es posible trabajar a velocidades de circulación inferiores y/o concentraciones de sólidos superiores a las utilizadas típicamente en la técnica anterior mediante la optimización cuidadosa de la geometría del reactor, a fin de minimizar el grado de distribución transversal irregular de polímero sólido. Más específicamente, se ha encontrado que es posible calcular el efecto de fuerzas gravitatorias y centrífugas que actúan sobre la suspensión que contribuyen a una distribución transversal irregular de sólidos, de modo que la geometría del reactor se puede diseñar de modo que se minimice el efecto neto de esas fuerzas en cualquier dirección particular.

Por lo tanto, la presente invención proporciona un procedimiento para polimerizar, en un reactor cíclico, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión que comprende polímero olefínico sólido en partículas y dicho diluyente, en el que la relación entre la concentración volumétrica de sólidos real de la suspensión y la concentración de sólidos en volumen geométrico máxima posible de la suspensión según se mide mediante la densidad en masa de un lecho de partículas sedimentado no compactado, SVCR, es $V^*0,065$ o más, y

la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo de $[0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - \text{SVCR}) \cdot 1,666]$, donde V es la velocidad de circulación de la suspensión en m/s y la "distancia de sedimentación acumulativa" se define como la distancia acumulativa, expresada como una fracción del diámetro, recorrida por una partícula en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo desde la bomba aguas arriba previa. Se prefiere que V sea menor de 9,5 m/s. También se prefiere que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantenga por debajo de 0,37.

En un aspecto alternativo, la presente invención proporciona un procedimiento para polimerizar, en un reactor cíclico, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión que comprende polímero olefínico sólido en partículas y dicho diluyente, en el que la velocidad de circulación de la suspensión en m/s, V, es menor de 9,5 m/s, y la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo del menor de 0,37 o $[0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - \text{SVCR}) \cdot 1,666]$, donde SVCR es la relación entre la concentración volumétrica de sólidos real de la suspensión y la concentración de sólidos en volumen geométrico máxima posible de la suspensión según se mide mediante la densidad en masa de un lecho de partículas sedimentado no compactado, y la "distancia de sedimentación acumulativa" se define como la distancia acumulativa, expresada como una fracción del diámetro, recorrida por una partícula en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo desde la bomba aguas arriba previa. En este aspecto de la invención, se prefiere que la SVCR sea al menos 0,062*V.

Los comentarios posteriores se refieren a ambos aspectos de la invención.

Según se indica anteriormente, la distancia de sedimentación acumulativa en una dirección particular perpendicular a la dirección de flujo se define como la distancia total, expresada como una fracción del diámetro, atravesada por una partícula media en esa dirección desde su paso a través de la bomba previa aguas arriba. En un reactor con una sola bomba, esta puede estar en cualquier punto durante un circuito completo del reactor, y por lo tanto el análisis se basa en el cálculo de la distancia de sedimentación acumulativa en un circuito completo del reactor. La distancia de sedimentación acumulativa se calcula añadiendo las distancias de sedimentación para cada sección del circuito del reactor - ramales rectos horizontales o verticales y curvas. Frecuentemente, la distancia de sedimentación acumulativa máxima se presenta inmediatamente antes de la siguiente bomba - es decir después de un circuito completo del reactor si el reactor tiene una sola bomba. Sin embargo, se puede presentar en un punto intermedio del reactor.

Según se mencionó anteriormente, el término "distancia de sedimentación acumulativa" se pretende referir a la relación de la distancia de sedimentación acumulativa al diámetro del reactor, y por lo tanto se expresa como una fracción. Una distancia de sedimentación acumulativa de 0,25 significa que la partícula se ha trasladado un total de 0,25D en la dirección particular perpendicular al flujo, es decir hacia la pared del reactor (D = diámetro del reactor).

En secciones horizontales rectas del reactor cíclico, las fuerzas gravitatorias provocan un movimiento neto descendente de las partículas sólidas hacia la parte inferior de la pared del reactor. En todos los codos (curvas) del reactor cíclico, las fuerzas centrífugas provocan un movimiento neto de partículas hacia la pared externa. En secciones verticales rectas del reactor cíclico, por supuesto, no hay fuerzas centrífugas, y la fuerza gravitatoria hacia cualquier pared particular es cero. El movimiento neto en una dirección particular en estos diferentes tipos de secciones puede ser aditivo, o puede ser opuesto. Por ejemplo, cuando una sección horizontal está seguida por un codo que gira verticalmente hacia arriba, la fuerza centrífuga en el codo empuja las partículas en la misma dirección que la fuerza gravitatoria en la sección horizontal. Sin embargo, si el codo gira hacia abajo, la fuerza centrífuga actúa para empujar las partículas en la dirección opuesta a la fuerza gravitatoria en la sección horizontal previa.

Estará claro que cuanto mayor sea la CSD en cualquier dirección particular, más migrarán las partículas hacia la pared del reactor durante su paso por el reactor, y por lo tanto mayor será la heterogeneidad en la distribución transversal de partículas. Tal distribución heterogénea puede conducir a la formación de lodos de polímero sólido, especialmente si la concentración de sólidos es alta. La aparición de lodos en la circulación del reactor depende no solo de la sedimentación acumulativa que está indicada por la CSD, sino también de la concentración volumétrica de sólidos. Si la concentración de sólidos es baja, aunque se incrementa la sedimentación, hay más margen antes de que la suspensión alcance una concentración excesiva en las paredes, y así se reducirá la formación de lodo. En este caso, la distancia de sedimentación aceptable según la invención puede ser relativamente grande. Por el contrario, si la concentración de sólidos ya es muy alta en el reactor, incluso una CSD relativamente alta será suficiente para formar una gruesa capa de suspensión de polímero sobre la pared del reactor, y la formación de lodo se produce rápidamente. En tal caso, la CSD aceptable es muy baja. La formación de lodo da como resultado una fluctuación en la caída de presión y el consumo de energía de la bomba del reactor: por encima de un cierto nivel, esto puede dar como resultado un bloqueo del reactor debido a la interrupción del patrón de flujo continuo.

Se prefiere que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en

cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantenga por debajo de $0,9 \cdot [0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$, y más preferiblemente por debajo de $0,8 \cdot [0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$.

5 La velocidad de circulación en el reactor se calcula a partir del flujo volumétrico del reactor dividido por la sección del tubo del reactor. El consumo de energía de la planta se utiliza para comprobar que el caudal de funcionamiento está cerca del caudal de diseño comparando la curva de la bomba con la energía consumida.

10 Con respecto a la concentración de sólidos a la que se empiezan a producir problemas de circulación, hay una concentración volumétrica máxima absoluta alcanzable en un reactor cíclico de suspensión, por encima de la cual la circulación no puede continuar. Esto se debe al efecto de la fricción entre las partículas, que incrementa sustancialmente la viscosidad aparente de la suspensión cuando la concentración se hace tan alta que las partículas están muy próximas entre sí. Esto se describe mediante la ecuación de Mooney, que liga la viscosidad aparente de la suspensión a la viscosidad del líquido y la concentración de sólidos.

15 La concentración de sólidos del reactor se determina utilizando un densitómetro situado en un ramal vertical del reactor para estimar el % en peso de sólidos en la suspensión. Esto se calcula aproximadamente como $(1/\text{Rho de suspensión} = \% \text{ en peso de sólidos} / \text{Rho del PE} + (1 - \% \text{ en peso de sólidos} / \text{Rho del diluyente}))$. La Rho de la suspensión es medida directamente por el densitómetro, la Rho del líquido se conoce a partir de datos públicos o correlación, y la Rho del PE se determina mediante un método analítico tal como una columna con gradiente.

20 También hay una concentración máxima geométrica separada, correspondiente a la densidad de un lecho de polvo muy compactado, que no se puede superar. Es esta concentración la que se utiliza para determinar la relación de la concentraciones en volumen de sólidos utilizada en la presente invención. Este máximo geométrico $\text{Vol}_{\text{máx}}$ se puede calcular utilizando la fórmula

$$\text{Vol}_{\text{máx}} = \text{Rho}_{\text{en masa}} / \text{Rho}_p$$

donde $\text{Rho}_{\text{en masa}}$ es la densidad en masa y Rho_p es la densidad aparente de las partículas (la densidad aparente tiene en cuenta los poros del material) de la poliolefina.

25 La densidad aparente de las partículas se determina insertando un pseudofluido formado por bolas de vidrio muy finas en el volumen intersticial y midiendo el peso del pseudofluido insertado. Esto permite medir específicamente la densidad aparente de las partículas, ya que los poros del polvo de polietileno son demasiado pequeños para permitir que entre el pseudofluido. Detalles de este método se pueden encontrar en Micrometrics. La densidad en masa se mide según ISO R60: la poliolefina se vierte libremente a través de un embudo en una copa de medida de un volumen conocido y, pesando la copa de medida vacía y llena, se determina la densidad en masa.

35 Se ha encontrado que la circulación de la suspensión en el reactor conduce a una caída de presión y un consumo de energía excesivos cuando la relación de la concentración volumétrica de sólidos real a la concentración geométrica máxima supera 0,7. Por lo tanto, un objetivo de la invención es asegurar que la distancia de sedimentación acumulativa sea suficientemente corta para que se minimice la proporción del reactor en la que se supera esta concentración debido a la sedimentación.

40 La sedimentación se puede producir hacia cualquier eje longitudinal de la pared del reactor tubular. Por lo tanto, la distancia de sedimentación acumulativa (CSD) necesita ser determinada en cuatro direcciones perpendiculares a través de la sección transversal del reactor tubular, aunque de hecho los valores de CSD para direcciones opuestas por supuesto estarán relacionados inversamente, de modo que solo se necesita calcular dos direcciones perpendiculares. El objetivo de la invención es mantener los cuatro valores de CSD por debajo del límite especificado anteriormente. Esto se puede conseguir diseñando la geometría del reactor, tal como la dirección y el radio de los codos y la dirección y la longitud de las secciones horizontales, de modo que se minimice la CSD en cualquier dirección. Haciendo esto, es posible limitar la formación de lodo y los problemas asociados susodichos hasta niveles aceptables y de ese modo permitir un funcionamiento satisfactorio a concentraciones de sólidos superiores.

Las distancias de sedimentación para cada sección del reactor se calculan utilizando principios muy conocidos, según se indica posteriormente. Se supone que todas las partículas de polímero tienen una velocidad longitudinal constante a través de su circuito del reactor, y que el único cambio está en la posición radial con relación al eje longitudinal del reactor.

50 Para cualquier sección horizontal de un reactor cíclico, la velocidad de sedimentación de las partículas sólidas aguas abajo de la parte más baja de la pared del reactor se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Velocidad de sedimentación } V_s = 1,74 \cdot (d \cdot (\text{Rho}_p - \text{Rho}_f) / \text{Rho}_f \cdot g)^{0,5}$$

Donde d = diámetro de partícula medio

ρ_p = densidad aparente de la partícula

ρ_f = densidad del fluido

g = aceleración gravitatoria, $9,81 \text{ m/s}^2$.

- 5 El diámetro de partícula se mide mediante bandejas tamizadoras, y el tamaño de partícula medio es el D50 de la distribución de tamaños de partícula.

10 Para cualquier codo (curva) en el reactor cíclico, la velocidad de sedimentación se calcula utilizando la misma ecuación que anteriormente, pero reemplazándose g por la aceleración centrífuga, V^2/R_{codo} , donde V es la velocidad de circulación de la suspensión en el reactor y R_{codo} es el radio de curvatura del codo. En el codo, se ignora la sedimentación horizontal debida a fuerzas gravitatorias.

En ambos de los casos anteriores, la velocidad de sedimentación V_s se ajusta a continuación para tener en cuenta la concentración de sólidos: concentraciones superiores reducen la velocidad. Este ajuste se realiza multiplicando V_s por $(1 - C_{\text{vol}})^{2,33}$ donde C_{vol} es la concentración volumétrica de la suspensión expresada como una fracción.

15 Una vez que se ha calculado V_s , la distancia de sedimentación se obtiene dividiendo V_s por la cantidad de tiempo que la partícula pasa en la sección particular, que por supuesto es igual a la velocidad de la suspensión dividida por la longitud de la sección. A continuación, las distancias de sedimentación para cada sección en el camino del flujo se suman (o se sustraen cuando sea apropiado) a fin de obtener la relación de la distancia de sedimentación acumulativa CSD.

20 A partir de la relación de la distancia de sedimentación acumulativa, es posible calcular un perfil de concentración aproximado para la suspensión en su paso por el reactor, y de ese modo obtener una estimación del grosor de áreas de alta concentración. La sedimentación hacia la pared provoca finalmente una acumulación de partículas sedimentadas sobre la pared a medida que la relación de concentraciones en volumen de sólidos SVCR se incrementa hasta su máximo de 1,0, y cuanto mayor es la distancia de sedimentación acumulativa, mayor es el grosor de la capa de partículas. Según se mencionó previamente, la formación de áreas de alta concentración o partículas sedimentadas cerca de la pared del reactor puede conducir a diversas desventajas tales como fluctuaciones en los requisitos de presión del reactor y energía de la bomba. Esto comienza a ocurrir localmente si la SVCR supera 0,6, y es probable que se encuentren problemas significativos si la acumulación de partículas sedimentadas - áreas con una SVCR de 1,0 - se incrementa hasta 0,5D o más.

30 El procedimiento de la invención se puede aplicar a cualquier polimerización de olefinas que tenga lugar en suspensión en un reactor cíclico. Lo más habitualmente, la olefina es etileno o propileno. Típicamente, en el procedimiento de polimerización en suspensión de polietileno, la suspensión en el reactor comprenderá el polímero en partículas, el diluyente o los diluyentes hidrocarbonados, el (co)monómero o los comonómeros, el catalizador, terminadores de cadena tales como hidrógeno y otros aditivos para el reactor. En particular, la suspensión comprenderá 20-75, preferiblemente 30-70 por ciento en peso basado en el peso total de la suspensión de polímero en partículas y 80-25, preferiblemente 70-30 por ciento en peso basado en el peso total de la suspensión del medio suspensivo, donde el medio suspensivo es la suma de todos los componentes fluidos del reactor y comprenderá el diluyente, monómero olefínico y cualesquiera aditivos; el diluyente puede ser un diluyente inerte o puede ser un diluyente reactivo, en particular un monómero olefínico líquido; cuando el principal diluyente es un diluyente inerte, el monómero olefínico típicamente comprenderá 0,5-20, preferiblemente 1-6 por ciento en peso del peso total del diluyente inerte.

La suspensión se bombea a través del sistema de reacción cíclico sin fin relativamente uniforme a velocidades hidráulicas suficientes para (i) mantener el polímero en estado de suspensión en la suspensión y (ii) para mantener una concentración transversal y gradientes de carga de sólidos aceptables.

45 La concentración de sólidos en la suspensión en el reactor estará típicamente por encima de 20% en volumen, preferiblemente aproximadamente 30% en volumen, por ejemplo 20-40% en volumen, preferiblemente 25-35% en volumen, donde % en volumen es $[(\text{volumen total de la suspensión} - \text{volumen del medio suspensivo})/(\text{volumen total de la suspensión})] \times 100$. La concentración de sólidos medida como porcentaje en peso que es equivalente a la medida como porcentaje en volumen variará según el polímero producido pero más particularmente según el diluyente utilizado. Cuando el polímero producido es polietileno y el diluyente es un alcano, por ejemplo isobutano, se prefiere que la concentración de sólidos esté por encima de 40% en peso, por ejemplo en el intervalo de 40-60, preferiblemente 45%-55% en peso basado en el peso total de la suspensión.

Generalmente, se prefiere que para condiciones de reacción de 70-100°C y 20-40 bar, lo que cubre la mayoría del

intervalo de condiciones de polimerización a las que se aplica la invención, el diluyente debe tener una densidad de al menos 500 kg/m^3 . Un diluyente de densidad superior significa una velocidad de sedimentación inferior para las partículas de polímero y de ahí una CSD inferior.

- 5 Se puede observar a partir del análisis anterior que para un grupo dado de condiciones de procesamiento - polímero, diluyente, velocidad y concentración de sólidos - la distancia de sedimentación acumulativa depende solamente de la geometría del reactor. Por lo tanto, una característica clave de la invención es el diseño de la geometría del reactor a fin de minimizar la CSD.

- 10 Una vez que se aprecia la base de la invención según se describió anteriormente, el experto no tendrá dificultad para optimizar el diseño de la geometría del reactor a fin de minimizar la CSD. Por ejemplo, será evidente inmediatamente que una distancia horizontal larga dará como resultado un grado significativo de sedimentación gravitatoria. Por lo tanto, esto bien debe evitarse, o bien alternativamente equilibrarse mediante una longitud o longitudes similares en las que la sedimentación gravitatoria se hace actuar en la cara opuesta del tubo, lo que ocurriría, por ejemplo, si el tubo forma un bucle.

- 15 Para reactores que tienen cuatro ramales verticales (tales como los mostrados en la Figura 1), se prefiere que las secciones horizontales que unen las partes inferiores de los ramales sean de la misma longitud o más cortas que las que unen las partes superiores de los ramales. Para reactores que tienen ocho ramales verticales, se prefiere que las secciones horizontales que unen las partes superiores de los ramales tengan todas la misma orientación horizontal. Más generalmente, se prefiere que no más de cuatro, preferiblemente no más de dos, secciones horizontales que unen las partes inferiores de los ramales verticales del reactor cíclico tengan la misma orientación horizontal. Habitualmente, las secciones que tienen la misma orientación horizontal son paralelas, aunque no necesitan serlo exactamente.

También se prefiere generalmente que la relación de longitud a diámetro (L/D) de las secciones horizontales en el reactor cíclico no sea mayor de 12, y separadamente se prefiere que la relación del radio al diámetro de los codos en el reactor no sea mayor de 4.

- 25 Se puede observar a partir de la invención que puede ser ventajoso llevar a cabo la polimerización en reactores de diámetro mayor que los utilizados convencionalmente en la polimerización en suspensión, ya que esto significa que la CSD será inferior (puesto que se expresa como una proporción del diámetro del reactor). Por ejemplo, reactores que tienen diámetros internos por encima de 500 milímetros, en particular por encima de 600, por ejemplo entre 600 y 750 milímetros, se pueden utilizar cuando históricamente habrían supuesto un problema incrementado.

- 30 El tamaño del reactor está típicamente por encima de 20 m^3 , en particular por encima de 50 m^3 , por ejemplo 75-150 m^3 , preferiblemente en el intervalo de 75-150 m^3 .

- 35 La presión empleada en el ciclo será suficiente para mantener el sistema de reacción "lleno de líquido", es decir sustancialmente no hay fase gaseosa. Presiones típicas utilizadas están entre 1-100 bar, preferiblemente entre 30 y 50 bar. En la polimerización de etileno, la presión parcial de etileno estará típicamente en el intervalo de 0,1 a 5 MPa, preferiblemente de 0,2 a 2 MPa, más particularmente de 0,4 a 1,5 MPa. Las temperaturas seleccionadas son tales que sustancialmente todo el polímero producido esencialmente (i) esté en una forma particular sólida no pegajosa y no aglomerativa y (ii) sea insoluble en el diluyente. La temperatura de polimerización depende del diluyente hidrocarbonado elegido y el polímero que se produce. En la polimerización de etileno la temperatura está generalmente por debajo de 130°C , típicamente entre 50 y 125°C , preferiblemente entre 75 y 110°C . Por ejemplo, en la polimerización de etileno en diluyente de isobutano, la presión empleada en el ciclo está preferiblemente en el intervalo de 30-50 bar, la presión parcial de etileno está preferiblemente en el intervalo de 0,2-2 MPa y la temperatura de polimerización está en el intervalo de 75- 110°C . El rendimiento espacio-tiempo, que es el grado de producción de polímero por unidad de volumen del reactor cíclico para el procedimiento de la presente invención, está en el intervalo de 0,1-0,4 preferiblemente 0,15-0,3 toneladas/hora/ m^3 .

- 45 El procedimiento según la invención se aplica a la preparación de composiciones que contienen polímeros olefínicos (preferiblemente etilénicos) que pueden comprender uno o un número de homopolímeros olefínicos y/o uno o un número de copolímeros. Es particularmente adecuado para la fabricación de polímeros etilénicos y polímeros propilénicos. Los copolímeros etilénicos comprenden típicamente una α -olefina en una cantidad variable que puede alcanzar 12% en peso, preferiblemente de 0,5 a 6% en peso, por ejemplo aproximadamente 1% en peso.

- 50 Los monómeros α -monoolefínicos generalmente empleados en tales reacciones son una o más 1-olefinas que tienen hasta 8 átomos de carbono por molécula y sin ramificación más cerca del doble enlace de la posición 4. Ejemplos típicos incluyen etileno, propileno, buteno-1, penteno-1, hexeno-1 y octeno-1, y mezclas tales como etileno y buteno-1 o etileno y hexeno-1. El buteno-1, el penteno-1 y el hexeno-1 son comonómeros particularmente preferidos para la copolimerización de etileno.

- Diluyentes típicos empleados en tales reacciones incluyen hidrocarburos que tienen de 2 a 12, preferiblemente de 3 a 8, átomos de carbono por molécula, por ejemplo alcanos lineales tales como propano, n-butano, n-hexano y n-heptano, o alcanos ramificados tales como isobutano, isopentano, tolueno, isooctano y 2,2-dimetilpropano, o cicloalcanos tales como ciclopentano y ciclohexano o sus mezclas. En el caso de la polimerización de etileno, el diluyente es generalmente inerte con respecto al catalizador, el cocatalizador y el polímero producido (tales como hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos líquidos), a una temperatura tal que al menos 50% en peso (preferiblemente al menos 70% en peso o incluso al menos 90% en peso) del polímero sea insoluble en el mismo. El isobutano se prefiere particularmente como el diluyente para la polimerización de etileno. En el caso de la polimerización de propileno, es posible utilizar el propio monómero de propileno como un diluyente.
- 10 Las condiciones de funcionamiento también pueden ser tales que los monómeros (p. ej. etileno, propileno) actúen como el diluyente, como es el caso en los llamados procedimientos de polimerización en masa. Se ha encontrado que los límites de concentración de la suspensión en porcentaje en volumen se pueden aplicar independientemente del peso molecular del diluyente y de si el diluyente es inerte o reactivo, líquido o supercrítico. El monómero de propileno se prefiere particularmente como el diluyente para la polimerización de propileno.
- 15 Se conocen en la técnica métodos de regulación del peso molecular. Cuando se utilizan catalizadores de tipo metal de transición tardío Ziegler-Natta, de metaloceno y tridentados, se utiliza preferiblemente hidrógeno, una presión de hidrógeno superior dando como resultado un peso molecular medio inferior. Cuando se utilizan catalizadores tipo cromo, la temperatura de polimerización se utiliza preferiblemente para regular el peso molecular.
- 20 En plantas comerciales, el polímero en partículas se separa del diluyente de un modo tal que el diluyente no se exponga a contaminación a fin de permitir el reciclaje del diluyente a la zona de polimerización con purificación mínima, si es que la hay. La separación del polímero en partículas producido por el procedimiento de la presente invención del diluyente puede ser típicamente cualquier método conocido en la técnica, por ejemplo puede implicar bien (i) la utilización de ramales de sedimentación verticales discontinuos de modo que el flujo de suspensión a través de su abertura proporcione una zona en la que las partículas de polímero puedan sedimentar hasta algún punto en el diluyente o bien (ii) la retirada continua de producto a través de una sola o múltiples compuertas de retirada, cuya localización puede estar en cualquier parte del reactor cíclico pero preferiblemente es adyacente al extremo aguas abajo de una sección horizontal del ciclo. Cualesquiera compuertas de retirada continua tendrán típicamente un diámetro interno en el intervalo de 2-25, preferiblemente 4-15, especialmente 5-10 cm. Esta invención permite que reactores de polimerización a gran escala se hagan funcionar con requisitos de recuperación de diluyente bajos. El funcionamiento de reactores con altas concentraciones de sólidos en la suspensión minimiza la cantidad del diluyente principal retirada del ciclo de polimerización. La utilización de dispositivos concentradores sobre la suspensión de polímero retirada, preferiblemente hidrociclones (simples o en el caso de hidrociclones múltiples en paralelo o en serie), mejora adicionalmente la recuperación de diluyente de un modo energéticamente eficaz ya que se evita una reducción de presión y una vaporización de diluyente recuperado significativas.
- 25 30 35 La suspensión de polímero retirada, y preferiblemente concentrada, se despresuriza, y opcionalmente se calienta, antes de la introducción en un recipiente de vaporización primario. Preferiblemente, la corriente se calienta después de la despresurización.
- 40 El diluyente y cualesquiera vapores de monómero recuperados en el recipiente de vaporización primario típicamente se condensan, preferiblemente sin recompresión, y se reutilizan en el procedimiento de polimerización. La presión del recipiente de vaporización primario preferiblemente se controla para permitir la condensación con un medio de refrigeración fácilmente disponible (p. ej. agua de refrigeración) esencialmente de todo el vapor de vaporización antes de cualquier recompresión, típicamente tal presión en dicho recipiente de vaporización primario será 4-25, por ejemplo 6-15, preferiblemente 6-12 bar. Los sólidos recuperados del recipiente de vaporización primario se hacen pasar preferiblemente a un recipiente de vaporización secundario para retirar materias volátiles residuales.
- 45 Alternativamente, la suspensión se puede hacer pasar a un recipiente de vaporización de presión inferior que el susodicho recipiente primario de modo que sea necesaria la recompresión para condensar el diluyente recuperado. Se prefiere la utilización de un recipiente de vaporización de alta presión.
- 50 El procedimiento según la invención se puede utilizar para producir resinas que exhiban una densidad específica en el intervalo de 0,890 a 0,930 kg/m³ (baja densidad), de 0,930 a 0,940 kg/m³ (densidad media) o de 0,940 a 0,970 kg/m³ (alta densidad).
- 55 El procedimiento según la invención es pertinente para todos los sistemas catalíticos de polimerización de olefinas, particularmente los elegidos de los catalizadores tipo Ziegler, en particular los derivados de titanio, circonio o vanadio y de sílice térmicamente activada o catalizadores de óxido de cromo inorgánicos soportados y de catalizadores de tipo metaloceno, siendo el metaloceno un derivado de ciclopentadienilo de un metal de transición, en particular de titanio o circonio.

Ejemplos no limitativos de catalizadores tipo Ziegler son los compuestos que comprenden un metal de transición

elegido de los grupos IIIB, IVB, VB o VIB de la tabla periódica, magnesio y un halógeno obtenido mezclando un compuesto de magnesio con un compuesto del metal de transición y un compuesto halogenado. Opcionalmente, el halógeno puede formar una parte integral del compuesto de magnesio o del compuesto de metal de transición.

5 Los catalizadores de tipo metalloceno pueden ser metallocenos activados bien por un aluminóxano o bien por un agente ionizante según se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente EP-500.944-A1 (Mitsui Toatsu Chemicals).

Los catalizadores de tipo Ziegler son los más preferidos. Entre estos, ejemplos particulares incluyen al menos un metal de transición elegido de los grupos IIIB, IVB, VB y VIB, magnesio y al menos un halógeno. Se obtienen buenos resultados con los que comprenden:

10 de 10 a 30% en peso de metal de transición, preferiblemente de 15 a 20% en peso,

de 20 a 60% en peso de halógeno, prefiriéndose los valores de 30 a 50% en peso,

de 0,5 a 20% en peso de magnesio, habitualmente de 1 a 10% en peso,

de 0,1 a 10% en peso de aluminio, generalmente de 0,5 a 5% en peso,

15 el resto consiste generalmente en elementos que surgen de los productos utilizados para su fabricación, tales como carbono, hidrógeno y oxígeno. El metal de transición y el halógeno son preferiblemente titanio y cloro.

20 Las polimerizaciones, particularmente las catalizadas por Ziegler, se llevan a cabo típicamente en presencia de un cocatalizador. Es posible utilizar cualquier cocatalizador conocido en la técnica, especialmente compuestos que comprenden al menos un enlace químico aluminio-carbono, tales como compuestos de organoaluminio opcionalmente halogenados, que pueden comprender oxígeno o un elemento del grupo I de la tabla periódica, y aluminóxanos. Ejemplos particulares serían compuestos de organoaluminio, de trialkilaluminios tales como trietilaluminio, triisobutilaluminio, triisopropenilaluminio, mono- y dialcóxidos de aluminio tales como etóxido de dietilaluminio, alquilaluminios mono- y dihalogenados tales como cloruro de dietilaluminio, mono- y dihidruros de alquilaluminio tales como hidruro de dibutilaluminio y compuestos de organoaluminio que comprenden litio tales como $\text{LiAl}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$. Los compuestos de organoaluminio, especialmente los que no están halogenados, son muy adecuados. El trietilaluminio y el triisobutilaluminio son especialmente ventajosos.

30 Se prefiere que el catalizador basado en cromo comprenda un catalizador de óxido de cromo soportado sobre un soporte, conteniendo habitualmente el soporte titania - tal como por ejemplo un soporte de sílice y titania compuesto. Un catalizador basado en cromo particularmente preferido puede comprender de 0,5 a 5% en peso de cromo, preferiblemente alrededor de 1% en peso de cromo, tal como 0,9% en peso de cromo basado en el peso del catalizador que contiene cromo. El soporte comprende al menos 2% en peso de titanio, preferiblemente alrededor de 2 a 3% en peso de titanio, más preferiblemente alrededor de 2,3% en peso de titanio basado en el peso del catalizador que contiene cromo. El catalizador basado en cromo puede tener una superficie específica de 200 a 700 m^2/g , preferiblemente de 400 a 550 m^2/g y una porosidad volumétrica de más de 2 cm^3/g , preferiblemente de 2 a 3 cm^3/g .

35 Los catalizadores de cromo soportados en sílice se someten típicamente a una etapa de activación inicial en aire a una temperatura de activación elevada. La temperatura de activación varía preferiblemente de 500 a 850°C, más preferiblemente de 600 a 850°C.

40 El ciclo del reactor se puede utilizar para elaborar polímeros monomodales o multimodales, por ejemplo bimodales. Los polímeros multimodales se pueden elaborar en un solo reactor o en múltiples reactores. El sistema reactor puede comprender uno o más reactores cíclicos conectados en serie o en paralelo. El ciclo del reactor también puede estar precedido o seguido por un reactor de polimerización que no es un reactor cíclico.

La invención se ilustrará ahora mediante referencia a los siguientes ejemplos con referencia a los dibujos adjuntos, en los que

la Figura 1 muestra un reactor cíclico típico,

45 la Figura 2 muestra el reactor de la Figura 1 en forma esquemática,

la Figura 3 muestra en forma esquemática una geometría específica del tipo de reactor de la Figura 1 y

la Figura 4 muestra en forma esquemática una geometría alternativa para el tipo de reactor de la Figura 1.

La Figura 1 muestra un reactor cíclico típico de un diseño simple. Comprende cuatro ramales verticales conectados por cuatro secciones horizontales, con ocho codos. Hay una sola bomba, lo que significa que la distancia de sedimentación acumulativa se calcula para un circuito completo del reactor. En los ramales verticales el movimiento neto hacia la pared del reactor es cero. Por lo tanto, a fin de calcular la distancia de sedimentación acumulativa (CSD), es necesario considerar doce secciones - que comprenden los ocho codos y las cuatro porciones horizontales.

La Figura 2 muestra el reactor de la Figura 1 esquemáticamente, con un par de direcciones perpendiculares X e Y hacia la pared del reactor marcadas, y ejes longitudinales correspondientes a cada una de esas direcciones indicadas por toda la longitud del reactor. La distancia de sedimentación acumulativa (CSD) se determina a lo largo de estos dos ejes longitudinales. La CSD para el eje longitudinal correspondiente en la cara opuesta del tubo será por supuesto la misma pero en la dirección opuesta.

Así, para ambos ejes longitudinales, la distancia de sedimentación se tiene que determinar en cada una de las doce secciones mencionadas anteriormente, siendo la CSD la suma de esos valores. La dirección de sedimentación en cada sección se puede observar a partir del examen del diagrama, según se describe posteriormente.

Considerando los ejes longitudinales correspondientes a las direcciones X e Y, partiendo de la bomba 4, la suspensión se mueve en la dirección del codo A. En el pasaje horizontal inicial, las fuerzas gravitatorias hacen que las partículas de la suspensión se sedimenten en la dirección X, que en esta parte del reactor está apuntando hacia abajo. El movimiento relativo a la dirección Y es cero. En el codo A, las fuerzas centrífugas impulsan de nuevo la suspensión en la dirección de X, que en este punto está en el exterior de la curva. De nuevo el movimiento relativo a la dirección Y es cero. En la sección B vertical, como en todas las secciones verticales, el movimiento relativo en todas las direcciones hacia la pared del reactor es cero. En el codo C, las fuerzas centrífugas impulsan la suspensión lejos de la dirección de Y - que está en el interior de esta curva - mientras que la dirección X está sobre la cara de la curva, de modo que el movimiento relativo en esta dirección es cero. En la sección D horizontal, la dirección X sigue sobre la cara mientras que Y está sobre la cara inferior del tubo, de modo que el movimiento de sedimentación gravitatorio es hacia Y.

El análisis anterior se puede continuar por todo el circuito del reactor. Se puede observar que en algunas secciones el movimiento es hacia X o Y, mientras que en otras secciones bien es neutro o está alejado. La cantidad de movimiento (distancia de sedimentación) en cada sección en cualquier dirección se calcula según las fórmulas descritas previamente, y el movimiento neto (distancia de sedimentación acumulativa) en cada punto por todo el circuito se determina añadiendo los resultados para cada sección.

EJEMPLO 1 (comparativo)

Este Ejemplo proporciona un cálculo de la distancia de sedimentación acumulativa para una polimerización de etileno llevada a cabo en isobutano en un reactor cíclico con ocho ramales verticales, y que tiene la configuración mostrada esquemáticamente en la Figura 3. El reactor tiene una sola bomba, y por lo tanto la distancia de sedimentación acumulativa se calcula a lo largo de un circuito completo del reactor, partiendo de la bomba.

Las condiciones del procedimiento para la polimerización se muestran en la Tabla 1. El polímero es polietileno, y el diluyente es isobutano. En este caso la concentración de sólidos es 35% en volumen.

TABLA 1

	Unidades	
Diámetro del reactor	m	0,7
Número de ramales verticales		8
Longitud de las secciones horizontales	m	7
Número de secciones horizontales		8
Número de codos		16
Radio de curvatura de los codos	m	2,1

(continuación)

	Unidades	
Velocidad de circulación del reactor	m/s	9
Concentración de sólidos en volumen	%	35
Densidad del fluido	kg/m ³	430
Densidad en masa de las partículas compactadas	kg/m ³	475
Densidad aparente de las partículas	kg/m ³	800
Concentración en volumen geométrica máxima	%	59,38
Relación de concentraciones de sólidos en volumen		0,59
Aceleración gravitatoria	m/s ²	9,81
Aceleración centrífuga		38,57
Diámetro de partícula (medio)	micras	500

- 5 En primer lugar es necesario seleccionar dos direcciones radiales perpendiculares a lo largo de las cuales se ha de calcular la distancia de sedimentación acumulativa. La invención requiere que la distancia de sedimentación acumulativa (CSD) en cualquier dirección esté por debajo de un límite particular, y por lo tanto las dos direcciones se eligen a fin de asegurar que se determine la CSD máxima posible. Por esta razón una de las direcciones debe ser verticalmente ascendente o descendente cuando el eje del reactor sea horizontal, y la otra dirección horizontal. Las dos direcciones se muestran como X e Y en la Figura 3.
- 10 La Tabla 2 muestra las bases para el cálculo de la distancia de sedimentación acumulativa para este reactor. Muestra datos para una sección horizontal de 7,0 m de longitud, y también para un codo cuya longitud curvada es 3,3 m.
- 15 La velocidad de sedimentación horizontal V_{hs} se calcula según la fórmula $V_{cs} = 1,74 * (d * (Rho_p - Rho_f) / Rho_f * g)^{0,5}$ donde $d = 500 \mu m$, $Rho_p = 800 \text{ kg/m}^3$ y $Rho_f = 430 \text{ kg/m}^3$. A continuación, esto se corrige con respecto a los efectos de la concentración multiplicándolo por $(1 - C_{vol})^{2,33}$ donde C_{vol} es la concentración volumétrica de la suspensión expresada como una fracción, en este caso 0,3.
- La velocidad de sedimentación centrífuga V_{cs} se calcula según la fórmula $V_{cs} = 1,74 * (d * (Rho_p - Rho_f) / Rho_f * V^2 / R_{codo})^{0,5}$, donde V es la velocidad de circulación del reactor y R_{codo} es el radio de curvatura del codo. En el codo, se ignora la sedimentación horizontal debida a fuerzas gravitatorias.
- 20 Una vez que se calculan las velocidades de sedimentación, es fácil calcular la distancia de sedimentación en cada sección determinando el tiempo transcurrido en cada sección (longitud de la sección dividida por la velocidad de circulación del reactor). A continuación, esto se expresa como una fracción del diámetro. En las secciones horizontales y acodadas posteriores, esta fracción es 0,045 y 0,043 (4,5 y 4,3%), respectivamente.

TABLA 2

Velocidad de sedimentación horizontal V_{hs}	m/s	0,113
V_{hs} corregida con respecto a efectos de la concentración	m/s	0,041
Longitud de sedimentación horizontal	m	7

(continuación)

Tiempo de sedimentación en la sección horizontal	s	0,778
Distancia de sedimentación en la sección horizontal	m	0,032
Relación de la distancia de sedimentación (rel. al diámetro)		0,045
Velocidad de sedimentación centrífuga V_{cs}	m/s	0,224
V_{cs} corregida con respecto a efectos de la concentración	m/s	0,082
Longitud centrífuga de la sección acodada	m	3,299
Tiempo de sedimentación en la sección acodada	s	0,367
Distancia de sedimentación en la sección acodada	m	0,030
Relación de la distancia de sedimentación (rel. al diámetro)		0,043

- 5 El cálculo anterior se repite para todas las secciones horizontales y todos los codos (obviamente si las longitudes son iguales, el cálculo será igual). La distancia de sedimentación calculada para cada sección se aplica a continuación a las direcciones X e Y - bien como un número positivo (hacia la pared), bien como un número negativo (lejos de la pared) o bien cero (sin movimiento neto). Finalmente, los valores para cada sección se suman para dar la distancia de sedimentación acumulativa.
- 10 La Tabla 3 posterior muestra la distancia de sedimentación acumulativa en las direcciones tanto X como Y a lo largo de un circuito completo del reactor partiendo de la bomba. Los números se refieren a cada codo sucesivo según se muestra en la Figura 3: V es una sección vertical entre codos y H es una sección horizontal entre codos. En la dirección de sedimentación para cada eje, a + indica movimiento hacia la pared, a - indica movimiento que se aleja de la pared y 0 indica sin movimiento neto. Según se muestra en la Tabla 2, la distancia de sedimentación en una sección horizontal es 0,043 m y en un codo es 0,040 m.
- 15

TABLA 3

Sección	Eje X	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - X	Eje Y	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y
1	+	+0,030	0,030	0	0	0,000
V	0	0	0,030	0	0	0,000
2	0	0	0,030	+	+0,030	0,030
H	0	0	0,030	-	-0,032	-0,002
3	0	0	0,030	+	+0,030	0,028
V	0	0	0,030	0	0	0,028
4	+	+0,030	0,060	0	0	0,028
H	+	+0,032	0,092	0	0	0,028

ES 2 436 465 T3

(continuación)

Sección	Eje X	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y	Eje Y	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y
5	+	+0,030	0,122	0	0	0,028
V	0	0	0,122	0	0	0,028
6	-	-0,030	0,092	0	0	0,028
H	1	+0,032	0,124	0	0	0,028
7	-	-0,030	0,104	0	0	0,028
V	0	0	0,104	0	0	0,028
8	+	+0,030	0,134	0	0	0,028
H	+	+0,032	0,166	0	0	0,028
9	+	+0,030	0,196	0	0	0,028
V	0	0	0,196	0	0	0,028
10	0	0	0,196	+	+0,030	0,058
H	0	0	0,196	-	-0,032	0,026
11	0	0	0,196	+	+0,030	0,056
V	0	0	0,196	0	0	0,056
12	+	+0,030	0,226	0	0	0,056
H	+	+0,032	0,258	0	0	0,056
13	+	+0,030	0,288	0	0	0,056
V	0	0	0,288	0	0	0,056
14	-	-0,030	0,258	0	0	0,056
H	+	+0,032	0,290	0	0	0,056
15	-	-0,030	0,260	0	0	0,056
V	0	0	0,260	0	0	0,056
16	+	+0,030	0,290	0	0	0,056
H	+	+0,032	0,322	0	0	0,056
	CSD máxima		0,322	CSD máxima		0,058
	CSD máx. como fracción		0,46	CSD máx. como fracción		0,08

La tabla anterior muestra que en la dirección vertical X la distancia de sedimentación acumulativa en general se incrementa durante el circuito del reactor, con solo un pequeño número de disminuciones en ciertos codos. La CSD máxima se produce al final del circuito. En contraste, en la dirección horizontal Y, los efectos de la sedimentación son en general neutros, con incrementos en solo cuatro codos y disminuciones en dos secciones horizontales. La CSD se presenta realmente a medio camino del reactor, y es ligeramente inferior al final del circuito.

El primer aspecto de la invención solo es aplicable cuando la SVCR es mayor de $(9 * 0,065) = 0,58$. En este caso, es 0,59. En ambos aspectos, la invención requiere que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, CSD, se mantenga por debajo del menor de 0,37 o $((0,084 * 2,38) + (0,69 - SVCR)) * 1,666$. En el segundo aspecto de la invención esta relación debe estar en cualquier caso por debajo de 0,37. En el caso anterior la SVCR es 0,59, lo que da un valor de $(0,200 + (0,69 - 0,59) * 1,666) = 0,366$. En el caso anterior, se puede observar que la CSD máxima expresada como una fracción del diámetro es 0,46, y por lo tanto esta disposición no satisface los requisitos de la invención.

EJEMPLO 2

Este Ejemplo muestra el funcionamiento del mismo procedimiento en un reactor cíclico similar que tiene el mismo volumen global, mostrado en la Figura 4. Todavía hay ocho ramales verticales, con secciones horizontales de 7 m entre ellos y 16 codos, pero como se puede observar a partir de la Figura 4 este reactor tiene una geometría ligeramente diferente (realmente es el reactor de la Figura 3 boca abajo).

Todos los cálculos mostrados en las Tablas 1 y 2 para el Ejemplo 1 son idénticos para este reactor. Sin embargo, debido a la diferente geometría, el aumento de la distancia de sedimentación acumulativa es diferente, y se muestra en la Tabla 4 posteriormente.

TABLA 4

Sección	Eje X	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - X	Eje Y	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y
1	+	+0,030	0,030	0	0	0,000
V	0	0	0,030	0	0	0,000
2	0	0	0,030	-	-0,030	-0,030
H	0	0	0,030	+	+0,032	0,002
3	0	0	0,030	-	-0,030	-0,028
V	0	0	0,030	0	0	-0,028
4	0	0	0,030	+	+0,030	0,002
H	0	0	0,030	+	+0,032	0,034
5	0	0	0,030	+	+0,030	0,064
V	0	0	0,030	0	0	0,064
6	0	0	0,030	-	-0,030	0,034
H	0	0	0,030	+	+0,032	0,066
7	0	0	0,030	-	-0,030	0,036
V	0	0	0,030	0	0	0,036

(continuación)

Sección	Eje X	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y	Eje Y	Distancia de sedimentación (m)	Distancia de sedimentación acumulativa (m) - Y
8	+	+0,030	0,060	0	0	0,036
H	+	+0,032	0,092	0	0	0,036
9	+	+0,030	0,122	0	0	0,036
V	0	0	0,122	0	0	0,036
10	0	0	0,122	-	-0,030	0,006
H	0	0	0,122	+	+0,032	0,038
11	0	0	0,122	-	-0,030	0,008
V	0	0	0,122	0	0	0,008
12	0	0	0,122	+	+0,030	0,038
H	0	0	0,122	+	+0,032	0,070
13	0	0	0,122	+	+0,030	0,100
V	0	0	0,122	0	0	0,100
14	0	0	0,122	-	-0,030	0,070
H	0	0	0,122	+	+0,032	0,102
15	0	0	0,122	-	-0,030	0,072
V	0	0	0,122	0	0	0,072
16	+	+0,030	0,152	0	0	0,072
H	+	+0,032	0,184	0	0	0,072
	CSD máxima		0,184	CSD máxima		0,102
	CSD máx. como fracción		0,26	CSD máx. como fracción		0,15

- 5 Aquí, se puede observar que a 0,184 m en la dirección X, la CSD máxima es significativamente menor que en el Ejemplo 1, a pesar de que el reactor es del mismo tamaño con el mismo número de ramales verticales, y esencialmente del mismo diseño. Así, se puede observar cómo la atención cuidadosa al diseño de la geometría del reactor puede suponer una diferencia significativa en el grado de sedimentación que se produce. Según se menciona en relación con el Ejemplo 1, a fin de satisfacer el segundo aspecto de la invención, la CSD máxima expresada como una fracción se debe mantener por debajo del menor de 0,37 y 0,46. Así, se puede observar que
- 10 este Ejemplo está dentro del segundo aspecto de la invención, aunque no sea aplicable al primer aspecto.

Los siguientes Ejemplos se basan en reactores de un diseño similar a los de las Figuras 3 y 4, pero con diferentes números de ramales verticales, y con procedimientos que tienen diferentes velocidades de circulación. En estos Ejemplos solo se muestra la distancia de sedimentación acumulativa máxima, pero se muestran adicionalmente datos relativos al perfil de concentración de la suspensión como resultado de la sedimentación.

EJEMPLO 3 (comparativo)

Este Ejemplo se basa en un reactor que tienen seis ramales verticales unidos por seis secciones horizontales. El reactor tiene una sola bomba en una sección horizontal. La velocidad de circulación de la suspensión es 6 m/s.

TABLA 5

	Unidades	
Diámetro del reactor	m	0,61
Número de ramales verticales		6
Longitud de las secciones horizontales	m	7
Número de secciones horizontales		6
Número de codos		12
Radio de curvatura de los codos	m	2,4
Velocidad de circulación del reactor V	m/s	6
Concentración de sólidos en volumen	%	30
Densidad del fluido	kg/m ³	430
Densidad en masa de las partículas compactadas	kg/m ³	475
Densidad aparente de las partículas	kg/m ³	800
Concentración en volumen geométrica máxima	%	59,38
Relación de concentraciones de sólidos en volumen		0,50
Aceleración gravitatoria	m/s ²	9,81
Aceleración centrífuga		14,75
Diámetro de partícula (medio)	micras	500

5

La aplicación de los principios esbozados previamente muestra que la distancia de sedimentación acumulativa máxima (en la dirección Y en la Fig 1) comprende la contribución de dos ramales horizontales y cuatro codos. En la tabla posterior, se totaliza la longitud de las dos secciones horizontales y las cuatro secciones acodadas para todo el reactor, y así las distancias de sedimentación son acumulativas. Esto supone que la distancia de sedimentación acumulativa máxima se produce al final del circuito, justo antes de la bomba.

10

TABLA 6

Velocidad de sedimentación horizontal V_{hs}	m/s	0,113
V_{hs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,049
Longitud de sedimentación horizontal acumulativa	m	14
Tiempo de sedimentación total en las secciones horizontales	s	2,333
Distancia de sedimentación total en las secciones horizontales	m	0,115
Relación de la distancia de sedimentación horizontal acumulativa		0,19
Velocidad de sedimentación centrífuga V_{cs}	m/s	0,139
V_{cs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,060
Longitud centrífuga acumulativa de las secciones acodadas	m	15,33
Tiempo de sedimentación total en las secciones acodadas	s	2,555
Distancia de sedimentación total en las secciones acodadas	m	0,154
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa		0,25
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa global CSD		0,44
$0,084*(V - 6,62) + (0,69 - SVCR)* 1,666$		0,26

Se puede observar a partir de la Tabla 6 que la relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa global CSD es 0,44, que está fuera del requisito de la presente invención que debe estar por debajo de 0,26.

5 EJEMPLO 4 (según la invención)

Este Ejemplo es el mismo que el Ejemplo 3, excepto que el diluyente es 1-hexano (densidad 600 kg/m^3) en lugar de isobutano (densidad 430 kg/m^3), y la distancia entre los ramales verticales es 7,6 m en vez de 7 m. El diámetro de partícula medio cuando el hexano es el diluyente es aproximadamente 250 micras en vez de 500 micras.

TABLA 7

	Unidades	
Diámetro del reactor	m	0,61
Número de ramales verticales		6
Longitud de las secciones horizontales	m	7
Número de secciones horizontales		6
Número de codos		12

(continuación)

	Unidades	
Radio de curvatura de los codos	m	2,4
Velocidad de circulación del reactor V	m/s	6
Concentración de sólidos en volumen	%	30
Densidad del fluido	kg/m ³	600
Densidad en masa de las partículas compactadas	kg/m ³	475
Densidad aparente de las partículas	kg/m ³	800
Concentración en volumen geométrica máxima	%	59,38
Relación de concentraciones de sólidos en volumen		0,50
Aceleración gravitatoria	m/s ²	9,81
Aceleración centrífuga		14,75
Diámetro de partícula (medio)	micras	250

5

La aplicación de los principios esbozados previamente muestra que distancia de sedimentación acumulativa máxima (en la dirección Y en la Fig 1) comprende la contribución de dos ramales horizontales y cuatro codos. En la tabla posterior, la longitud de las dos secciones horizontales y las cuatro secciones acodadas se totaliza para el reactor completo, y así las distancias de sedimentación son acumulativas. Esto supone que la distancia de sedimentación acumulativa máxima se produce al final del circuito, justo antes de la bomba.

TABLA 8

Velocidad de sedimentación horizontal V_{hs}	m/s	0,050
V_{hs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,022
Longitud de sedimentación horizontal acumulativa	m	15,2
Tiempo de sedimentación total en las secciones horizontales	s	2,533
Distancia de sedimentación total en las secciones horizontales	m	0,055
Relación de la distancia de sedimentación horizontal acumulativa		0,09
Velocidad de sedimentación centrífuga V_{cs}	m/s	0,061
V_{cs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,027

(continuación)

Longitud centrífuga acumulativa de las secciones acodadas	m	15,33
Tiempo de sedimentación total en las secciones acodadas	s	2,555
Distancia de sedimentación total en las secciones acodadas	m	0,068
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa		0,11
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa global CSD		0,20
$0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666$		0,26

- 5 Se puede observar que en este Ejemplo, a pesar de la longitud ligeramente mayor de las secciones horizontales, que tiene el efecto de incrementar la relación de la distancia de sedimentación acumulativa CSD, la densidad superior del diluyente da como resultado una CSD global de 0,20, o menos de la mitad que en el Ejemplo 4, y por debajo del nivel de 0,26 que se requiere para la invención. Esto muestra el beneficio de un diluyente más pesado.

EJEMPLO 5 (según la invención)

- 10 Este Ejemplo se basa en un reactor que tiene cuatro ramales verticales unidos por cuatro secciones horizontales según se muestra en la Figura 1, y en el que los codos tienen un radio de curvatura relativamente pequeño. El reactor tiene una sola bomba en una sección horizontal. La velocidad de circulación de la suspensión es 8,7 m/s.

TABLA 9

	Unidades	
Diámetro del reactor	m	0,61
Número de ramales verticales		4
Longitud de las secciones horizontales	m	7,6
Número de secciones horizontales		4
Número de codos		8
Radio de curvatura de los codos	m	1,4
Velocidad de circulación del reactor V	m/s	8,7
Concentración de sólidos en volumen	%	33
Densidad del fluido	kg/m ³	430
Densidad en masa de las partículas compactadas	kg/m ³	475

(continuación)

	Unidades	
Densidad aparente de las partículas	kg/m ³	800
Concentración en volumen geométrica máxima	%	59,38
Relación de concentraciones de sólidos en volumen SVCR		0,56
Aceleración gravitatoria	m/s ²	9,81
Aceleración centrífuga		62,04
Diámetro de partícula (medio)	micras	500

- 5 La aplicación de los principios esbozados previamente muestra que la distancia de sedimentación acumulativa máxima (en la dirección X en la Fig 1) comprende la contribución de dos ramales horizontales y cuatro codos. En la tabla posterior, la longitud de las dos secciones horizontales y las cuatro secciones acodadas se totaliza para el reactor completo, y así las distancias de sedimentación son acumulativas. Esto supone que la distancia de sedimentación acumulativa máxima se produce al final del circuito, justo antes de la bomba.

TABLA 10

Velocidad de sedimentación horizontal V _{hs}	m/s	0,113
V _{hs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,049
Longitud de sedimentación horizontal acumulativa	m	15,2
Tiempo de sedimentación total en las secciones horizontales	s	1,747
Distancia de sedimentación total en las secciones horizontales	m	0,086
Relación de la distancia de sedimentación horizontal acumulativa		0,14
Velocidad de sedimentación centrífuga V _{cs}	m/s	0,284
V _{cs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,124
Longitud centrífuga acumulativa de las secciones acodadas	m	7,666
Tiempo de sedimentación total en las secciones acodadas	s	0,881
Distancia de sedimentación total en las secciones acodadas	m	0,109
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa		0,18
Relación de la distancia de sedimentación acumulativa global		0,32
$0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666$		0,39

Se puede observar a partir de la Tabla 10 que la relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa global CSD es 0,32, que está dentro del requisito del segundo aspecto de la presente invención que está por debajo

del menor de 0,35 o 0,39 (para una velocidad de circulación de 8,7 m/s y una relación de concentraciones de sólidos en volumen SVCR de 0,56).

A partir de la relación de la distancia de sedimentación acumulativa, es posible calcular un perfil de concentración aproximado para la suspensión en su paso por el reactor, y obtener de ese modo una estimación del grosor de las áreas de alta concentración. La sedimentación hacia la pared provoca finalmente una acumulación de partículas sedimentadas sobre la pared, y cuanto mayor es la distancia de sedimentación acumulativa, mayor es el grosor de la capa de partículas. Según se menciona previamente, la formación de áreas de alta concentración o partículas sedimentadas cerca de la pared del reactor puede conducir a diversas desventajas tales como fluctuaciones en los requisitos de caída de presión del reactor y potencia de la bomba. Se ha establecido previamente que la circulación de la suspensión en el reactor tiende a sufrir tales problemas si la relación de la concentración volumétrica de sólidos real a la concentración geométrica máxima, SVCR, supera 0,6.

Se ha encontrado que tales elementos generalmente se convierten en un problema una vez que el grosor de la capa de partículas sedimentadas supera 0,5D, donde D es el diámetro del reactor.

Por motivos de simplicidad, se ha supuesto que la sedimentación se produce uniformemente, con todas las partículas moviéndose x% de la relación de la distancia de sedimentación acumulativa en la dirección de sedimentación cada x% de la "longitud de sedimentación" entre dos bombas, que son los dos puntos entre los que se determina la distancia de sedimentación acumulativa, independientemente de la geometría del reactor. Por supuesto, no se produce sedimentación en los ramales verticales del reactor, y por lo tanto la "longitud de sedimentación" se refiere solo a las proporciones del reactor en las que se produce la sedimentación, como en las Tablas 3 y 4. Por supuesto, es posible realizar un análisis más sofisticado teniendo en cuenta la geometría de cada sección del reactor como en la Tablas 3 y 4, pero este cálculo simplificado da una indicación de si es probable que la combinación de la distancia de sedimentación acumulativa y la concentración de sólidos provoque problemas.

En la Tabla 6 posterior, la relación en volumen de concentraciones de sólidos, SVCR, se da para posiciones cada 10% a lo largo de la "longitud de sedimentación" del reactor en diez secciones iguales a través de la sección transversal del reactor en la dirección de sedimentación neta. Se supone en este caso que la cantidad de sedimentación en cada posición a lo largo de la longitud del reactor es 10% de la distancia de sedimentación acumulativa, o 0,032D. La SVCR de partida es 0,56 uniformemente a través de toda la sección transversal del reactor.

Después de 10% de la "longitud de sedimentación" del reactor, se supone que todas las partículas se han movido 0,032D en la dirección de sedimentación, o 10% de la distancia de sedimentación acumulativa total. En este punto, por lo tanto, se puede considerar que 0,032D o 3,2% de la sección transversal del reactor más alejada de la dirección de sedimentación se ha vaciado efectivamente de partículas, mientras que en la cara opuesta del reactor la misma proporción de partículas se ha acumulado contra la pared del reactor. Si se imagina el perfil de concentración consecuente, se puede observar que el primer 10% de la sección transversal del reactor más alejado de la dirección de sedimentación no contiene partículas en el 32% más cercano a la pared del reactor, lo que significa que su SVCR ha caído un 32% desde 0,56 hasta 0,38. Entre tanto, el 10% de la sección transversal del reactor más cercano a la dirección de sedimentación ha acumulado el mismo número de partículas adicionales, lo que significa que su SVCR ha ascendido un 32% desde 0,57 hasta 0,74.

En el 10% siguiente de la "longitud de sedimentación" el proceso se repite, moviéndose las partículas otros 0,032D en la dirección de sedimentación, etc., a lo largo de la longitud del reactor. Así, se puede observar que hay una acumulación continua de partículas en la pared del reactor en la dirección de sedimentación, y en la Tabla 6 la relación de concentraciones de sólidos en volumen alcanza 1,0, es decir la máxima posible, al 30% del recorrido alrededor de la longitud del reactor. Sin embargo, según se explica anteriormente, los problemas de funcionamiento generalmente solo se producen si el grosor de la capa de partículas sedimentadas (es decir SVCR = 1,0) supera 0,5D. En el Ejemplo posterior, nunca supera 0,4D, y por lo tanto no se esperaría que esta combinación de geometría del reactor y concentración de sólidos causara problemas. Esto muestra el beneficio de la invención.

TABLA 11- relación de concentraciones de sólidos en volumen SVCR

Secciones X											
	Distancia a lo largo de la longitud del reactor en la dirección del flujo (%)										
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
0-10	0,56	0,38	0,20	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
11-20	0,56	0,56	0,56	0,56	0,40	0,22	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00
21-30	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,43	0,25	0,07	0,00
31-40	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,45
41-50	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
51-60	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,58
61-70	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,67	0,85	1,00
71-80	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,57	0,75	0,93	1,00	1,00	1,00
81-90	0,56	0,56	0,56	0,66	0,83	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
91-100	0,57	0,74	0,92	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

EJEMPLO 6 (comparativo)

Este Ejemplo es para un reactor que tiene 8 ramales en la configuración mostrada en la Figura 3.

5

TABLA 12

	Unidades	
Diámetro del reactor	m	0,7
Número de ramales verticales		8
Longitud de las secciones horizontales	m	7,5
Número de secciones horizontales		8
Número de codos		16
Radio de curvatura de los codos	m	2,4
Velocidad de circulación del reactor V	m/s	9
Concentración de sólidos en volumen	%	30

(continuación)

	Unidades	
Densidad del fluido	kg/m ³	430
Densidad en masa de las partículas compactadas	kg/m ³	475
Densidad aparente de las partículas	kg/m ³	900
Concentración en volumen geométrica máxima	%	52,78
Relación de concentraciones de sólidos en volumen		0,57
Aceleración gravitatoria	m/s ²	9,81
Aceleración centrífuga		28,93
Diámetro de partícula (medio)	micras	500

5 La aplicación de los principios esbozados previamente muestra que la distancia de sedimentación acumulativa máxima (en la dirección X en la Fig 3) comprende la contribución de seis ramales horizontales y cuatro codos, como era el caso con la geometría idéntica del Ejemplo 1. Se debe apuntar que en este Ejemplo la longitud de las secciones horizontales y los codos es ligeramente mayor que en el Ejemplo 1, y la densidad aparente de las partículas es mayor.

TABLA 13

Velocidad de sedimentación horizontal V_{hs}	m/s	0,127
V_{hs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,055
Longitud de sedimentación horizontal acumulativa	m	45
Tiempo de sedimentación total en las secciones horizontales	s	5,000
Distancia de sedimentación total en las secciones horizontales	m	0,277
Relación de la distancia de sedimentación horizontal acumulativa		0,40
Velocidad de sedimentación centrífuga V_{cs}	m/s	0,219
V_{cs} corregida con respecto a los efectos de la concentración	m/s	0,095
Longitud centrífuga acumulativa de las secciones acodadas	m	17,59
Tiempo de sedimentación total en las secciones acodadas	s	1,955
Distancia de sedimentación total en las secciones acodadas	m	0,186
Relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa		0,27

(continuación)

Relación de la distancia de sedimentación acumulativa global		0,67
$0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666$		0,40

5 Se puede observar a partir de la Tabla 5 que la relación de la distancia de sedimentación centrífuga acumulativa global CSD es 0,67, que está fuera del requisito de la presente invención de que debe estar por debajo del menor de 0,37 o 0,40 (para una velocidad de circulación de 9 m/s y una relación de concentraciones de sólidos en volumen SVCR de 0,57).

10 El efecto de esta alta CSD se puede observar calculando un perfil de concentración aproximado para la suspensión en su paso por el reactor como en el Ejemplo 3 anterior. En este caso el movimiento medio de las partículas en la dirección de sedimentación es 0,067D cada 10% de la "longitud de sedimentación" del reactor, lo que significa que en el momento en el que el flujo ha alcanzado 60% del recorrido por el reactor, las partículas se compactan hasta su concentración posible máxima en una cara del reactor y no es posible un movimiento adicional. Con más de 60% del diámetro del reactor compactado hasta más de 70% de la máxima concentración de sólidos en volumen posible para 40% de la longitud del reactor, se esperarían problemas significativos.

15 **TABLA 14 - relación de concentraciones de sólidos en volumen**

Secciones X	Distancia a lo largo de la longitud del reactor en la dirección del flujo (%)										
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
0-10	0,57	0,19	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
11-20	0,57	0,57	0,38	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
21-30	0,57	0,57	0,57	0,57	0,19	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
31-40	0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,38	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
41-50	0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,70	0,70	0,70	0,70	0,70
51-60	0,57	0,57	0,57	0,57	0,57	0,75	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
61-70	0,57	0,57	0,57	0,57	0,80	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
71-80	0,57	0,57	0,57	0,85	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
81-90	0,57	0,57	0,90	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
91-100	0,57	0,95	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para polimerizar, en un reactor cíclico, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión que comprende polímero olefínico sólido en partículas y dicho diluyente, en el que la relación entre la concentración volumétrica de sólidos real de la suspensión y la concentración de sólidos en volumen geométrico máxima posible de la suspensión según se mide mediante la densidad en masa de un lecho de partículas sedimentado no compactado, SVCR, es $V \geq 0,065$ o más, y la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo de $[0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$, donde V es la velocidad de circulación de la suspensión en m/s y la "distancia de sedimentación acumulativa" se define como la distancia acumulativa, expresada como una fracción del diámetro, recorrida por una partícula en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo desde la bomba aguas arriba previa.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que V es menor de 9,5 m/s.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo de 0,37.
4. Procedimiento para polimerizar, en un reactor cíclico, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión que comprende polímero olefínico sólido en partículas y dicho diluyente, en el que la velocidad de circulación de la suspensión en m/s, V, es menor de 9,5 m/s, y la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo del menor de 0,37 o $[0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$, donde SVCR es la relación entre la concentración volumétrica de sólidos real de la suspensión y la concentración de sólidos en volumen geométrico máxima posible de la suspensión según se mide mediante la densidad en masa de un lecho de partículas sedimentado no compactado, y la "distancia de sedimentación acumulativa" se define como la distancia acumulativa, expresada como una fracción del diámetro, recorrida por una partícula en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo desde la bomba aguas arriba previa.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el que la SVCR es al menos $V \geq 0,065$.
6. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo de $0,9 \cdot [0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$.
7. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que la relación de la distancia de sedimentación acumulativa de una partícula de tamaño medio en cualquier punto del reactor en cualquier dirección perpendicular a la dirección del flujo, al diámetro del reactor cíclico, se mantiene por debajo de $0,8 \cdot [0,084 \cdot (V - 6,62) + (0,69 - SVCR) \cdot 1,666]$.
8. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que V es menor de 9 m/s.
9. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que el reactor cíclico tiene ocho ramales verticales, y las secciones horizontales que unen las partes superiores de los ramales tienen todas la misma orientación horizontal.
10. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que no más de cuatro secciones horizontales que unen las partes inferiores de los ramales verticales del reactor cíclico tienen la misma orientación horizontal.
11. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que la relación de longitud a diámetro (L/D) de las secciones horizontales en el reactor cíclico no es mayor de 12.
12. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que la relación del radio al diámetro de los codos en el reactor no es mayor de 4.
13. Procedimiento según cualquier reivindicación precedente, en el que la temperatura y la presión en el reactor cíclico están en el intervalo de 70-100°C y 20-40 bar, y el diluyente tiene una densidad de al menos 500 kg/m³.

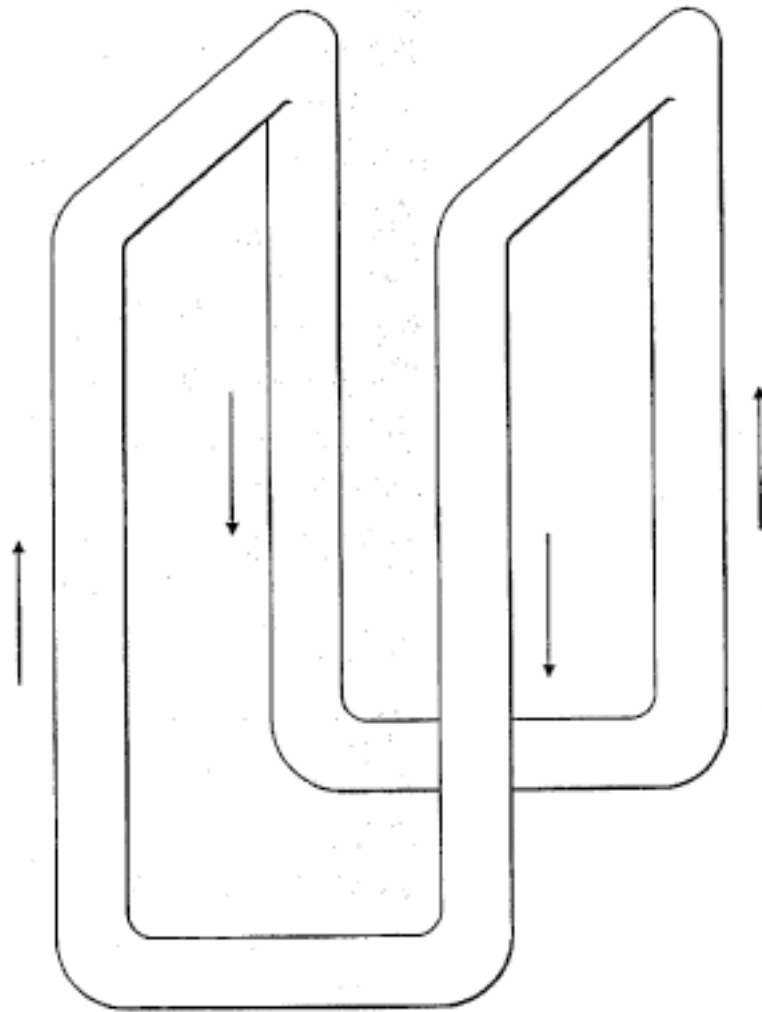


FIG. 1

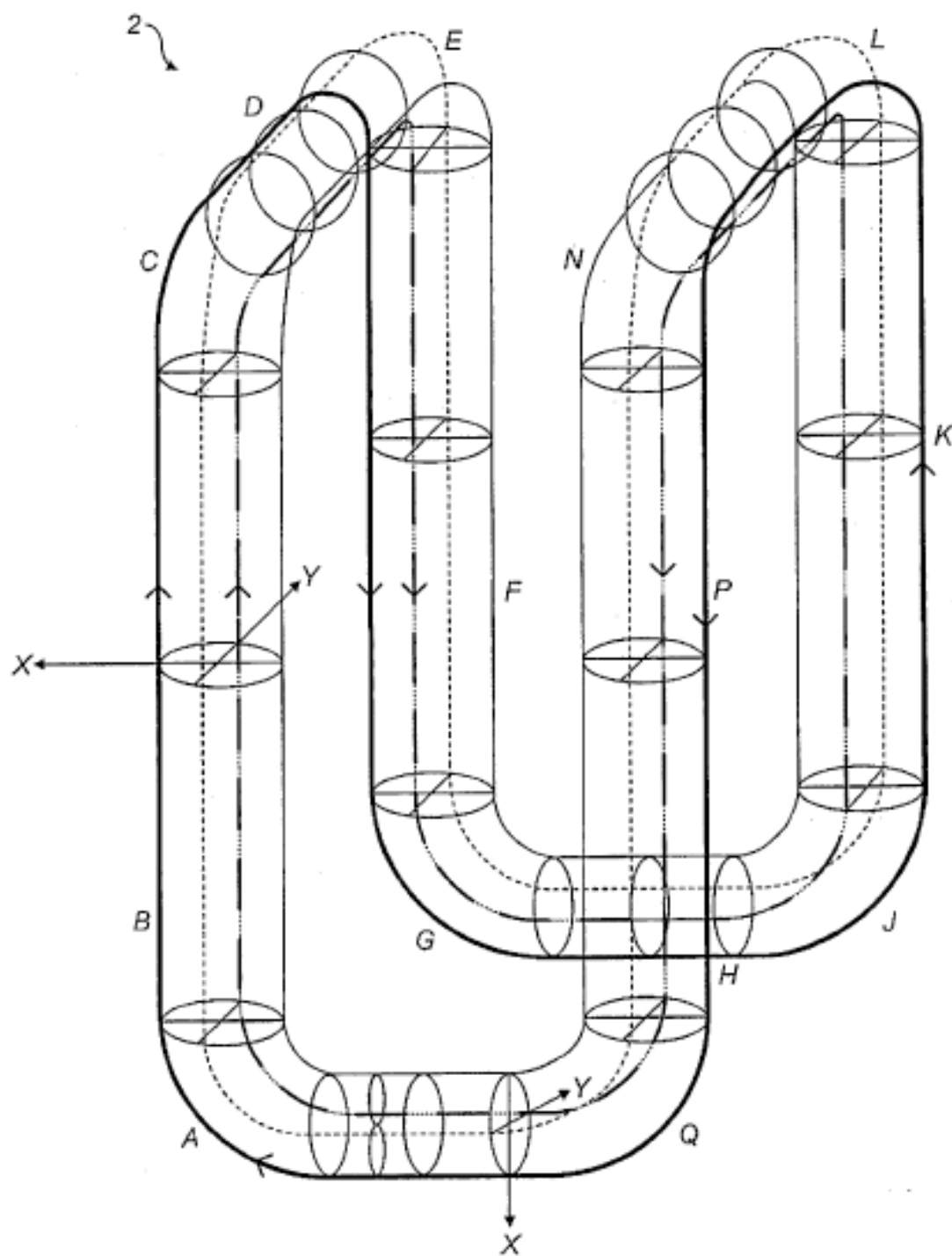


FIG. 2

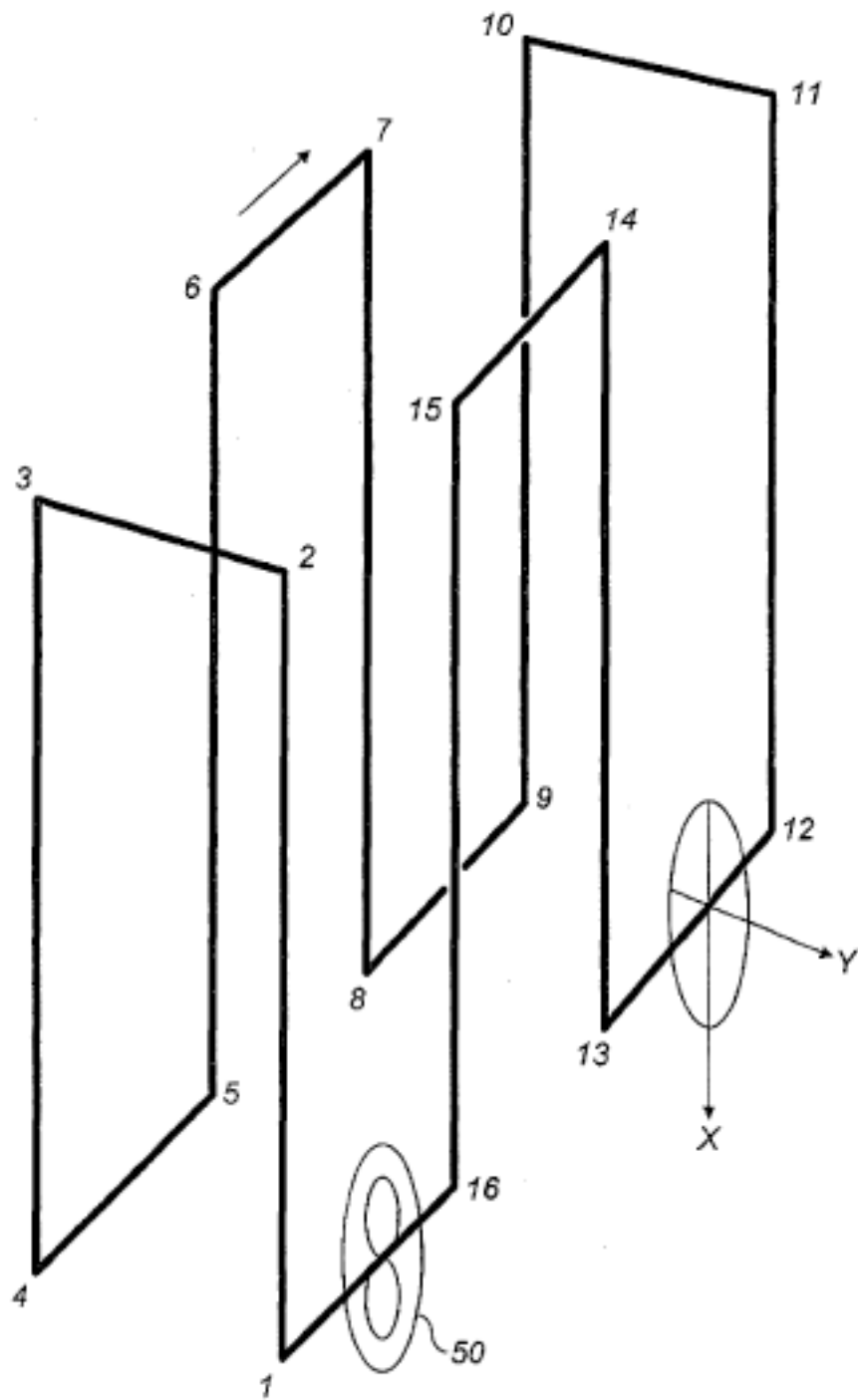


FIG. 3

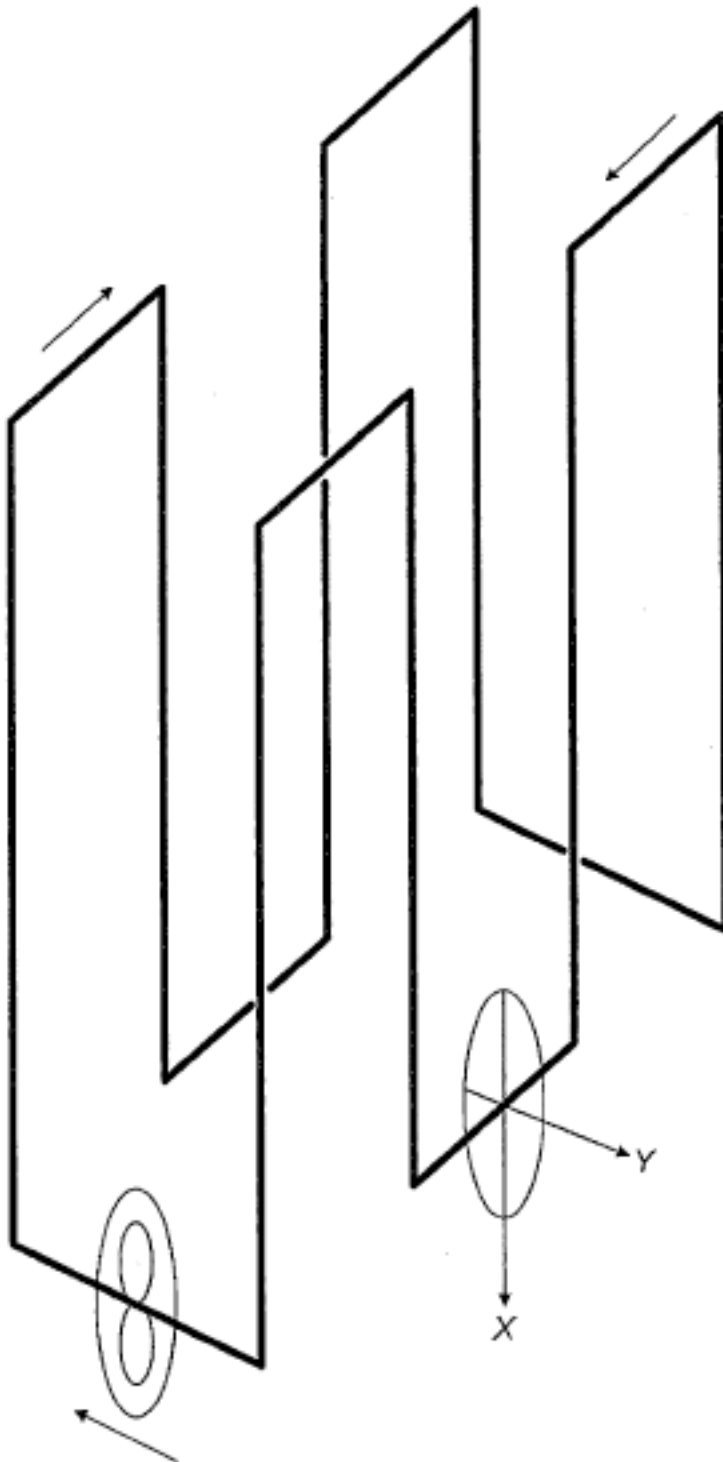


FIG. 4