

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 473 618**

51 Int. Cl.:

C08F 10/02 (2006.01)

C08F 2/00 (2006.01)

C08F 2/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.08.2005 E 08165616 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 2014685**

54 Título: **Proceso de polimerización**

30 Prioridad:

10.08.2004 EP 04254809

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

07.07.2014

73 Titular/es:

**INEOS MANUFACTURING BELGIUM NV (100.0%)
SCHELDELAAN 482
2040 ANTWERPEN, BE**

72 Inventor/es:

WALWORTH, BRENT

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 473 618 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

Proceso de polimerización

5 La presente invención se relaciona con un proceso para el tratamiento de una corriente de fluido reactivo, y más particularmente con un proceso para tratar una corriente de gas y/o líquido que contiene polímero activo retirado de un reactor de polimerización con el fin de eliminar los reactivos y/o impurezas de los mismos. Las opciones disponibles para tratar corrientes de fluidos reactivos pueden estar restringidas por el potencial para contaminar, bloquear, etc., causado por sólidos polimerizados o transportados en la corriente de fluido. La presente invención tiene como objetivo proveer un proceso mejorado para el tratamiento de corrientes de diluyente en la producción de poliolefinas. Tales procesos son útiles donde se requiere reciclar o alimentar a un reactor con una corriente de fluido que tiene un nivel inferior de reactivo y/o impurezas que el nivel cuando la corriente fue retirada del mismo o de un reactor diferente.

10 Un ejemplo es en reacciones de polimerización multimodal, donde los polímeros son manufacturados típicamente en reactores conectados en serie con condiciones de reacción que se diferencian en cada reactor. Con el fin de tener el máximo control de propiedades del producto final, se prefiere tener un control total e independiente del peso molecular y la densidad del polímero producido en cada reactor; el peso molecular se controla típicamente utilizando hidrógeno. Por consiguiente, usualmente es necesario eliminar el hidrógeno de la corriente del producto de un primer reactor que opera a concentración de hidrógeno más alta que un segundo reactor en serie con el primero. El polímero de un reactor corriente arriba para ser alimentado a un reactor en serie corriente abajo es típicamente retirado con diluyentes (gaseosos y/o líquidos), catalizadores y reactivos tales como monómeros, comonómeros, agentes de control de peso molecular tal como hidrógeno, y cocatalizadores. Se conocen diversas soluciones técnicas para eliminar estos diluyentes y/o reactivos no deseados, incluido el hidrógeno, bien sea total o parcialmente a partir del polímero antes de su entrada en el reactor corriente abajo. Tales técnicas incluyen típicamente reducción de la presión para vaporizar los componentes no deseados.

15 En la EP 603935A se describe un procedimiento en el que un polietileno bimodal es producido en reactores en serie con un componente de homopolímero de bajo peso molecular que se forma en el primer reactor y un componente de copolímero de alto peso molecular que se incorpora en el segundo reactor, con hidrógeno que se utiliza para controlar el peso molecular. No hay discusión de cómo retirar el hidrógeno residual entre los reactores. En la EP 192427A y la EP 897934A se emplea una reducción de presión significativa entre los dos reactores para retirar al menos una porción del hidrógeno presente. Este proceso es aceptable cuando el diluyente permanece sustancialmente en la fase líquida bajo las condiciones de reducción de la presión requerida para lograr la eliminación deseada de hidrógeno: sin embargo, si se emplea un diluyente más volátil, o si se requiere un mayor grado de separación de hidrógeno, entonces es deseable un método más eficaz. Procesos en suspensión que emplean solventes ligeros (es decir, relativamente volátiles) exhiben ciertas ventajas sobre los sistemas de solventes más pesados. Por ejemplo, oligómeros de poliolefina tienden a ser menos solubles, y el solvente se elimina fácilmente y sustancialmente por completo del producto de polímero. Sin embargo, el gas de hidrógeno debe ser eliminado virtualmente por completo entre las etapas precedente y subsecuente, de lo contrario el control del proceso de la etapa subsecuente es difícil y puede ser imposible de alcanzar alto peso molecular. Los solventes ligeros tienden a proyectarse con el hidrógeno. Si demasiado solvente se proyecta, los sólidos en la suspensión de salida se incrementan a un nivel tan alto que la suspensión ya no puede ser bombeable. Si la proyección de los solventes es reducida, la separación de hidrógeno es pobre. Una dificultad adicional es que el polímero atrapado en el gas de proyección es todavía catalíticamente activo, y puede además polimerizar, causando problemas con la contaminación de cualquier aparato empleado para la eliminación de hidrógeno u otra separación. Así es necesario o bien eliminar o desactivar el polímero residual. Por lo tanto, puede verse que para este tipo de reacción de polimerización hay una necesidad para un proceso mejorado para la eliminación de hidrógeno entre las etapas.

20 En la US 2003/0191251 se utilizan dos recipientes para proyección para la separación de hidrógeno a partir de un diluyente liviano entre los reactores de polimerización. Cada recipiente tiene solamente una etapa de equilibrio. Se requiere conformar diluyente significativo después de la primera etapa de proyección, debido a una alta pérdida de diluyente.

25 En la US 3658780 una suspensión de polipropileno retirada de un reactor de polimerización se trata con agentes de eliminación de catalizador y el catalizador se lavó entonces, haciendo de esta forma la corriente catalíticamente inactiva, previo al fraccionamiento de la corriente para eliminar el hidrógeno.

30 En la US 6045661 una corriente retirada de un reactor que polimeriza etileno y hexeno en isobutano se pasa a través de recipientes para proyección, y elimina partículas de polímero atrapadas en un ciclón. Al menos una porción del vapor se comprime entonces, antes de ser pasada a un fraccionador para separar los componentes. En este proceso está establecido que la eliminación de los sólidos atrapados asegura que el material fraccionado no es catalíticamente activo.

La presente invención tiene como objetivo proveer un proceso mejorado para el tratamiento de corrientes de poliolefinas, particularmente polietileno

5 Por consiguiente, la presente invención divulga un proceso para la polimerización de etileno o propileno utilizando más de un reactor en serie en el que el diluyente principal es un diluyente inerte o monómero, en donde al menos parte de una corriente retirada de un reactor de polimerización se hace pasar a través de un fraccionador que comprende una columna que tiene al menos 3 etapas de equilibrio, y al menos las primeras dos etapas de equilibrio en los fraccionadores por encima del punto de alimentación de la corriente tiene un flujo de líquido de remoción que es al menos 10% en peso de la rata de flujo de vapor, y el fraccionador se alimenta desde de más de un reactor y/o el fraccionador alimenta diluyente esencial purificado a más de un reactor.

10 Típicamente una corriente retirada de un reactor de polimerización contiene al menos 0.005% en volumen de partículas de polímero sólido. En tal caso, el polímero contiene el catalizador activo. Tal polímero sólido usualmente tiene un tamaño de partícula tal, que al menos 50% del polímero tiene un tamaño de partícula de al menos 10 mm. En una realización, la concentración de polímero consiste en partículas finas que tienen un diámetro medio de menos de 100 micrones, preferiblemente menos de 50 micrones. En otra realización de la invención, la
15 concentración de polímero alimentada en la etapa de fraccionamiento es al menos 30% en volumen y puede ser más alta que 40% en volumen.

Típicamente la corriente retirada del recipiente de polimerización es catalíticamente activo, mediante el cual se entiende que la corriente es capaz de experimentar una polimerización adicional bajo las condiciones presentes durante el fraccionamiento.

20 En esta especificación fraccionamiento significa separación en un recipiente (i) que tiene más de una etapa de equilibrio (ii) en el cual viene líquido y gas al menos parcialmente en contacto en cada etapa de equilibrio, y (iii) dentro del cual la corriente de fluido se vaporiza más de una vez, preferiblemente más de dos veces. "Fraccionador", significa un recipiente o columna en el cual tiene lugar el fraccionamiento.

25 Con referencia a una etapa de equilibrio significará una etapa de contacto real, como opuesta a una etapa de equilibrio teórico.

El fraccionamiento de la corriente se lleva a cabo preferiblemente en un fraccionador a una presión más baja que en el reactor de polimerización precedente y de tal manera que el fluido principal en la corriente es condensable sin recompresión, por intercambio de calor con un medio de enfriamiento en el rango de temperatura de 15 a 60°C. Más
30 preferiblemente, el fraccionamiento se lleva a cabo a una presión y temperatura tal que al menos 50% en peso, preferiblemente al menos 75% en peso de la corriente de fluido catalíticamente activa (componente sólido ausente) que se alimenta al fraccionador, está en la fase de vapor.

En esta especificación, "diluyente" significa un componente de hidrocarburo agregado al reactor de polimerización para ayudar a la eliminación de calor y/o a la suspensión del polímero sólido en el reactor. En el caso de reactores de suspensión el diluyente está en el estado líquido o supercrítico en el reactor. El diluyente principal es el
35 componente no sólido de la corriente de fluido que tiene el mayor % en moles dentro del reactor, y es preferiblemente inerte (es decir, no se polimeriza) bajo condiciones de reacción.

Se esperaría que el tratamiento de una corriente de polímero que también puede contener monómeros cause contaminación inaceptable y/o tiempo muerto del equipo a un proceso de polimerización continua, en particular, los
40 internos de, y/o el equipo de intercambio de calor asociado con, una columna de fraccionamiento. Sin embargo se ha encontrado que el proceso de la invención puede ser operado sin contaminación indebida o el tiempo muerto y que se puede evitar la disposición de instalaciones para el tratamiento de reservas. Una ventaja de la separación de componentes ligeros no deseados usando fraccionamiento a presión media a alta con más de una etapa de equilibrio, en lugar de una torre individual de proyección de presión inferior, es que se requiere menos recompresión de la corriente de polímero y/o materiales ligeros recuperados, y también es posible una más eficiente operación de
45 separación. En particular, cuando la separación de componentes ligeros no deseados de diluyentes ligeros deseados, la pérdida de diluyente del proceso de separación se reduce significativamente.

El proceso de la invención incluye dentro de su alcance el tratamiento de corrientes de polímero retiradas de más de un reactor. En una realización preferida de la invención un fraccionador es capaz simultáneamente para tratar las
50 corrientes de diluyente de una combinación de reactores (en serie o en paralelo) y volver diluyente a aquellos reactores que están esencialmente libres de componentes ligeros y/o pesados, por ejemplo, corrientes que están libres de hidrógeno, o libres de comonómeros, o libres del monómero principal, o libres de todos los monómeros. Tener la capacidad de retirar diluyentes tratados de cualquier etapa de equilibrio dentro de los fraccionadores da una flexibilidad significativa para optimizar la cantidad y la pureza de cada corriente de reciclaje de una manera económica.

55 Esta invención es particularmente adecuada para la polimerización de olefinas en suspensión o reactores de suspensión. En este caso se agregan continuamente olefinas a un diluyente de hidrocarburo (el cual puede ser

principalmente inerte o principalmente monómero y puede ser principalmente un líquido o un fluido supercrítico) que contiene el catalizador. Los monómeros polimerizan para formar una suspensión de polímero sólido en partículas suspendido en el medio de polimerización o diluyente. Típicamente, en la forma de partícula o proceso de polimerización en suspensión para polietileno, la composición de la suspensión en el reactor es: polímero en partículas aproximadamente 15-50% en volumen de partículas, preferiblemente 25-40% en volumen de partículas; fluido en suspensión de aproximadamente 30-85% en volumen, y monómero de aproximadamente 1-15% en volumen, donde el diluyente principal es un diluyente inerte, aunque estas proporciones pueden variar considerablemente. % en volumen de partículas (% en volumen) se define como el volumen de partículas (excluyendo el volumen de intersticios) en la mezcla, dividido por el volumen total de la mezcla.

La invención se relaciona más preferiblemente con la polimerización en una zona de reacción de bucle cerrado tubular alargado o del así llamado reactor de "bucle de suspensión". En el proceso de bucle de suspensión, el reactor es un bucle tubular de, por ejemplo tubería de acero situado dentro de un tubo más grande a través del cual el agua fluye para calentar o enfriar el reactor según se desee. Una o más bombas de circulación guían los contenidos del reactor alrededor del bucle a velocidad relativamente alta, con el fin de promover la buena transferencia de calor, mantener los sólidos en suspensión, y para minimizar la contaminación del reactor. Los bucles pueden estar orientados horizontal o verticalmente. La salida del producto desde un reactor de bucle puede ser continua, o a través de torres de sedimentación abiertas periódicamente. En ambos casos, se retiró el medio de suspensión del solvente junto con el producto, y debe ser condensado y/o represurizado y reintroducido en el reactor.

En un proceso de polimerización típico al cual es particularmente aplicable la presente invención, los procesos de homopolimerización y copolimerización se llevan a cabo en la fase líquida en un diluyente inerte, y los reactivos comprenden etileno e hidrógeno en el caso de la homopolimerización, y en el caso de la copolimerización comprenden etileno, comonómeros alfa olefínicos que comprenden de 3 a 8 átomos de carbono y opcionalmente hidrógeno. El comonómero se puede seleccionar de propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 4-metil 1-penteno, 1-hepteno y 1-octeno. El diluyente inerte puede comprender (iso)butano, pentano o hexano. Los procesos de homopolimerización y copolimerización se llevan a cabo típicamente a una temperatura de 50 a 120°C, a una presión absoluta de 1 a 100 bar.

Tal proceso puede ser utilizado para hacer polímeros multimodales, bien sea en un reactor individual o en reactores múltiples conectados en serie o en paralelo, en cuyo caso cualquier reactor puede estar precedido o seguido por un reactor que es del mismo o diferente tipo de reactor (por ejemplo, en fase gaseosa, tanque de suspensión agitada o reactor de bucle o reactor de solución). En el caso de reactores en serie, un primer reactor de la serie se suministra con un catalizador, y opcionalmente un cocatalizador, y cada reactor subsecuente se suministra con, al menos, etileno y con la suspensión surgiendo del reactor precedente de la serie, esta mezcla comprende un catalizador, opcionalmente un cocatalizador y una mezcla de los polímeros producidos en los reactores precedentes de la serie. Es posible suministrar a un segundo reactor y/o, si es apropiado, al menos uno de los siguientes catalizadores y/o cocatalizadores frescos del reactor, aunque típicamente el catalizador y el cocatalizador se introducen exclusivamente en el primer reactor.

El proceso de la presente invención es especialmente adecuado para una polimerización que comprende el uso de al menos dos reactores de suspensión en serie para producir un producto de poliolefina donde un reactor de suspensión subsecuente emplea poco o nada de alimentación de hidrógeno en comparación con la alimentación de hidrógeno a un reactor de suspensión precedente. En este caso se utiliza el procedimiento de la invención para eliminar hidrógeno a partir de la suspensión de polímero intermediaria entre los reactores en cascada. Usualmente, se emplean dos reactores de suspensión, aunque también es posible emplear tres o más reactores en serie. También es posible emplear dos o más reactores de suspensión en serie junto con uno o más reactores de suspensión que operan de manera concurrente en paralelo. En esta operación preferida de la presente invención, se emplea un fraccionador para eliminar el hidrógeno y también separar otros componentes de la corriente.

En una realización preferida de la invención, la corriente de polímero retirado del reactor de polimerización se trata antes del fraccionamiento de tal manera que o minimice la cantidad de diluyente a ser tratado y/o controle el tamaño medio de partícula y distribución de tamaño de partícula del material catalíticamente activo en la corriente de diluyente. La corriente de polímero se concentra preferiblemente para alcanzar concentraciones de sólidos de 50-70% en peso. Preferiblemente, el tratamiento comprende alimentar la corriente de polímero a un separador de hidrociclón antes del fraccionamiento, lo más preferiblemente con una alimentación de diluyente fresco corriente arriba del separador de hidrociclón, por ejemplo como se describe en nuestra patente número EP 1118624A. Alternativamente una concentración de sólidos suficientemente alta se puede lograr mediante el uso de las torres de sedimentación en el reactor.

Para los propósitos de la presente invención, el término "separador de hidrociclón" está previsto para denotar cualquier aparato que, bajo la acción de una fuerza centrífuga, hace que sea posible separar de una suspensión de partículas sólidas, por un lado un flujo de líquido agotado en partículas sólidas, y por otro lado un flujo concentrado

en partículas sólidas. Tales artículos de aparatos son bien conocidos y se describen, en particular, en Perry's Chemical Engineers' Handbook, McGraw-Hill 7th Edition, 1997, páginas 19-24 a 19-28.

5 Si la carga de sólidos de la corriente de polímero se mantiene a una concentración suficientemente alta (a través de la operación apropiada del reactor y/o sistema de concentración de sólidos mencionados anteriormente), el contenido de calor de la corriente de polímero puede ser suficiente para proveer todo el calor necesario para fraccionamiento. En tal caso, la corriente puede ser alimentada directamente desde el reactor o concentrador en el fraccionador para la separación sin la adición de cualquier calor adicional. Sin embargo, si el contenido de calor de los sólidos que entran al fraccionador es insuficiente para proveer toda la reebullición necesario para la columna de fraccionamiento, la base del fraccionador se puede calentar, utilizando bien sea una camisa o un intercambiador de calor. Preferiblemente, el contenido de calor de la corriente de polímero es suficiente para proveer al menos 60%, más preferiblemente al menos 70%, del calor necesario para el fraccionamiento.

10 En una realización alternativa, la corriente de polímero retirada del reactor se calienta, opcionalmente después de la concentración y/o despresurización, en la línea de repliegue. La corriente resultante de sólido, gas y opcionalmente líquido, se alimenta entonces directamente a un recipiente de alimentación de la columna de fraccionamiento o, alternativamente, directamente a la columna de fraccionamiento.

15 Si se utiliza un recipiente de alimentación del fraccionador, se prefiere en una realización que la presión dentro del mismo se ajuste de manera que proyecte suficiente diluyente desde el recipiente de alimentación y deje un polímero sin suspensión en la base. La corriente de diluyente proyectado es entonces alimentada al recipiente de los fraccionadores, cuya base se puede calentar si es necesario. Además del uso de los calentadores de la línea de suspensión y la base de columna o camisa de calentamiento del recipiente de alimentación, se prefiere que ninguna energía externa se agregue como re-ebullición para la columna de fraccionadores.

20 Cuando se mantiene una suspensión en el recipiente de alimentación de los fraccionadores la presión está dictada por la necesidad de minimizar la concentración de componentes no deseados en la fase líquida mientras que siendo también capaz de condensar el diluyente principal sin compresión utilizando solamente medio de enfriamiento, preferiblemente agua, a una temperatura entre 15 y 60°C. Si es necesario, La proyección puede ser asistida por calentamiento en el recipiente de alimentación. La corriente de diluyente proyectado se puede alimentar directamente a la parte inferior de la columna de fraccionamiento, preferiblemente la base. En este caso, la columna está diseñada para manejar un gran tamaño de partícula y una rata de flujo por debajo del punto de alimentación y para acomodar los finos en las etapas de separación inmediatamente por encima del punto de alimentación. En este caso, la columna de fraccionamiento tiene preferiblemente al menos 4 etapas de equilibrio reales, y se prefiere que al menos dos etapas de separación por encima de la posición de alimentación de la corriente de polímero estén diseñadas para manejar sólidos. El flujo de masa del líquido de extracción en esta parte de la columna de fraccionamiento, preferiblemente a lo largo del fraccionador, es preferiblemente al menos 10% en peso de la tasa de flujo de masa de vapor. Los fraccionadores pueden tener componentes internos tales como bandejas de destilación (tamiz, de doble flujo, tapa de burbujeo, donuts) o puede igualmente ser empacada, preferiblemente con empaques de abertura más grande. La porción de la columna de fraccionamiento por debajo del punto de alimentación está particularmente diseñada para acomodar una alta concentración de sólidos y para evitar la formación de sólidos. La base de la columna está diseñada para asegurar una alta velocidad de suspensión para evitar la sedimentación y minimizar el tiempo de residencia. El tiempo de residencia de cualesquiera sólidos en la columna se mantiene preferiblemente a menos de 30 segundos, preferiblemente no más de 90 segundos.

35 En la columna de fraccionamiento, el producto de fondos líquidos, que contiene polímero, diluyente e hidrocarburos y/o comonomeros más pesados se retirado de la base de la columna. Esto opcionalmente puede ser reciclado a los recipientes de alimentación de los fraccionadores. El vapor de sobrecabeza contiene típicamente hidrógeno y monómero. También se pueden retirar las corrientes de extracción lateral, que contienen composiciones variables de diluyente y monómero. Estos pueden ser reciclados al reactor.

40 La temperatura de la base de la columna de fraccionamiento siempre se debe mantener al menos 5°C por debajo de la temperatura de sinterización o de la temperatura de solubilidad del polímero producido en un reactor corriente arriba. El diseño y la operación fiable del proceso de separación se optimiza a través del diseño y selección cuidadosa de los equipos de los equipos y el control de la rata de flujo del fluido y las condiciones de temperatura y presión a través de la columna de fraccionamiento para asegurar que los sólidos no se recogen en cualquier punto en los fraccionadores y que el ensuciamiento de los internos se evita o al menos se minimiza a tal grado que cualquier operación de limpieza requerida en sí mismas no reduce la disponibilidad de la planta. Típicamente el diseño del fraccionador es optimizado con una temperatura de base de más de 50°C. En una realización preferida de la invención, el perfil de la temperatura de la columna y el perfil de concentración de monómero principal está diseñado para evitar los picos excesivos en la actividad catalítica en cualquier etapa particular de la columna.

45 El fraccionamiento se lleva a cabo preferiblemente a una presión más baja que en el reactor precedente, pero superior a 1 barg, preferiblemente mayor de 3.5 barg.

La suspensión en la base de la columna del fraccionador, y en ciertas realizaciones en la base del recipiente de alimentación de los fraccionadores, se mantiene preferiblemente en suspensión en todo momento, y se agita usualmente con un agitador; sin embargo, puede alternativa o adicionalmente ser suspendida utilizando una bomba de circulación externa.

- 5 En el caso donde el polvo de polímero sin suspensión se mantiene en el recipiente de alimentación del fraccionador, la base puede estar diseñada para permitir un nivel de polvo constante a ser mantenido mientras que permite el flujo continuo o discontinuo fuera del recipiente. La base es preferiblemente de forma cónica con el ángulo del cono y el diámetro de la boquilla de salida dimensionado para mantener el tapón o el flujo de masa para el rango de polvos (teniendo en cuenta el contenido de hidrocarburo asociado esperado) que el recipiente está diseñado para manejar.
- 10 En una realización preferida, la base de los fraccionadores se descarga a un recipiente de suspensión que recibe tanto alimentación de la suspensión de la base del fraccionador y también sólidos suspendidos o no suspendidos de la base del recipiente de alimentación del fraccionador. En este caso los sólidos en el recipiente de alimentación del fraccionador son preferiblemente no suspendidos. Se puede agregar diluyente fresco a la línea de transferencia entre la base del recipiente de alimentación de los fraccionadores y el recipiente de suspensión. En el caso donde el
- 15 fraccionador está separando una corriente de alimentación intermedia dos reactores de polimerización en una polimerización bimodal, el recipiente de suspensión se descarga al segundo reactor.

Un ejemplo específico de un proceso para la aplicación de la presente invención es un proceso de polimerización en suspensión para la producción de un polietileno de alta densidad bimodal que comprende un homopolímero de etileno (A) y un copolímero de etileno y 1-hexeno (B) formado en dos reactores en serie. Tal proceso puede llevarse

20 a cabo utilizando el aparato mostrado en la figura 2 (véase más abajo).

El diluyente utilizado en este proceso de polimerización particular, es usualmente diluyentes que comprenden hidrocarburos que es inerte con respecto al catalizador, el cocatalizador y el polímero formado, tal como, por ejemplo, un alcano o cicloalcano recto o ramificado que tiene de 3 a 8 átomos de carbono. El diluyente que ha dado

25 los mejores resultados es el isobutano. Una ventaja de la utilización de isobuteno se encuentra en particular en su fácil reciclaje. Esto es porque el uso de isobutano hace posible reciclar los diluyentes recuperados al final del proceso de acuerdo con la invención en el primer reactor sin tener que llevar a cabo la purificación exhaustiva con el fin de eliminar el hexeno residual. Esto es porque, como las temperaturas de ebullición de isobutano y de hexeno están muy separadas, su separación se puede llevar a cabo mediante destilación.

En este proceso preferido, se ajusta generalmente la cantidad de etileno introducido en el primer reactor de

30 polimerización y en el reactor de polimerización subsecuente con el fin de obtener una concentración de etileno en el diluyente de 5 a 50 g de etileno por kg de diluyente. La cantidad de hidrógeno introducido en el primer reactor se ajusta generalmente con el fin de obtener, en el diluyente, una relación molar de hidrógeno a etileno de 0.05 a 1. Se prefiere particularmente una relación molar de hidrógeno/etileno que no exceda de 0.6.

La mezcla retirada del primer reactor, que comprende, adicionalmente, homopolímero (A), se somete a una

35 reducción de la presión con el fin de eliminar (desgasificar) al menos una parte del hidrógeno, que puede ser llevado a cabo de acuerdo con la presente invención. La reducción en la presión se lleva a cabo ventajosamente a una temperatura de menos de o igual a la temperatura de polimerización en el primer reactor. La temperatura a la cual se lleva a cabo la reducción en la presión es usualmente de al menos 40°C. La presión a la cual se lleva a cabo la

40 reducción en la presión es menor que la presión en el primer reactor, y está usualmente entre 0.1 y 1.5 MPa. La cantidad de hidrógeno aún presente en la mezcla en suspensión al menos parcialmente desgasificada (líquido + sólido) es generalmente menos de 1% en peso de la cantidad de hidrógeno inicialmente presente en la mezcla retirada del primer reactor de polimerización; esta cantidad es preferiblemente menos de 0.5%. La cantidad de hidrógeno presente en la mezcla parcialmente desgasificada introducida en el reactor de polimerización subsecuente es consecuentemente bajo, o incluso cero. El reactor subsecuente se alimenta también preferiblemente con

45 hidrógeno. La cantidad de hidrógeno introducido en el reactor subsecuente se ajusta generalmente con el fin de obtener, en el diluyente, una relación molar de hidrógeno a etileno de 0.001 a 0.1 en el reactor, típicamente entre 0.004 y 0.05. En este proceso, la relación de la concentración de hidrógeno en el diluyente en el primer reactor a la concentración en el reactor de polimerización subsecuente es usualmente al menos 20, preferiblemente entre 40 y 200.

La cantidad de 1-hexeno introducido en el reactor de polimerización subsecuente es tal que, en este reactor, la

50 relación molar de hexeno/etileno en el diluyente es de al menos 0.05, preferiblemente al menos 0.1. La cantidad de hexano introducido en el reactor subsecuente es tal que se prefiere la relación molar de hexeno/etileno que no exceda de 3. El primer reactor usualmente no se alimenta con hexeno; en efecto, es esencial que el primer reactor esté esencialmente desprovisto de 1-hexeno. En consecuencia, el diluyente introducido en el primer reactor, que

55 puede ser diluyente reciclado, debe ser altamente disminuido en hexeno. El diluyente introducido en el primer reactor contiene preferiblemente menos de 1000 ppm de hexeno, y es idealmente esencialmente libre de hexeno.

- 5 La temperatura de polimerización es generalmente de 20 a 130°C, típicamente que no exceda 115°C. La presión total a la que el proceso de acuerdo con la invención se lleva a cabo generalmente es de 0.1 MPa a 10 MPa. En el primer reactor de polimerización, la presión total es usualmente de al menos 2.5 MPa, pero no mayor que 5 MPa. En el reactor de polimerización subsecuente, la presión total es usualmente de al menos 1.3 MPa, pero no mayor que 4.3 MPa.
- 10 En este proceso preferido, una suspensión que comprende una composición que comprende de 30 a 70% en peso del homopolímero (A) y de 30 a 70% en peso del copolímero (B) se recogido en la salida del reactor de polimerización subsecuente. La composición que comprende polímeros de etileno pueden ser separados de la suspensión por cualquier medio conocido. La suspensión se somete usualmente a una reducción en la presión (reducción final en la presión), con el fin de eliminar el diluyente, el etileno, el hexeno y, opcionalmente, el hidrógeno a partir de la composición.
- 15 De acuerdo con una forma alternativa de este proceso y, más particularmente, cuando el diluyente es isobutano, los gases que salen de la primera reducción de la presión (reducción intermedia en la presión entre los dos reactores de polimerización) y de la reducción final de la presión se mezclan, y se transportan a una unidad de destilación. Esta unidad de destilación se compone ventajosamente de una o de dos columnas de destilación en serie. El etileno y el hidrógeno son retirados a la parte superior de la columna, una mezcla de isobuteno y de hexeno se retirada al fondo de la columna y el isobutano exento de hexeno se retira de una placa intermedia. La mezcla de isobutano-hexeno se recicla entonces en el reactor de polimerización subsecuente, mientras que el isobutano exento de hexeno se recicla en el primer reactor.
- 20 El catalizador empleado en el proceso de polimerización puede ser cualquier catalizador adecuado para reacciones de polimerización, pero es típicamente un catalizador de cromo, un catalizador de Ziegler-Natta, o un catalizador de metaloceno. Usualmente, el catalizador es un catalizador de Ziegler-Natta.
- 25 En el caso de un catalizador de Ziegler-Natta, el catalizador utilizado comprende al menos un metal de transición. Metal de transición significa un metal de los grupos 4, 5 ó 6 de la Tabla Periódica de los Elementos (CRC Handbook of Chemistry and Physics, 75th edition, 1994-95). El metal de transición es preferiblemente titanio y/o zirconio. Un catalizador que comprende no solamente el metal de transición sino también magnesio se utiliza preferiblemente. Se han obtenido buenos resultados con catalizadores que comprenden:
- de 10 a 30%, preferiblemente de 15 a 20%, más preferiblemente de 16 a 18% en peso de metal de transición,
 - de 0.5 a 20%, preferiblemente de 1 a 10%, más preferiblemente de 4 a 5% en peso de magnesio,
 - 30 - de 20 a 60%, preferiblemente de 30 a 50%, más preferiblemente de 40 a 45% en peso de halógeno, tal como cloro,
 - de 0.1 a 10%, preferiblemente de 0.5 a 5%, más preferiblemente de 2 a 3% en peso de aluminio;
- 35 el balance consiste generalmente de elementos que surgen de los productos utilizados para su manufactura, tales como carbono, hidrógeno y oxígeno. Estos catalizadores se obtienen preferiblemente por coprecipitación de al menos una composición de metal de transición y una composición de magnesio por medio de una composición de órgano aluminio halogenado. Tales catalizadores son conocidos, que en particular se han descrito en las patentes US 3901863, US 42942200 y de los Estados Unidos 4.617.360. El catalizador se introduce preferiblemente sólo en el primer reactor de polimerización, es decir, no hay introducción de catalizador fresco en el reactor adicional de polimerización.
- 40 El cocatalizador utilizado en el proceso es preferiblemente un compuesto de organoaluminio. Se prefieren los compuestos de organoaluminio no halogenados de fórmula AlR_3 en la que R representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono. Se prefieren particularmente trietilaluminio y triisobutilaluminio. El cocatalizador se introduce en el primer reactor de polimerización. El cocatalizador fresco también se puede introducir en el reactor adicional. La cantidad de cocatalizador introducida en el primer reactor es en general al menos 0.1×10^{-3} moles por litro de diluyente. No suele superar 5×10^{-3} moles por litro de diluyente. Cualquier cantidad de cocatalizador fresco
- 45 introducida en el reactor adicional no suele exceder 5×10^{-3} moles por litro de diluyente.
- Las realizaciones específicas de la presente invención se describirán ahora con referencia a los dibujos acompañantes.
- La figura 1 muestra un diagrama de fabricación para un sistema de polimerización que comprende un reactor de polimerización de bucle en suspensión individual con fraccionador asociado.
- 50 Con referencia a la Figura 1, un diluyente se mantiene en una fase líquida durante una reacción de polimerización donde los sólidos de polímero producidos son esencialmente no solubles en el diluyente y se suspenden por ella. La corriente efluente del reactor de polimerización 1 comprende unos diluyentes líquidos que llevan una suspensión de

sólidos de polímero junto con el catalizador residual y reactivos tales como monómeros, comonómeros, agentes de control de peso molecular tal como hidrógeno, y cocatalizadores.

5 La corriente efluente se retira del reactor a través de la línea 3 desde donde pasa a un hidrociclón 5 que concentra la suspensión a un nivel de sólidos de aproximadamente 50-70% en peso. La corriente es entonces usualmente sometida a una disminución de presión de 7, a partir de la presión del reactor (típicamente 40 barg) a una presión de 7-10 barg. Dependiendo de la concentración de sólidos y temperatura de la corriente, el contenido de calor de la corriente puede ser impulsado por el calentador de línea de suspensión 9; el grado de aporte de calor diseñado o controlado para maximizar la vaporización del líquido al tiempo que evita el riesgo de sinterización en el calentador. Preferiblemente, la temperatura de salida del calentador de suspensión es controlada a la temperatura del punto de rocío de la corriente del fluido retirado.

10 La corriente pasa entonces a un recipiente de alimentación del fraccionador 11. La presión en el recipiente de alimentación 11 se ajusta de manera que proyecte suficiente diluyente para dejar un polímero sin suspensión en la base. El polímero sólido se extrae a través de la línea 13.

15 La corriente de diluyente proyectado se alimenta entonces a través de la línea 15 hacia la columna 17 del fraccionador, preferiblemente a la base. La base de la columna se puede calentar si el contenido de sólidos de la corriente es insuficiente para proveer suficiente calor para el fraccionamiento. La presión a la cual opera la columna 17 puede estar en el rango amplio de 1 barg a 30 barg o más. Condiciones de temperatura preferidos en la columna 17 incluyen una temperatura sobrecabeza (la temperatura en la parte superior de la columna) de 30-50°C y una temperatura de fondo (la temperatura en la parte inferior de la columna) de 65-95°C. El fraccionador tiene entre 5 y 20 25 tamices y/o bandejas de flujo dual.

Producto de fondos líquidos, que contiene típicamente diluyente rico en comonómeros pesados, se retira de la columna 17 a través de la línea 19. Si se requiere calentamiento adicional, algunos de los productos de los fondos se hace pasar a través de la línea 19 a un calentador (calderín) 21, y desde allí a través de la línea 23 como vapor de vuelta a la columna 17. Alternativamente, el fondo de la columna 17 se puede calentar con una camisa.

25 En el caso donde el comonómero es más pesado que el diluyente, una (preferiblemente vaporoso) corriente de extracción lateral puede opcionalmente ser retirada de la columna 17 a través de la línea 25. La corriente de extracción lateral típicamente contiene principalmente diluyentes escasos en comonómero. La corriente de extracción lateral se enfría y se condensa y luego se recicla al reactor 1 (no mostrado). También puede ser retirado de la columna como un líquido. La columna, proveyendo una corriente escasa en comonómero que en el reactor precedente, y o proveyendo la capacidad reguladora de corrientes escasas en comonómero provee la facilidad para reducir sustancialmente el tiempo para transiciones de productos entre los grados de polímeros de densidad diferente.

30 Vapor de sobrecabeza de la columna 17, que contiene típicamente diluyente, monómero sin reaccionar, hidrógeno, nitrógeno, y otros livianos, pasa a través de la línea 27 al enfriador 29, donde se condensa para ser reciclado como reflujo a la columna 17 a través de la línea 31. Se puede tomar del condensador una ventilación de livianos.

35 Con referencia a la Figura 2, esta muestra una realización alternativa de la invención en relación con una polimerización bimodal en la que se elimina hidrógeno de la corriente de polimerización por un fraccionador situado entre los reactores. El segundo reactor no se muestra en la Figura. En la disposición mostrada en la Figura 2, los números son los mismos que en la Figura 1. La principal diferencia de la disposición de la Figura 1 es que en esta realización el producto de los fondos del fraccionador 17 se recicla al recipiente de alimentación del fraccionador 11 a través de la línea 33. En este caso, el polímero en los fondos del recipiente de alimentación 11 se mantiene en suspensión en el diluyente por un agitador 35, y esta suspensión se retira de la base del recipiente de alimentación a través de la línea 13 y se bombea mediante la bomba 37 al segundo reactor (no mostrado). La porción líquida de la corriente retirada a través de la línea 13 se puede reciclar al recipiente de alimentación 11 a través de la línea 39, que puede contener un calentador 40. El recipiente de alimentación 11, que tiene una suspensión de sólidos bien agitada, puede ser calentado por un calentador 43.

40 En cuanto al fraccionador 17 en la realización de la Figura 2, este opera como en la Figura 1 sin ninguna extracción lateral excepto que el hidrógeno es ventilado desde la corriente de sobrecabeza, línea 27, cuando la corriente se condensa de otra manera en el refrigerador 29. Así, la corriente reciclada 31 tiene un nivel sustancialmente reducido de hidrógeno. La corriente 33 recupera la vasta mayoría de diluyente, comonómeros e incluso monómero proyectado en el recipiente 11, mientras que se empobrece en hidrógeno. Este diseño fraccionador tiene típicamente aproximadamente 5 tamices y/o bandejas de flujo dual.

45 Con referencia a la Figura 3, ésta muestra una realización adicional de la invención relativa a una polimerización bimodal en dos reactores, en el cual se utiliza una columna de fraccionamiento individual para tratar tanto la corriente de polímero intermedia en los reactores y también la corriente final del segundo reactor. En la siguiente descripción se asume que el producto de bajo peso molecular es hecho en el primer reactor, sin embargo esta

configuración de diseño da flexibilidad total, por la elección de las corrientes de reciclado apropiadas del fraccionador, para permitir igualmente que el producto de alto peso molecular sea preparado en el primer reactor.

5 Como en las realizaciones de las Figuras 1 y 2, la corriente efluente desde el primer reactor 1 se retira del reactor a través de la línea 3 desde donde pasa a un recipiente 11 de alimentación de los fraccionadores 11 (se omiten aquí detalles mostrados en las figuras 1 y 2). Como en las realizaciones anteriores, la concentración con un hidrociclón, una disminución de presión y calentamiento adicional (no mostrado en la Figura), si se requiere, todos pueden ser aplicados a la corriente.

10 El diluyente es proyectado desde el recipiente de alimentación 11 a través de la línea 15 a una columna 17 de fraccionamiento. Todas o la mayoría de las corrientes diluyentes ricas en comonomero de la columna 17 se devuelven al recipiente 11 a través de la línea 57. El polímero suspendido se retira del fondo del recipiente 11 de alimentación a través de la línea 13 y se transfiere al segundo reactor 41, donde, si se desea, se puede añadir comonomero adicional.

15 La corriente efluente del segundo reactor 41 se retira del reactor a través de la línea 43 desde donde pasa a un segundo recipiente 51 de alimentación del fraccionador. Como en el caso del primer reactor 1, la concentración con un hidrociclón, una disminución de presión y calentamiento adicional (no mostrado en la Figura), si se requiere, todos pueden ser aplicados a esta segunda corriente efluente. Se mantiene un nivel de polvo en el segundo recipiente 51 de alimentación del fraccionador y el producto de polímero final no suspendido, esencialmente carente de líquido libre, se retira a través de la línea 55, mientras que la corriente de diluyente vaporizada se alimenta entonces a través de la línea 53 a la columna 17 de fraccionamiento.

20 El perfil de la temperatura y la presión de la columna 17 se adaptan para eliminar separado el espectro completo de los componentes de la corriente entrante. Condiciones de temperatura preferidos en la columna 17 incluyen una temperatura de sobrecabeza (la temperatura en la parte superior de la columna) de 35-55°C y una temperatura de fondo (la temperatura en el fondo de la columna) de 65-95°C. El producto del fondo líquido, junto con cualesquiera finos de polímero, que contienen típicamente diluyente y rico en comonomero, se retira de la columna 17 a través de la línea 57. La corriente de extracción lateral opcional 61 retira diluyente libre de monómero, si se requiere, por ejemplo, para transporte de catalizador al reactor 1. La corriente de extracción lateral 63 consiste de una corriente de diluyente libre de comonomero que puede ser reciclada al reactor 1. Vapor de la sobrecabeza de la columna 17 retirado en la línea 27 y una corriente rica en hidrógeno, junto con algún monómero se ventila desde el condensador 29 a través de la línea 65. El número de bandejas requeridas en la columna se minimiza preferiblemente no diseñándola para separar el monómero de las corrientes de diluyente recicladas hacia cualquier reactor.

35 Con referencia a la Figura 4, esta muestra una realización de la invención relativos a una polimerización bimodal en la que se elimina hidrógeno de la corriente de polimerización por un fraccionador situado entre los reactores. Por lo tanto esta es similar a la realización de la Figura 2, y donde números de referencia apropiados son los mismos. La corriente efluente pasa desde el reactor 1 para el recipiente de alimentación del fraccionador 11 de la misma manera como en la realización de la Figura 2. La presión en el recipiente de alimentación 11 se ajusta de manera que proyecte diluyente suficiente para el fraccionador 17 a través de la línea 15 para dejar un polímero sin suspensión en la base. La línea 15 entra al fraccionador 17 por encima del fondo con el fin de mejorar la separación de hidrógeno. El polímero sólido es retirado a través de la línea 67 en un segundo recipiente de suspensión 69, que también recibe el producto de fondo del fraccionador 17 a través de la línea 71. Un calderín también puede estar presente en el fondo de la columna 17 para mejorar la separación en la columna. El polímero en el fondo del recipiente de suspensión 69 está en suspensión en el diluyente escaso en hidrógeno, y esta suspensión se retira de la base del recipiente de suspensión 69 a través de la línea 73 y se bombea mediante la bomba 37 al segundo reactor 41. Una porción de líquido de la corriente retirada a través de la línea 73 puede reciclarse al recipiente de suspensión 69 a través de la línea 39.

45 EJEMPLO

En un ejemplo específico de la invención en el cual se emplea un fraccionador entre dos reactores en un sistema de reactor dual bimodal tal como se describe en la Figura 2, el fraccionador se alimenta con una corriente que comprende emisión de isobutano, etileno, hidrógeno, hexeno-1 y polietileno desde un primer reactor de polimerización. Esta corriente se concentra primero en un hidrociclón, después de lo cual se pasa a través de un calentador de suspensión antes de entrar en la base del fraccionador.

En este ejemplo particular, una rata de flujo de 10090 kg/h de polietileno y 9685 kg/h de hidrocarburos entra a la base del fraccionador. En este caso el hidrocarburo comprende principalmente isobutano, pero también contiene aproximadamente 3,22 kg/h de hidrógeno, 116 kg/h de etileno, aproximadamente 10 kg/h de polímero sólido que contiene algo de catalizador activo, y cantidades menores de otros componentes.

55 A medida que la corriente entra en la base del fraccionador, la porción de hidrocarburo es de aproximadamente vapor al 75%. Al entrar en la base, el líquido residual y casi todo el polietileno sólido cae en una reserva en ebullición

y con agitación. La suspensión de base en este ejemplo se calienta por una camisa que provee el calor durante aproximadamente un tercio del flujo de vapor de la columna, y es a aproximadamente 70°C y una presión de 10 barg.

- 5 El vapor de hidrocarburo procedente de la corriente del reactor se combina con la ebullición de la suspensión en ebullición en la base del fraccionador de tal manera que un flujo de vapor de aproximadamente 11500 kg/h entra en la columna de fraccionamiento. Este vapor contiene algunos finos de polímero catalíticamente activos los cuales se transfieren de los equipos corriente arriba. La columna de fraccionamiento es de aproximadamente 1 metro de diámetro, y tiene cinco bandejas de doble flujo. Cada bandeja tiene cerca de 9% de área abierta, y tiene agujeros de 25 mm de diámetro. Este gran diámetro del agujero es importante para asegurar que el bloqueo se minimiza.
- 10 La corriente de gas se abre camino hasta la torre de lavado, y cada bandeja elimina progresivamente los finos poniendo en contacto la corrientes de gas/finos con corriente de líquido que se está cayendo por la columna. Esto también elimina el hidrógeno del líquido que cae por la columna.
- 15 En la parte superior de la columna, la corriente entra en un condensador y se condensa casi totalmente a aproximadamente 30°C. Una purga de gas sale de esta corriente condensada para eliminar el hidrógeno. Se puede instalar un filtro en esta corriente para probar la eficiencia de eliminación de sólidos de la columna: los Solicitantes nunca han encontrado ninguna traza de polietileno en un filtro tal. Adicionalmente, los Solicitantes nunca han encontrado ningún polietileno en el condensador, ni han experimentado algún tipo de contaminación. Estas observaciones confirman el excelente desempeño del sistema en el manejo de los finos activos.
- 20 El líquido que se condensa se devuelve al fraccionador y vuelve a caer en cada bandeja. En el momento en que llega al fondo del fraccionador el líquido ha sido disminuido de hidrógeno, y cualesquiera activos finos se reciclan de nuevo al líquido base. Debe notarse que, dado que casi todo el líquido se condensa y retorna de nuevo a la base del fraccionador, no es necesario para acumular líquido en la base, mantener la concentración de sólidos. La suspensión esencialmente libre de hidrógeno se agita para minimizar la sedimentación, y luego se bombea al
- 25 segundo reactor. Una corriente de deslizamiento es retirada esta descarga de la bomba y se hace regresar a la base de suspensión para ayudar en la homogeneidad de la suspensión. El contenido de hidrógeno típico de la suspensión que va al segundo reactor está por debajo de 100 g/h. Por lo tanto, teniendo en cuenta la rata de flujo inicial de hidrógeno que sale del primer reactor de 3.22 kg/h, puede verse que el proceso de la invención es muy eficiente en la eliminación de hidrógeno de la corriente de alimentación y también en la eliminación de activos finos desde el gas de purga en la parte superior de la columna. Este equipo sencillo de esta manera demuestra un medio fiable y
- 30 económico para controlar la concentración de hidrógeno y, por lo tanto, el peso molecular en el segundo reactor independientemente de las condiciones requeridas en el primer reactor - incluso cuando se utilizan diluyentes que son vapor en condiciones atmosféricas. Adicionalmente, la columna también se puede ajustar con el fin de minimizar la cantidad de etileno y diluyente perdido.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para la polimerización de etileno o de propileno utilizando más de un reactor en serie en el cual el diluyente principal es un diluyente inerte o monómero, en donde al menos parte de una corriente retirada de un reactor de polimerización se pasa a través de fraccionadores, el cual comprende una columna que tiene al menos 3 etapas de equilibrio, y al menos las primeras dos etapas de equilibrio en el fraccionador por encima del punto de alimentación de la corriente tiene un flujo de líquido de extracción que es al menos 10% en peso de la tasa de flujo de vapor, y los fraccionadores se alimentan desde más de un reactor y/o los fraccionadores alimentan diluyente principal purificado a más de un reactor.
- 10 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el polímero sólido alimentado en el fraccionador tiene un tamaño de partícula tal que al menos 50% del polímero tiene un tamaño de partícula de al menos 7, preferiblemente al menos 10 mm.
3. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde al menos 50% del polímero sólido tiene un tamaño de partícula menor de 100 mm, preferiblemente menor de 50 mm.
- 15 4. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la concentración de polímero en la corriente alimentada en el fraccionador es al menos 0.002% en volumen, preferiblemente al menos 30% en volumen y más preferiblemente al menos 40% en volumen.
5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en donde al menos el 50% del polímero sólido tiene un tamaño de partícula de menos de 2000 mm, preferiblemente menos de 1000 mm.
- 20 6. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el contenido de calor de la corriente que entra en los fraccionadores es suficiente para proveer al menos el 60% del calor necesario para el fraccionamiento, y preferiblemente todo el calor necesario para el fraccionamiento.
7. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la corriente retirada del reactor de polimerización se fracciona a una presión tal que el diluyente principal de la corriente se condensa sustancialmente sin compresión utilizando solamente medio de enfriamiento, preferiblemente agua, a una temperatura entre 15 y 60°C .
- 25 8. Proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en donde no hay una reducción en la presión por debajo de la presión de fraccionamiento aplicada a la corriente entre el reactor y el fraccionador.
9. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde las etapas de equilibrio en el fraccionador comprenden bandejas de tamiz y/o bandejas de doble flujo.
- 30 10. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde cada etapa de equilibrio en el fraccionador tiene un flujo de líquido de extracción que es al menos 10% en peso de su tasa de flujo de vapor.
11. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el tiempo de residencia de cualesquiera sólidos en el fraccionador se mantiene a no más de 90 segundos, preferiblemente no más de 30 segundos.
- 35 12. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el diluyente principal es propileno y/o isobuteno y/o hexano.
13. Proceso de acuerdo con la reivindicación 12, en donde se emplea hidrógeno y/o comonómero en al menos uno de los reactores de polimerización, y el fraccionamiento elimina al menos algo del hidrógeno y/o comonómero de al menos una de las corrientes que contienen el diluyente director antes de su distribución a un reactor corriente abajo.
- 40 14. Proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en donde tanto comonómero e hidrógeno son al menos parcialmente eliminados del diluyente principal en el mismo fraccionador.
15. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el etileno se polimeriza para formar un polímero que comprende al menos 30% en peso de un componente de bajo peso molecular que tiene una densidad de al menos 0.965 g/cm³ y un M_w de 5 a 1000 g/10 min, y al menos 30% en peso de un componente de alto peso molecular que tiene una densidad desde 0.910 a 0.940g/cm³ y un M_w desde 0.01 a 2 g/10 min.
- 45 16. Proceso de acuerdo con la reivindicación 15, en donde el componente de bajo peso molecular se hace en un reactor corriente arriba de un reactor que produce el componente de alto peso molecular.
17. Proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la corriente retirada del reactor de polimerización es catalíticamente activo.

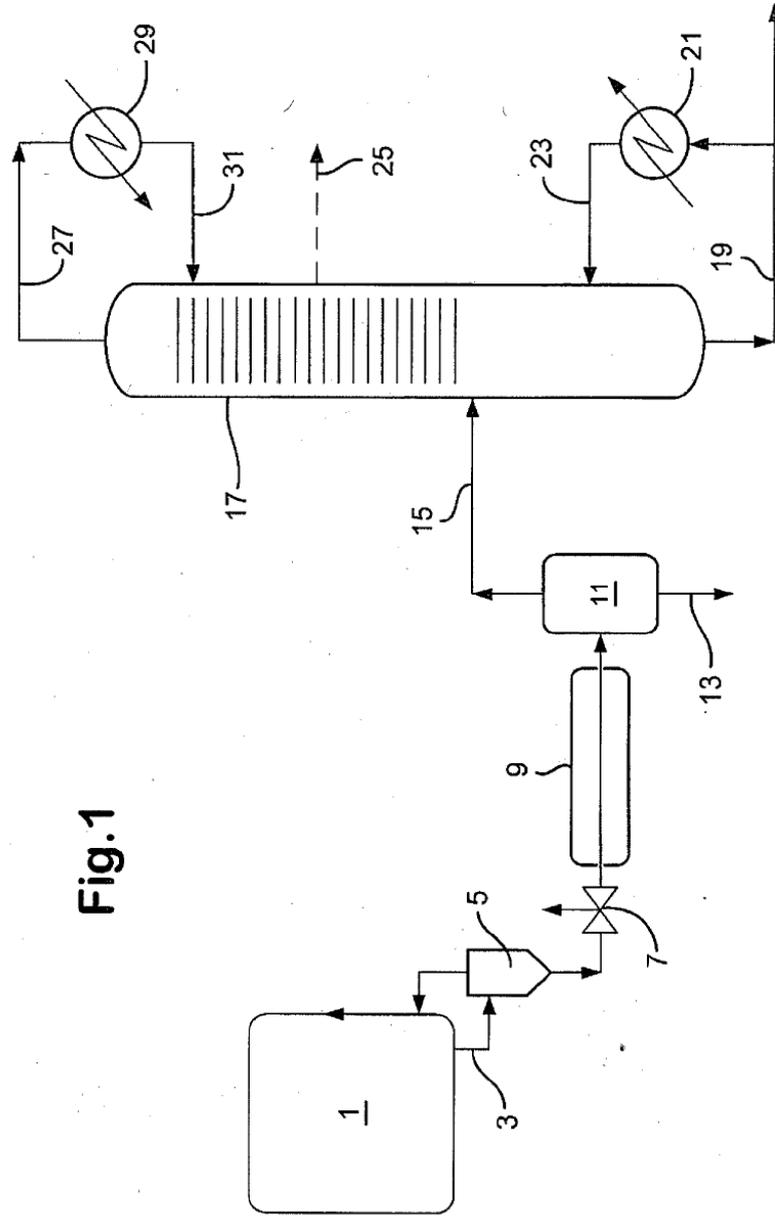
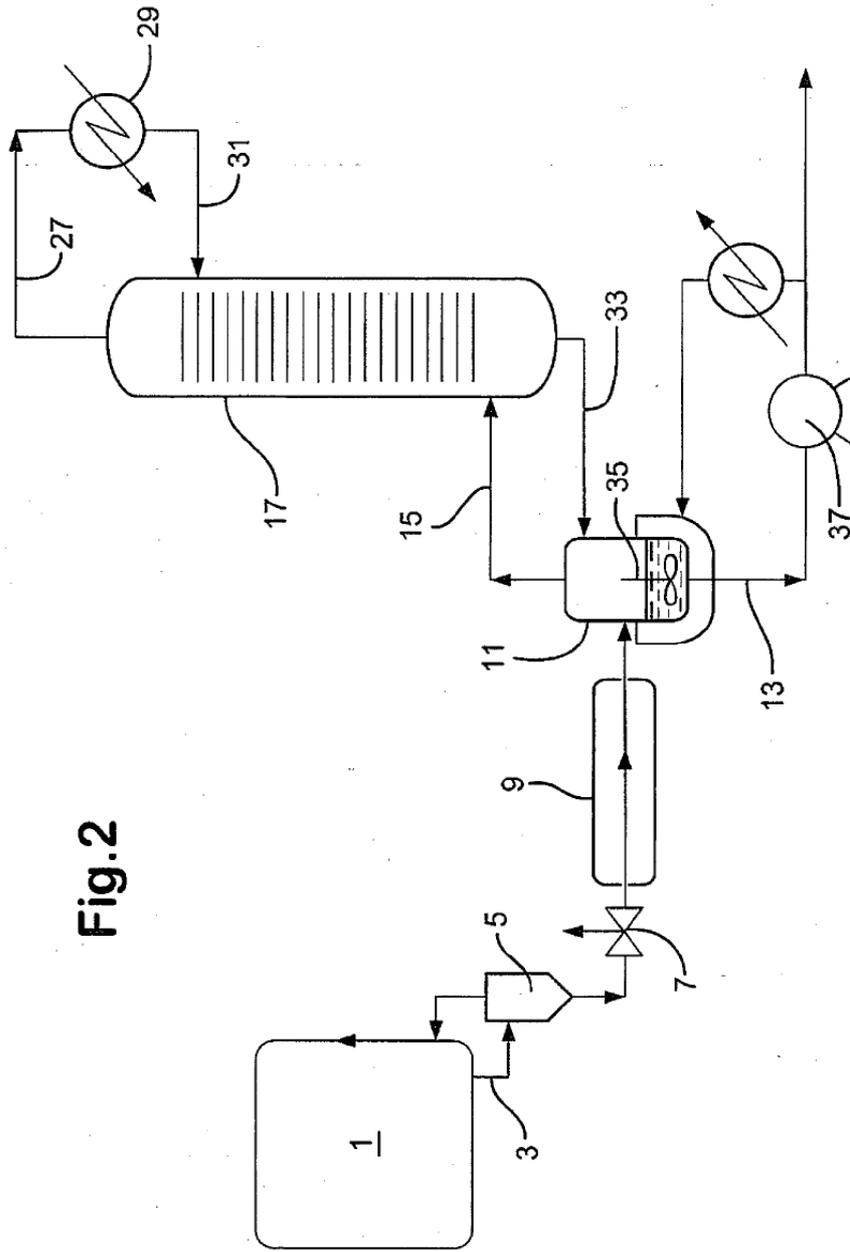


Fig.1

Fig.2



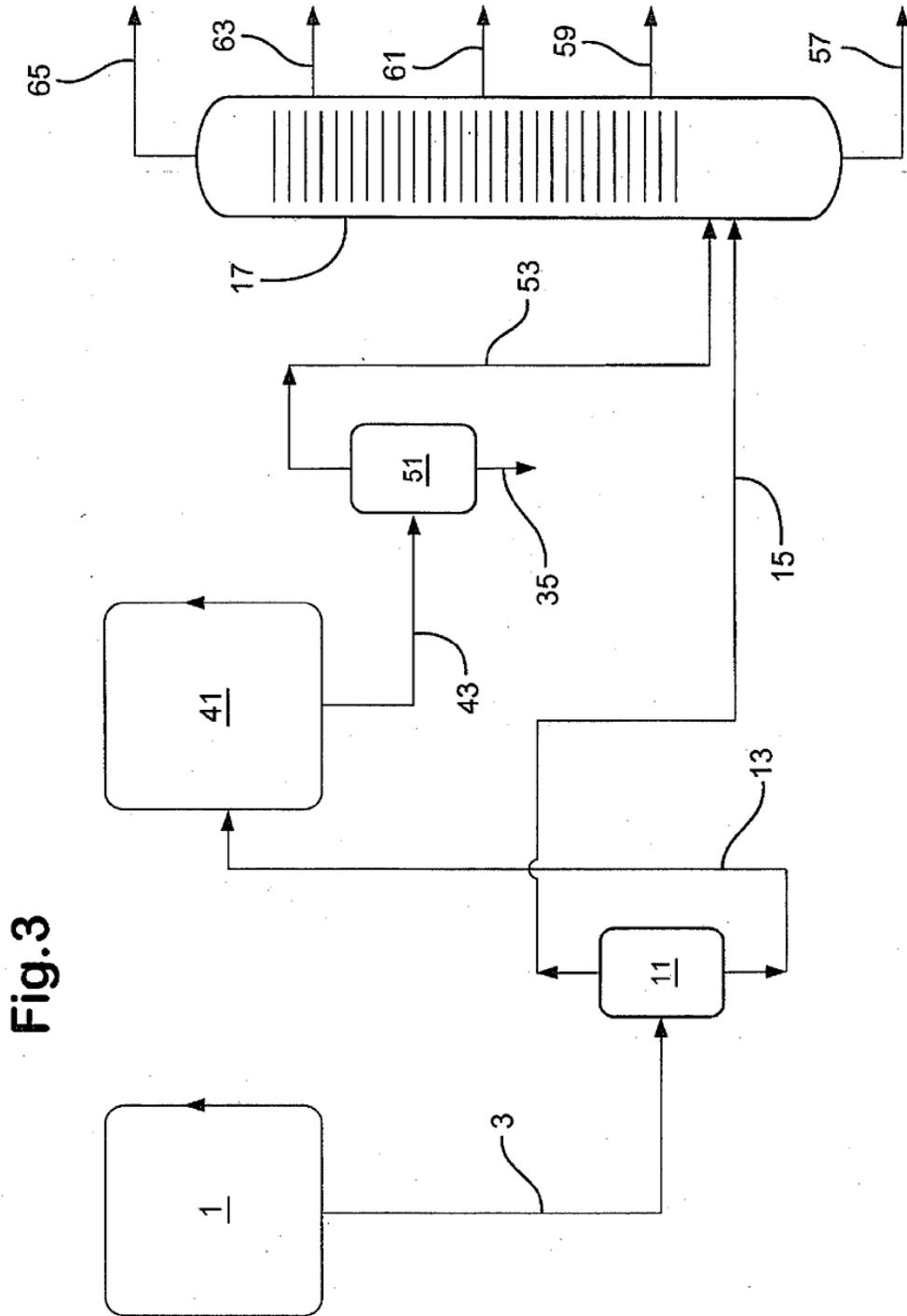


Fig.3

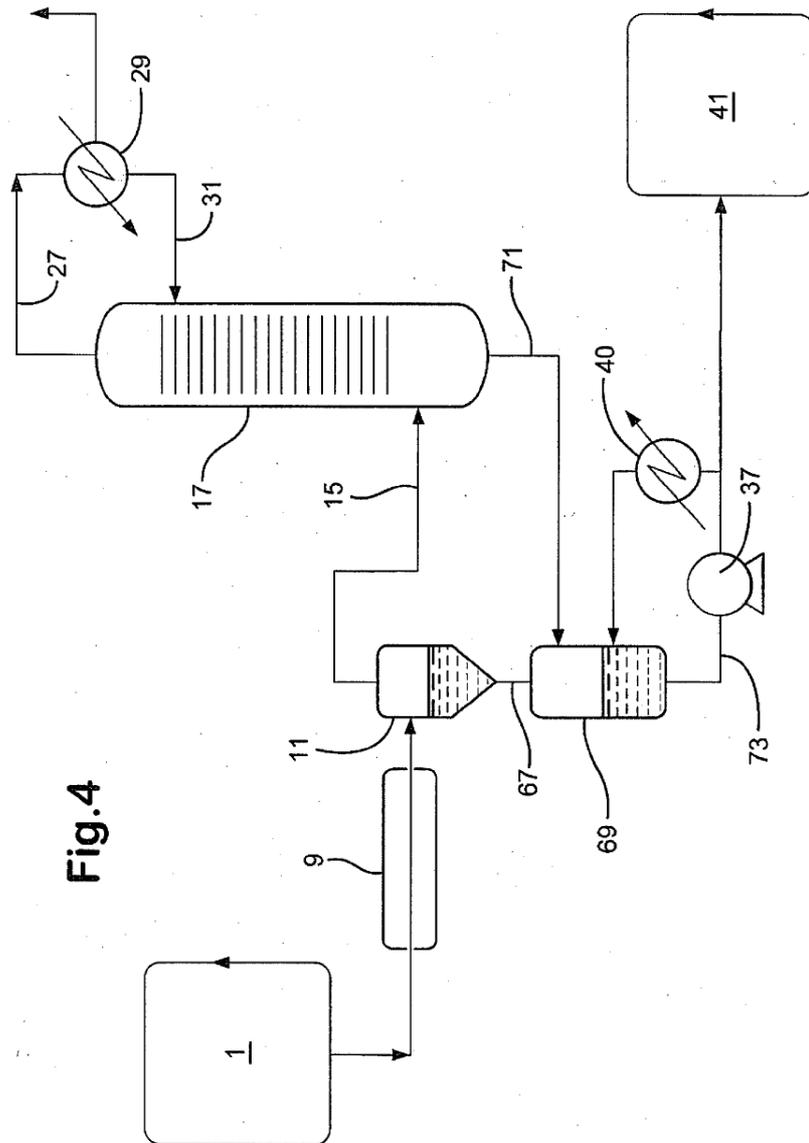


Fig.4