

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 827**

51 Int. Cl.:

B01J 8/22 (2006.01)

C08F 10/02 (2006.01)

C08F 2/01 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2010** **E 10790790 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.11.2014** **EP 2512649**

54 Título: **Procedimiento de supervisión del nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno**

30 Prioridad:

18.12.2009 EP 09179859

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

12.12.2014

73 Titular/es:

**TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY
(100.0%)
Zone Industrielle C
7181 Seneffe, BE**

72 Inventor/es:

**FOUARGE, LOUIS y
BRUSSELLE, ALAIN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 524 827 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 supervisión del nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento de supervisión del nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno y a una vasija de lodos equipada con medios para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en dicha vasija de lodos. La presente invención puede usarse ventajosamente en la fabricación de productos químicos, específicamente en la producción de polietileno.

Antecedentes de la invención

- 10 El polietileno (PE) se sintetiza polimerizado monómeros de etileno ($\text{CH}_2=\text{CH}_2$). Debido a que son baratos, seguros, estables en la mayoría de entornos y fáciles de procesar, los polímeros de polietileno son útiles en muchas aplicaciones. De acuerdo con las propiedades, el polietileno puede clasificarse en varios tipos tales como, aunque sin limitación, LDPE (Polietileno de Baja Densidad), LLDPE (Polietileno de Baja Densidad Lineal) y HDPE (Polietileno de Alta Densidad). Cada tipo de polietileno tiene diferentes propiedades y características.

- 15 Las polimerizaciones de etileno se realizan frecuentemente en un reactor de bucle usando monómero de etileno, diluyente líquido y catalizador, opcionalmente uno o más comonómeros e hidrógeno. La polimerización en un reactor de bucle normalmente se realiza en condiciones de suspensión, produciéndose el polímero normalmente en forma de partículas sólidas que se suspenden en el diluyente. La suspensión en el reactor se hace circular continuamente con una bomba para mantener una suspensión eficaz de las partículas sólidas de polímero en el diluyente líquido. La suspensión de polímero se descarga del reactor de bucle mediante ramas de sedimentación que funcionan
20 siguiendo un principio discontinuo para recuperar la suspensión. La sedimentación en las ramas es usada para incrementar la concentración de sólidos de la suspensión finalmente recuperada como suspensión producto. La suspensión de producto se descarga adicionalmente a través de líneas de evaporación instantánea calentadas a un tanque de evaporación instantánea, donde se evapora y recicla la mayor parte del diluyente y los monómeros no reaccionados.

- 25 Como alternativa, la suspensión de producto puede alimentarse a un segundo reactor de bucle conectado en serie al primer reactor de bucle, en el que puede producirse una segunda fracción de polímero. Típicamente, cuando se emplean dos reactores en serie de esta manera, el producto de polímero resultante es un producto de polímero bimodal, que comprende una primera fracción de polímero producida en el primer reactor y una segunda fracción de polímero producida en el segundo reactor, y tiene una distribución bimodal del peso molecular.

- 30 Después de que el producto de polímero se recoja del reactor y se retiren los residuos de hidrocarburo, el producto de polímero se seca, pueden añadirse aditivos y, finalmente, el polímero puede ser extruida y granulada.

- 35 Durante el procedimiento de extrusión se mezclan íntimamente los ingredientes incluyendo el producto de polímero, aditivos opcionales etc. para obtener un compuesto tan homogéneo como sea posible. Normalmente, esta mezcla se realiza en una extrusora en la que los ingredientes se mezclan entre sí y el producto de polímero y, opcionalmente algunos de los aditivos, se funden de manera que pueda ocurrir la mezcla íntima. El fundido se extruye después en una barra, se enfría y se granula por ejemplo para formar gránulos. En esta forma el compuesto resultante puede usarse después para la fabricación de diferentes objetos.

- 40 La polimerización de etileno implica la polimerización de monómero de etileno en el reactor en presencia de un catalizador de polimerización y, opcionalmente, según se requiera dependiendo del catalizador usado, un agente de activación. Los catalizadores adecuados para la preparación de polietileno comprenden catalizadores de tipo cromo, catalizadores de Ziegler-Natta y catalizadores de metalloceno. Típicamente, el catalizador se usa en forma de partículas. El polietileno se produce como una resina/polvo con una partícula dura de catalizador en el núcleo de cada grano del polvo.

- 45 Se han desvelado varios sistemas que implican la preparación y el suministro de la suspensión de catalizador a una reacción de polimerización. En general, para preparar una suspensión de catalizador, una mezcla de catalizador en forma de partículas sólidas secas y diluyente se distribuye en un recipiente de mezcla catalítica y se mezcla minuciosamente. Después, tal suspensión de catalizador se transfiere típicamente a un reactor de polimerización para el contacto con los reactantes monoméricos, generalmente en condiciones de alta presión.

- 50 Se sabe en la técnica que para la producción de polímeros de etileno que tengan propiedades adecuadas es importante controlar las condiciones de reacción durante la polimerización, incluyendo temperaturas de reacción, concentración de reactantes etc. Las reacciones de polimerización también son sensibles a la cantidad y el tipo de catalizador utilizado. La subdosificación de un catalizador conduce a un procedimiento de polimerización insuficiente y anti-económico. La sobredosificación de un catalizador puede conducir a reacciones descontroladas peligrosas.

- 55 En vista de lo anterior, sigue habiendo una necesidad en la técnica para asegurar que está disponible una cantidad adecuada de catalizador para la polimerización de etileno. La presente invención pretende proporcionar un

procedimiento que permita que un procedimiento de preparación de catalizador pueda mejorarse adicionalmente. Más en particular, la presente invención pretende proporcionar un procedimiento para supervisar el nivel de un catalizador de polimerización de etileno en una suspensión preparada a partir de un catalizador y un diluyente.

Sumario de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en una vasija de lodos, como se proporciona mediante la reivindicación 1. Específicamente, la presente invención proporciona un procedimiento para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en una vasija de lodos, mediante el cual dicha suspensión de catalizador se prepara introduciendo un catalizador sólido y un diluyente líquido en dicha vasija de lodos, y mediante el cual, por
- 10 sedimentación, se forma una interfaz entre dicho diluyente y la suspensión de catalizador obtenida, caracterizado por que dicha interfaz se supervisa con Reflectometría en el Dominio del Tiempo. La supervisión del nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en una vasija de lodos permite seguir el nivel de llenado de catalizador y diluyente durante la preparación de dicha suspensión. Permite también que no se sobrepase un valor diana, por ejemplo el rebosamiento de diluyente en un recipiente.
- 15 En un segundo aspecto la presente invención se refiere al uso de una vasija de lodos provista de medios de medición para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador en dicha vasija de lodos, como se proporciona mediante la reivindicación 8. Este dispositivo es ventajoso para obtener preparaciones de catalizador más eficaces y fiables en una planta de producción de polietileno.
- 20 Estos y otros aspectos y realizaciones de la invención se explican adicionalmente en las siguientes secciones y en las reivindicaciones, ilustrándose mediante ejemplos no limitantes.

Breve descripción de las figuras

- La **Figura 1** ilustra esquemáticamente una forma troncocónica.
- La **Figura 2** ilustra esquemáticamente una vasija de lodos de acuerdo con una realización de la invención.
- 25 La **Figura 3** ilustra esquemáticamente los principios de medición de la Reflectometría en el Dominio del Tiempo para medir el nivel de una interfaz sólido/líquido y el nivel de una interfaz líquido/gas de acuerdo con una realización de la invención.
- La **Figura 4** ilustra esquemáticamente un sistema de preparación de catalizador para alimentar un reactor de polimerización de etileno usando una vasija de lodos de acuerdo con una realización de la invención.
- 30 La **Figura 5** ilustra esquemáticamente un sistema de preparación de catalizador para alimentar un reactor de polimerización de etileno usando dos vasijas de lodos de acuerdo con las realizaciones de la invención.

Descripción detallada de la invención

- Las expresiones "que comprende", "comprendiendo" y "comprendido de" como se usan en el presente documento son sinónimos de "que incluye", "incluyendo" o "que contiene", "conteniendo" y son inclusivas o de extremo abierto, y no excluyen miembros, elementos o etapas del procedimiento adicionales y no citadas.
- 35 Las expresiones "que comprende", "comprendiendo" y "comprendido de" incluyen también el término "que consiste en".
- La cita de intervalos numéricos con puntos finales incluye todos los números y fracciones incluidos dentro de los intervalos respectivos, así como los puntos finales citados.
- 40 El término "aproximadamente" como se usa en el presente documento cuando se refiere a un valor medible tal como un parámetro, una cantidad, una duración temporal y similares pretende abarcar variaciones de $\pm 10\%$ o menor, preferentemente $\pm 5\%$ o menor, más preferentemente $\pm 1\%$ o menor y aún más preferentemente $\pm 0,1\%$ o menor y a partir del valor especificado, en tanto que tales variaciones sean apropiadas de realizar en la invención desvelada. Debe entenderse que el valor al que se refiere el modificador "aproximadamente" también se desvela específica y preferentemente por sí mismo.
- 45 A menos que se defina de otra manera, todos los términos usados para desvelar la invención, incluyendo términos técnicos y científicos, tienen el significado entendido habitualmente por un experto habitual en la materia a la que pertenece la presente invención. Como guía adicional, las definiciones para los términos usados en la descripción se incluyen para apreciar mejor las enseñanzas de la presente invención.
- 50 La referencia a través de esta memoria descriptiva a "una realización" o "la realización" significa que un elemento, estructura o característica particular descritos en relación con la realización está incluida en al menos una realización de la presente invención. De esta manera, los aspectos de las frases "en una realización" o "en la realización" en diversos lugares a lo largo de la presente memoria descriptiva no necesariamente todos se refieren a la misma

realización, aunque podrían. Adicionalmente, los elementos, estructuras o características particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada, como resultará evidente para un experto en la materia a partir de esta divulgación, en una o más realizaciones. Adicionalmente, aunque algunas realizaciones descritas en el presente documento incluyen algunos elementos, aunque no otros, incluidos en otras realizaciones, se pretende que las combinaciones de elementos de diferentes realizaciones estén dentro del alcance de la invención y formen diferentes realizaciones, como entenderán los expertos en la materia. Por ejemplo, en las siguientes reivindicaciones, puede usarse cualquiera de las realizaciones reivindicadas en cualquier combinación.

La presente invención se refiere a un procedimiento novedoso para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno.

Como se usa en el presente documento, el término **"supervisar"** se refiere a vigilar, comprobar u observar para un fin especial. En la presente invención es especialmente aplicable a la supervisión de un nivel de un catalizador o un nivel de un diluyente.

Como se usa en el presente documento, el término **"nivel"** se refiere a una línea o superficie aproximadamente horizontal o superficial tomada como índice de altitud. En la presente invención es especialmente aplicable a la medición de una línea o superficie sustancialmente horizontal formada respectivamente por un catalizador sólido y un diluyente líquido.

Como se usa en el presente documento, la expresión **"suspensión de catalizador de polimerización de etileno"** se refiere a partículas sólidas de catalizador de polimerización de etileno comprendidas en un diluyente líquido adecuado para la polimerización de etileno.

Como se usa en el presente documento, el término **"suspensión"** se refiere a una composición que comprende partículas sólidas de catalizador y un diluyente. Las partículas sólidas pueden suspenderse en el diluyente, ya sea espontáneamente o por técnicas de homogeneización, tales como mezclado. Las partículas sólidas pueden distribuirse de forma no homogénea en un diluyente y formar un sedimento o depósito. En la presente invención es especialmente aplicable a partículas sólidas de un catalizador de polimerización de etileno en un diluyente líquido. Estas suspensiones se denominarán suspensiones de catalizador de polimerización de etileno.

Mediante la expresión **"partículas sólidas"** se entiende un sólido proporcionado como un conjunto de partículas, tal como por ejemplo un polvo o granulado. En la presente invención es especialmente aplicable a un catalizador proporcionado sobre un elemento de sustentación o soporte. El soporte preferentemente es un soporte de sílice (Si).

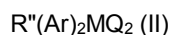
Como se usa en el presente documento, el **"catalizador"** se refiere a una sustancia que provoca un cambio en la velocidad de una reacción de polimerización sin consumirse ella misma en la reacción. En la presente invención es especialmente aplicable a catalizadores adecuados para la polimerización de etileno a polietileno. Estos catalizadores se denominarán catalizadores de polimerización de etileno. La invención es adecuada para catalizadores heterogéneos soportados. La presente invención es especialmente aplicable a catalizadores de polimerización de etileno tales como catalizadores de metaloceno y catalizadores de cromo.

La expresión **"catalizador de metaloceno"** se usa en el presente documento para describir cualquier complejo de metal de transición que consista en átomos de metal unidos a uno o más ligandos. Los catalizadores de metaloceno son compuestos de metales de transición del Grupo IV de la Tabla Periódica tales como titanio, zirconio, hafnio, etc., y tienen una estructura coordinada con un compuesto metálico y ligandos compuestos de uno o más grupos de ciclopentadienilo, indenilo, fluorenilo o sus derivados. El uso de catalizadores de metaloceno en la polimerización de olefinas tiene diversas ventajas. Los catalizadores de metaloceno tienen altas actividades y son capaces de preparar polímeros con propiedades físicas potenciadas en comparación con los polímeros preparados usando catalizadores de Ziegler-Natta. La clave para los metalocenos es la estructura del complejo. La estructura y geometría del metaloceno puede variarse para adaptarse a la necesidad específica del productor, dependiendo del polímero deseado. Los metalocenos comprenden un único sitio en el metal, que permite un mayor control de la ramificación y la distribución de peso molecular del polímero. Los monómeros se insertan entre el metal y la cadena en crecimiento de polímero.

En una realización preferida, el catalizador de metaloceno tiene una fórmula general (I) o (II):



o



en las que los metalocenos de acuerdo con la fórmula (I) son metalocenos no enlazados por puente y los metalocenos de acuerdo con la fórmula (II) son metalocenos enlazados por puente;
en las que dicho metaloceno de acuerdo con la fórmula (I) o (II) tiene dos Ar unidos a M que pueden ser iguales o diferente entre sí;

en las que Ar es un anillo, grupo o resto aromático y en las que cada Ar se selecciona independientemente del grupo

que consiste en ciclopentadienilo, indenilo (IND), tetrahidroindenilo (THI) o fluorenilo, en las que cada uno de dichos grupos puede estar opcionalmente sustituido con uno o más sustituyentes cada uno seleccionado independientemente del grupo que consiste en halógeno, un hidrosililo, un grupo SiR_3 en el que R es un hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y en el que dicho hidrocarbilo opcionalmente contiene uno o más átomos seleccionados del grupo que comprende B, Si, S, O, F, Cl y P;

en las que M es un metal de transición seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, hafnio y vanadio; y preferentemente es zirconio;

en las que cada Q se selecciona independientemente del grupo que consiste en halógeno; un hidrocarboxi que tiene de 1 a 20 átomos de carbono; y un hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y en las que dicho hidrocarbilo opcionalmente contiene uno o más átomos seleccionados del grupo que comprende B, Si, S, O, F, Cl y P; y

en las que R" es un grupo o resto divalente que une los dos grupos Ar y está seleccionado del grupo que consiste en un alquileo $\text{C}_1\text{-C}_{20}$, un germanio, un silicio, siloxano, una alquifosfina y una amina, y en las que dicho R" está opcionalmente sustituido con uno o más sustituyentes cada uno seleccionado independientemente del grupo que consiste en halógeno, un hidrosililo, un grupo SiR_3 en el que R es un hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y un hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono y en las que dicho hidrocarbilo opcionalmente contiene uno o más átomos seleccionados del grupo que comprende B, Si, S, O, F, Cl y P.

La expresión "hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono" como se usa en el presente documento pretende hacer referencia a un resto seleccionado del grupo que comprende un alquilo $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ lineal o ramificado; cicloalquilo $\text{C}_3\text{-C}_{20}$; arilo $\text{C}_6\text{-C}_{20}$; alquilarilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ y arilalquilo $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ o cualquier combinación de los mismos. Los grupos hidrocarbilo ejemplares son metilo, etilo, propilo, butilo, amilo, isoamilo, hexilo, isobutilo, heptilo, octilo, nonilo, decilo, cetilo, 2-etilhexilo y fenilo. Los átomos de halógeno ejemplares incluyen cloro, bromo, flúor y yodo y de estos átomos de halógeno se prefieren flúor y cloro. Son grupos alquileo ejemplares metilideno, etilideno y propilideno. Los grupos hidrocarboxi ejemplares son metoxi, etoxi, propoxi, butoxi y amiloxi. Los grupos alquileo ejemplares son metilideno, etilideno y propilideno.

Los ejemplos ilustrativos de catalizadores de metaloceno comprenden, aunque sin limitación, dicloruro de bis(ciclopentadienil) zirconio (Cp_2ZrCl_2), dicloruro de bis(ciclopentadienil) titanio (Cp_2TiCl_2), dicloruro de bis(ciclopentadienil) hafnio (Cp_2HfCl_2); dicloruro de bis(tetrahidroindenil) zirconio, dicloruro de bis(indenil) zirconio y dicloruro de bis(n-butil-ciclopentadienil) zirconio; dicloruro de etilenbis(4,5,6,7-tetrahidro-1-indenil) zirconio, dicloruro de etilenbis(1-indenil) zirconio, dicloruro de dimetilsililen bis(2-metil-4-fenil-inden-1-il) zirconio, dicloruro de difenilmétilen (ciclopentadienil)(fluoren-9-il) zirconio y dicloruro de dimetilmétilen [1-(4-terc-butil-2-metil-ciclopentadienil)](fluoren-9-il) zirconio.

Los catalizadores de metaloceno generalmente se proporcionan sobre un soporte sólido. El soporte debería ser un soporte inerte, que es químicamente no reactivo con cualquiera de los componentes del catalizador de metaloceno convencional. El soporte es preferentemente un compuesto de sílice. En una realización preferida, el catalizador de metaloceno se proporciona sobre un soporte sólido, preferentemente un soporte de sílice.

La expresión "**catalizadores de cromo**" se refiere a catalizadores obtenidos por deposición de óxido de cromo sobre un soporte, por ejemplo un soporte de sílice o aluminio. Los ejemplos ilustrativos de catalizadores de cromo comprenden, aunque sin limitación, CrSiO_2 o CrAl_2O_3 .

Como se usa en el presente documento, la expresión "**diluyente líquido**" se refiere a diluyentes en forma líquida que están en un estado líquido, y son líquidos a temperatura ambiente. Los diluyentes que son adecuados para usarlos de acuerdo con la presente invención pueden comprender, aunque sin limitación, diluyentes de hidrocarburo tales como disolventes de hidrocarburo alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos o versiones halogenadas de tales disolventes. Los disolventes preferidos son hidrocarburos saturados C_{12} o inferior, de cadena lineal o cadena ramificada, hidrocarburos C_5 a C_9 saturados alicíclicos o aromáticos o hidrocarburos C_2 a C_6 halogenados. Los ejemplos ilustrativos no limitantes de disolventes son butano, isobutano, pentano, hexano, heptano, ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano, metil ciclopentano, metil ciclohexano, isooctano, benceno, tolueno, xileno, cloroformo, clorobencenos, tetracloroetileno, dicloroetano y tricloroetano. En una realización preferida de la presente invención, dicho diluyente es isobutano. Sin embargo, queda claro a partir de la presente invención que pueden aplicarse también otros diluyentes de acuerdo con la presente invención.

Mediante la expresión "**polimerización de etileno**" se entiende alimentar a un reactor un reactante que incluye monómero de etileno, un diluyente, un catalizador y opcionalmente un comonómero, un agente de activación y un agente de terminación tal como hidrógeno. Puede obtenerse como resultado un homopolímero o copolímero. El término "**copolímero**" se refiere a un polímero que se fabrica uniendo dos tipos diferentes de la misma cadena polimérica. El término "homopolímero" se refiere a un polímero que se forma uniendo monómeros de etileno en ausencia de comonómeros.

El término "**comonómero**" se refiere a comonómeros de olefina que son adecuados para polimerizar los comonómeros de etileno. Los comonómeros pueden comprender, aunque sin limitación, alfa olefinas $\text{C}_3\text{-C}_{20}$ alifáticas. Los ejemplos de alfa olefinas $\text{C}_3\text{-C}_{20}$ alifáticas incluyen propileno, 1-buteno, 4-metil-1-penteno, 1-hexeno,

1-octeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, 1-octadeceno y 1-eicoseno.

El término "**agente de activación**" se refiere a materiales que pueden usarse junto con un catalizador para mejorar la actividad del catalizador durante la reacción de polimerización. En la presente invención, se refiere particularmente a un compuesto de organoaluminio, que está opcionalmente halogenado, que tiene la fórmula general $\text{AlR}^1\text{R}^2\text{R}^3$ o $\text{AlR}^1\text{R}^2\text{Y}$, en la que R^1 , R^2 , R^3 es un alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y R^1 , R^2 , R^3 pueden ser iguales o diferentes y en la que Y es hidrógeno o un halógeno.

Los inventores han descubierto que las partículas de catalizador sólido introducidas en un diluyente líquido dentro de una vasija de lodos proporcionan un límite sólido-líquido tras la sedimentación de las partículas de catalizador sólido, que podía medirse usando reflectometría, particularmente reflectometría en el dominio del tiempo, más particularmente reflectometría en el dominio del tiempo basada en radar. En consecuencia, el nivel de una suspensión de catalizador en una vasija de lodos pudo supervisarse con una técnica de medición respetuosa con el medio ambiente fácil de instalar y de hacer funcionar.

Como se usa en el presente documento, el término "**reflectometría**" se refiere a la medición de señales reflectantes de superficies. En la presente invención, se refiere particularmente a señales que se reflejan de un límite formado por partículas de catalizador sólido en un diluyente líquido. Más en particular, se refiere a un límite formado por sedimentos de partículas de catalizador de polimerización de etileno en un recipiente para preparar una suspensión de catalizador. Un reflectómetro es un instrumento para medir la reflectividad o reflectancia de las superficies reflectantes. Por reflectometría se entiende reflectometría en el dominio del tiempo y reflectometría en el dominio de la frecuencia. Se prefiere la reflectometría en el dominio del tiempo.

Como se usa en el presente documento, el término "**reflectante**" se refiere a un cambio en la dirección de un frente de onda en y entre dos medios distintos, de manera que el frente de onda vuelva al medio desde el que se originó. Los ejemplos comunes incluyen la reflexión de ondas de luz, sonido y agua. La presente invención, se refiere particularmente a la reflexión de energía electromagnética, particularmente pulsos de baja potencia de energía electromagnética. Por baja potencia se entiende una potencia de como máximo 2 Vatios.

Como se usa en el presente documento, el término "**reflectividad**" se refiere a una medida del procedimiento mediante la cual una superficie o límite puede devolver una porción de radiación incidente al medio a través del cual se aproxima la radiación. En la presente invención, se refiere particularmente al grado mediante el cual un límite sólido-líquido es capaz de reflejar un rayo de energía electromagnética, particularmente un rayo de radar. En particular, dicho límite es entre un diluyente líquido y un catalizador sólido.

En un primer aspecto la presente invención proporciona un procedimiento para supervisar una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en una vasija de lodos, en la cual dicha suspensión de catalizador se prepara introduciendo un catalizador sólido en un diluyente líquido en dicha vasija de lodos, y en el cual se forma por sedimentación una interfaz entre dicho diluyente y la suspensión de catalizador obtenida, caracterizado por que dicha interfaz se supervisa con Reflectometría, preferentemente Reflectometría en el Dominio del Tiempo, más preferentemente Reflectometría de Dominio en el Tiempo basada en radar. En una realización preferida se usa una tecnología de Reflectometría en el Dominio del Tiempo para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador.

Como se usa en el presente documento, la expresión "**vasija de lodos**" ("**mud pot**") se refiere a un recipiente de almacenamiento denominado tanque de lodos o recipiente de lodos que puede contener una suspensión comprendida de catalizador sólido y diluyente líquido.

Como se usa en el presente documento, el término "**interfaz**" se refiere a una superficie que forma un límite común entre dos cosas, tal como dos objetos o líquidos o fases químicas. En particular, en la presente invención, el término interfaz se refiere al límite formado por las partículas de catalizador sólido sedimentadas en el diluyente líquido.

Como se usa en el presente documento, el término "**sedimentación**" se refiere a la deposición de materia por gravitación. Por sedimentación de partículas de catalizador sólido en el diluyente se forma un depósito o sedimento. Los términos depósito y sedimento pueden usarse indistintamente.

Como se usa en el presente documento, el término "**Dominio del Tiempo**" se refiere al análisis de funciones matemáticas o señales físicas con respecto al tiempo. En el dominio del tiempo, se conoce la señal o el valor de la función para todos los números reales, en el caso de tiempo continuo, o en diversos instantes diferentes en el caso de tiempo discreto. Los cambios en la señal con el tiempo pueden describirse mediante un gráfico del dominio del tiempo. Un osciloscopio es una herramienta usada comúnmente para visualizar tal gráfico del dominio del tiempo.

Como se usa en el presente documento, la expresión "**Reflectometría en el Dominio del Tiempo**" se refiere a una medición del tiempo transcurrido y la intensidad de las señales reflejadas sobre un límite usando un reflectómetro. El reflectómetro puede calcular la distancia hasta el límite.

Como se usa en el presente documento, el término "**Reflectometría en el Dominio del Tiempo basada en Radar**" se refiere a la medición del tiempo transcurrido y la intensidad de las señales de radar reflejadas en un límite usando un reflectómetro en el dominio del tiempo basado en radar. El reflectómetro puede calcular la distancia hasta el

límite, convirtiéndolo en una herramienta útil para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno.

En otra realización la técnica de reflectometría usada puede ser Reflectometría en el Dominio de la Frecuencia.

- 5 En una realización de la invención, se transmite un pulso de tiempo de subida corta en una vasija de lodos que contiene partículas de catalizador sólido sedimentadas en un diluyente de hidrocarburo líquido. Al contener las partículas de catalizador sólido, al menos parte de la señal se refleja. La señal reflejada es detectada por un receptor. Desde el receptor la señal se envía a una unidad de procesamiento para calcular la distancia al sedimento de partículas de catalizador sólido. Debido a que la velocidad de propagación de la señal es relativamente constante para un medio de transmisión dado, el pulso reflejado puede leerse como una función de la longitud.
- 10 En la práctica, una suspensión de catalizador se mezcla o agita para proporcionar una mezcla homogénea. Una mezcla homogénea de catalizador en diluyente es fácil de transferir entre los recipientes. La formación de un sedimento se considera evitable, puesto que se cree que el sedimento puede obturar y bloquear las líneas, obstaculizando por tanto gravemente el transporte de un catalizador y prohibiendo posteriormente una dosificación precisa de un catalizador. Sin embargo, los inventores encontraron que la formación de una suspensión que comprende un catalizador sólido sedimentado en un diluyente líquido no impedía obtener una suspensión de catalizador adecuada para su uso en la polimerización de etileno. Los inventores han encontrado que las diferencias en la reflectividad entre una fase de diluyente líquido y una fase que comprende diluyente líquido y partículas de catalizador sólido sedimentadas, puede usarse para supervisar el nivel de catalizador de polimerización de etileno. Permitir que las partículas de catalizador sedimenten en el diluyente proporcionaba un límite con suficiente reflectividad para rebotar la radiación electromagnética. Sin desear quedar ligado a teoría alguna, los inventores creen que la reflectividad se proporciona por el contenido metálico de las partículas de catalizador. Un procedimiento basado en reflectometría se encontró adecuado para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno.
- 15 Los inventores encontraron que el diluyente líquido usado para preparar una suspensión de catalizador era suficientemente reflectante para rebotar al menos parcialmente un rayo de energía electromagnética, por ejemplo como se proporciona mediante un radar. Las señales proporcionadas por el rayo rebotado eran procesables por Reflectometría, más preferentemente Reflectometría en el Dominio del Tiempo, lo más preferentemente Reflectometría en el Dominio del Tiempo basada en radar.
- 20 En una realización preferida de la invención, la Reflectometría en el Dominio del Tiempo también se usa para supervisar el nivel de diluyente líquido. Tras enviar una onda de pulsos electromagnéticos de baja potencia a una vasija de lodos que comprende una suspensión de catalizador, el encuentro de los pulsos con la superficie de líquido generará una primera reflexión parcial de esta onda. Cuando mayor es la constante dieléctrica del diluyente, más grande es este reflejo. A partir de esta onda reflejada puede calcularse el nivel del diluyente líquido. La onda residual continuará hasta que encuentre la interfaz descrita anteriormente formada por las partículas de catalizador sólido y se reflejará de nuevo parcialmente. A partir de la primera reflexión puede calcularse el nivel de diluyente líquido. A partir de esta segunda reflexión, puede calcularse el nivel de catalizador de polimerización de etileno sólido usando esta técnica. De esta manera, pueden supervisarse los cambios tanto en el nivel del catalizador de polimerización de etileno como de diluyente. Esto permite hacer un seguimiento del nivel de diluyente líquido y/o catalizador sólido cuando se llena una vasija de lodos para la preparación de una suspensión de catalizador o cuando se transfiere una suspensión de catalizador desde la vasija de lodos al reactor de polimerización. La presente invención es particularmente aplicable para supervisar el nivel de un catalizador de metaloceno en un diluyente de isobutano. Un catalizador de metaloceno y diluyente de isobutano son ambos suficientemente reflectantes para permitir supervisar sus niveles en una vasija de lodos por reflectometría.
- 25 La suspensión de catalizador se prepara poniendo juntos un diluyente líquido y un catalizador sólido en un recipiente de mezcla en una concentración adecuada para su uso en un reactor de polimerización. Una concentración adecuada para su uso en una reacción de polimerización de etileno preferentemente está comprendida entre el 0,1 % y el 10 %, más preferentemente comprendida entre el 0,5 % y el 5 %, lo más preferentemente entre el 1 % y el 3 %, expresado en peso de catalizador por peso de diluyente.
- 30 En una realización preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, se guían los pulsos electromagnéticos mencionados anteriormente. En una realización más preferida dichos pulsos electromagnéticos se guían mediante al menos dos conductores rígidos o flexibles. Los conductores actúan como una guía para la energía electromagnética. El guiado de los pulsos electromagnéticos de baja potencia mediante dos conductores rígidos o flexibles proporciona una onda guiada que es más fuerte que otras ondas acústicas o electromagnéticas. Es insensible a las influencias medioambientales, tal como a la presencia de espuma, polvo o vapor. Mover las guías a la velocidad de la luz en oposición al sonido o en oposición a la difusión en un recipiente, hace a la onda de pulsos electromagnéticos insensible a la presión y las variaciones de temperatura. Una ventaja adicional es la ausencia de reflexiones interferentes provocadas por la forma de la vasija de lodos cuando se guían los pulsos electromagnéticos.
- 35 40 45 50 55

La presente invención es aplicable a cualquier polimerización en suspensión en un medio líquido. La invención es

particularmente aplicable a polimerizaciones de olefina en un diluyente líquido en las que el polímero resultante sea principalmente insoluble en las condiciones de polimerización. Más particularmente, la invención es aplicable a cualquier polimerización de olefina utilizando un diluyente para producir una suspensión de sólidos poliméricos y diluyente líquido. Los monómeros de olefina adecuados son 1-olefinas que tienen hasta 8 átomos de carbono por molécula y sin ramificación cerca del doble enlace excepto en la posición 4.

En una realización preferida de la invención, la suspensión de catalizador mencionada anteriormente se transfiere a un reactor de polimerización de etileno. En una realización preferida de la invención, la suspensión de catalizador mencionada anteriormente se transfiere a un reactor de copolimerización de etileno.

La invención es particularmente adecuada para la copolimerización de etileno y 1-olefina superior, tal como 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno y 1-deceno. Por ejemplo, los copolímeros que pueden prepararse a partir de etileno y del 0,01 al 10 por ciento en peso, como alternativa del 0,01 al 5 por ciento en peso, como alternativa del 0,1 al 4 por ciento en peso de olefina superior basado en el peso total de etileno y comonómero. Como alternativa, puede usarse suficiente comonómero para dar las cantidades descritas anteriormente de incorporación de comonómero en el polímero. Los diluyentes adecuados para su uso como el medio líquido en un reactor de bucle se conocen bien en la técnica e incluyen hidrocarburos, que son inertes y líquidos en las condiciones de reacción. Los hidrocarburos adecuados incluyen isobutano, propano, n-pentano, i-pentano, neopentano y n-hexano, siendo el isobutano especialmente preferido.

En una realización preferida de la invención, la suspensión de catalizador mencionada adicionalmente se transfiere a un reactor de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle, más preferentemente un reactor de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle en el que se prepara el polietileno bimodal.

La presente invención es particularmente aplicable a cualquier reacción de polimerización de etileno en un reactor de bucle. El denominado reactor de bucle se conoce bien y se describe en Encyclopaedia of Chemical Technology, 3ª edición, vol. 16 página 390. Los detalles adicionales respecto al aparato de reactor de bucle y el procedimiento de polimerización pueden encontrarse en el documento US 2009/0143546. Un reactor de bucle consiste en un tubo largo dispuesto en uno o más bucles, típicamente dos, siendo cada bucle de diez metros de altura. El diámetro de los tubos típicamente es de aproximadamente 60 cm. Tal disposición tiene una relación de área superficial:volumen grande en comparación con una disposición convencional de matraz o tanque. Esto asegura que haya una gran superficie suficiente respecto al recipiente de reacción para permitir el intercambio de calor con el entorno externo, reduciendo de esta manera la temperatura dentro del reactor. Esto es particularmente adecuado para reacciones de polimerización que son exotérmicas y requieren un enfriamiento extensivo. La configuración también es ventajosa puesto que proporciona muchos espacios para la instalación de un sistema de enfriamiento, normalmente camisas de agua. Esto sirve para extraer eficazmente el calor de la superficie del reactor, para aumentar la eficacia de enfriamiento.

Los reactores de bucle pueden estar conectados en paralelo o en serie. La presente invención es particularmente aplicable a un par de reactores de bucle conectados en serie. Cuando los dos reactores se conectan en serie, pueden usarse diferentes condiciones de reacción en los reactores, permitiendo la producción de varios tipos de productos usando la misma instalación. Pueden producirse polímeros bimodales produciendo una fracción de polímero de alto peso molecular en un primer bucle del reactor y una fracción de polímero de bajo peso molecular en un segundo bucle del reactor.

La presente invención es particularmente aplicable a cualquier reacción de polimerización de etileno mediante la cual se transfiere una suspensión de catalizador a un recipiente de mezcla para diluir dicha suspensión de catalizador antes de la inyección en el reactor de polimerización de etileno. El uso de un recipiente de mezcla permite que se prepare una suspensión de catalizador inicial a alta concentración. Esto es ventajoso para ahorrar espacio y, en consecuencia, mantener moderadas las inversiones en equipos para una planta de polímero. El uso de un recipiente de mezcla como intermedio entre la vasija de lodos y el reactor de polimerización también es ventajoso para proporcionar flexibilidad a la preparación de una suspensión de catalizador. Puede diluirse a una concentración deseada justo antes de la inyección en un reactor. La concentración puede ajustarse fácilmente a los requisitos del reactor de polimerización en cualquier momento dado.

En una realización preferida de la invención, la suspensión de catalizador mencionada anteriormente se transfiere a un recipiente de mezcla para diluir dicha suspensión de catalizador a una concentración adecuada para su uso en un reactor de polimerización de etileno, preferentemente un reactor de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle, más preferentemente un reactor de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle en el que se prepara polietileno bimodal.

En una realización preferida de la invención, el catalizador sólido mencionado anteriormente tiene un ángulo de reposo preferentemente menor de 38 grados, más preferentemente menor de 30 grados.

Mediante la expresión "**ángulo de reposo**" como se usa en el presente documento, se entiende el ángulo máximo medido en grados al que una pila de partículas de catalizador sólidas sustancialmente secas retiene su pendiente. El ángulo de respuesta puede medirse, por ejemplo, permitiendo que una cantidad de partículas de catalizador sólido

sustancialmente secas formen un montón. Ocurrirá el deslizamiento de las partículas de manera que se muestra una superficie en pendiente. El ángulo de la superficie libre depende principalmente de la naturaleza del sólido a granel usado. Este ángulo es razonablemente consistente para un sólido a granel dado y se define como el "ángulo de reposo". El ángulo de reposo de un sólido a granel tal como un catalizador sólido proporciona una indicación de su comportamiento de flujo de la siguiente manera, de acuerdo con Bulk Solids Handling, pág. 31:

Ángulo de reposo	Comportamiento de flujo
25-30 grados	Muy fluido
30-38 grados	Flujo libre
38-45 grados	Flujo normal
45-55 grados	Cohesivo
> 55 grados	Muy cohesivo

Los catalizadores de polimerización de etileno con el ángulo de reposo descrito anteriormente formaron espontáneamente una interfaz sustancialmente horizontal cuando se mezclaron con un diluyente y se les dejó sedimentar. Esto es ventajoso para la supervisión de su nivel en una vasija de lodos usando reflectometría de dominio en el tiempo. Permite lecturas precisas y fiables del nivel de suspensión de catalizador de polimerización.

En una realización preferida de la presente invención, el catalizador de polimerización de etileno es un catalizador de flujo libre. Como se usa en el presente documento, la expresión "**catalizador de polimerización de etileno de flujo libre**" se refiere a un catalizador de polimerización de etileno que en su estado sustancialmente seco tiene un ángulo de reposo por debajo de 40 grados, más preferentemente por debajo de 50 grados, lo más preferentemente por debajo de 60 grados. El uso de un catalizador de polimerización de etileno de flujo libre es ventajoso para obtener una suspensión de catalizador de polimerización de etileno de flujo libre. Esto facilita bombear y dosificar la suspensión y, de esta manera, dosificar el catalizador.

Preferentemente, el catalizador de polimerización de etileno usado en la invención es un catalizador de metaloceno o un catalizador basado en cromo. Esta selección es ventajosa puesto que estos catalizadores en su forma sustancialmente seca presentan un pequeño ángulo de reposo. Estos catalizadores son de flujo libre. En una realización preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, el catalizador sólido mencionado anteriormente es un catalizador de flujo libre, preferentemente un catalizador de metaloceno, más preferentemente un catalizador de metaloceno soportado en un soporte, aún más preferentemente un catalizador de metaloceno soportado en sílice, lo más preferentemente un catalizador de metaloceno de un solo sitio soportado en sílice.

En una realización preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, el diluyente líquido mencionado anteriormente es un diluyente de hidrocarburo, preferentemente isobutano. El isobutano es compatible con los disolventes usados en un reactor de bucle. Esto es ventajoso puesto que no se requiere retirar el disolvente antes de la inyección del catalizador en el reactor de polimerización.

En una realización preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, el catalizador de flujo libre mencionado anteriormente es un catalizador de metaloceno y el diluyente líquido mencionado anteriormente es un diluyente de hidrocarburo, preferentemente isobutano. Esto es ventajoso puesto que se descubrió que los catalizadores de metaloceno mezclados con diluyente de isobutano proporcionaban suspensiones de flujo libre. Estas pueden manipularse y transportarse fácilmente. El isobutano es un disolvente relativamente barato. Es relativamente fácil retirar del polietileno mediante medios de lavado con isobutano debido a su punto de ebullición relativamente bajo.

Preferentemente, la dilución de una suspensión de catalizador se obtiene añadiendo diluyente a un conducto que transfiere dicha suspensión de catalizador desde dicha vasija de lodos a dicho tanque de mezcla. Esto es ventajoso puesto que la adición del diluyente a un conducto proporciona limpieza. Enjuagar los conductos con diluyente evita la sedimentación de partículas de catalizador en los conductos. Este es económicamente más eficaz. También es más seguro puesto que evita la exposición de las partículas de catalizador restantes al aire tras la abertura de los conductos para inspección o reparaciones.

Preferentemente, la dilución de la suspensión de catalizador se obtiene diluyendo la suspensión de catalizador de la vasija de lodos mediante un diluyente de hidrocarburo a una concentración entre el 0,1 % y el 10 % en peso. Más preferentemente, la suspensión se diluye en un diluyente de hidrocarburo a una concentración comprendida entre el 0,5 % y el 5 % en peso, más preferiblemente entre el 1 y el 3 % en peso. El recipiente de mezcla preferentemente está provisto de un agitador para mantener la homogeneidad de la suspensión. Esto es ventajoso para la estabilidad de las condiciones del reactor en el reactor de polimerización que recibe dicha suspensión de catalizador diluida. Preferentemente, dicho diluyente para la dilución de la suspensión desde la vasija de lodos es isobutano.

La suspensión de catalizador diluida se extrae del recipiente de mezcla a través de uno o más conductos y se proporciona a través de estos conductos a un reactor de polimerización. Cada conducto está provisto de un medio de bombeo, que controla la transferencia e inyección de la suspensión de catalizador a los reactores. En una realización preferida, dichos medios de bombeo son bombas de membrana. Usar bombas de membrana para transferir una suspensión de catalizador a un reactor de polimerización es ventajoso puesto que permite usar una diferencia de presión entre el recipiente de suspensión de catalizador y el reactor de polimerización. Instalar una menor presión en el recipiente de suspensión de catalizador en comparación con el reactor de polimerización evitará que la suspensión de catalizador se transfiera innecesariamente y/o de una manera descontrolada al reactor de polimerización. Esto proporciona un medio seguro para evitar reacciones descontroladas en el reactor de polimerización.

Preferentemente, se produce un lavado continuo del conducto aguas abajo de la bomba de membrana hacia el reactor mediante medios de lavado con diluyente, preferentemente medios de lavado con isobutano. El conducto aguas arriba de la bomba puede lavarse de forma discontinua mediante medios de lavado con isobutano. Pueden proporcionarse diferentes conductos para conectar el recipiente de mezcla al reactor.

La presente invención es particularmente aplicable para hacer funcionar una vasija de lodos presurizada. Una vasija de lodos puede presurizarse cubriendo la suspensión de catalizador de polimerización de etileno con un gas inerte, tal como nitrógeno. El cubrir la suspensión de catalizador de polimerización de etileno con un gas inerte es ventajoso puesto que evita que las trazas de oxígeno provoquen que las partículas de catalizador sólido reaccionen o que las chispas provoquen que el diluyente explote. La acumulación de presión con un gas inerte en la vasija de lodos es ventajosa puesto que facilita el transporte de la suspensión de polimerización de etileno. Proporciona un efecto pistón. En una realización preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención se obtiene una presión entre 0,4 MPa y 1,6 MPa en la vasija de lodos mencionada anteriormente cubriendo dicha suspensión de catalizador con nitrógeno. En una realización más preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, se obtiene una presión entre 0,7 MPa y 1,1 MPa en la vasija de lodos mencionada anteriormente cubriendo dicha suspensión de catalizador con nitrógeno. En una realización más preferida de un procedimiento de acuerdo con la invención, se obtiene una presión de aproximadamente 0,9 MPa en la vasija de lodos mencionada anteriormente cubriendo dicha suspensión de catalizador con nitrógeno.

En un segundo aspecto la invención se refiere a un dispositivo de preparación de la suspensión de catalizador de polimerización de etileno provisto de un reflectómetro. La presente invención proporciona un dispositivo que posibilita supervisar el nivel del catalizador de polimerización de etileno en una suspensión. El dispositivo está provisto de un medio de supervisión basado en reflectometría, preferentemente un reflectómetro en el dominio del tiempo, más preferentemente un indicador de nivel de radar de reflexión usando Reflectometría en el Dominio del Tiempo. El dispositivo permite el suministro de diluyente y catalizador a una vasija de lodos de una manera controlada. También permite mantener el diluyente, el catalizador y la suspensión de catalizador al nivel de carga deseado.

La cantidad de diluyente puede mantenerse a un nivel sustancialmente constante en la vasija de lodos, preferentemente entre el 80 % y el 90 % del volumen del recipiente. La cantidad de suspensión en la vasija de lodos se mantiene a un nivel sustancialmente constante, rellenado constantemente la vasija de lodos con diluyente y catalizador, una vez que el nivel de la suspensión en la vasija de lodos baja de un nivel adecuado. El dispositivo también permite seguir una disminución o aumento de cualquiera de un nivel de catalizador o un nivel de diluyente. Esto es ventajoso antes del vaciado del recipiente para su limpieza. Un catalizador puede retirarse antes de liberar sustancialmente una vasija de lodos de líquido. Esto es ventajoso para la seguridad operativa.

Específicamente, la presente invención proporciona una vasija de lodos provista de medios de medición para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en dicha vasija de lodos, caracterizada por que dicho medio de medición es un reflectómetro, preferentemente un reflectómetro en el dominio del tiempo, más preferentemente un reflectómetro en el dominio del tiempo basado en radar, tal como por ejemplo un indicador de nivel de radar de reflexión. Los reflectómetros en el dominio del tiempo se conocen bien y están disponibles en el mercado.

Preferentemente, la presente invención proporciona una vasija de lodos provista de un medio de medición para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en dicha vasija de lodos, caracterizada por que dicho medio de medición es un reflectómetro en el dominio del tiempo, en el que dicha vasija de lodos comprende un catalizador sólido y un diluyente líquido que se forma por sedimentación en la interfaz entre dicho diluyente y la suspensión de catalizador obtenida.

Un indicador de nivel de radar de reflexión, por ejemplo, puede usar Reflectometría en el Dominio del Tiempo. Generalmente, un indicador de nivel de radar de reflexión típicamente comprende un medio detector y de conexión. Dicho detector sirve para emitir ondas de pulso electromagnético y para detectar ondas que rebotaron en dicha superficie formada por dicho diluyente o rebotaron de dicha interfaz formada por dicho catalizador de polimerización de etileno depositado en dicho diluyente. Dicho detector está provisto de un medio para calcular el nivel de dicha superficie y/o dicha interfaz en dicha vasija de lodos. Los indicadores de nivel de radar de reflexión están disponibles en el mercado. Un indicador de nivel de radar de reflexión que usa Reflectometría en el Dominio del Tiempo está

disponible por ejemplo en Krohne, Alemania. Puede usarse un dispositivo de acuerdo con una realización de la invención ventajosamente para realizar de forma práctica el procedimiento de la invención. Es una alternativa respetuosa con el medio ambiente respecto al uso de sensores radiactivos.

5 Mediante la expresión "sistema de radar" se entiende un sistema que comprende un transmisor que emite microondas u ondas de radio. Estas ondas están en fase cuando se emiten y cuando entran en contacto con un objeto se dispersan en todas las direcciones. De esta manera, la señal se refleja parcialmente de vuelta y tiene un ligero cambio de longitud de onda (y, de esta manera, de frecuencia) si la diana está en movimiento. El receptor normalmente, aunque no siempre, está en la misma localización que el transmisor. Aunque la señal devuelta normalmente es muy débil, la señal puede amplificarse mediante el uso de técnicas electrónicas en el receptor y en
10 la configuración de antena. Esto posibilita al radar detectar objetos a intervalos donde otras emisiones tales como sonido o luz visible serían débiles de detectar.

Mediante la expresión "vasija de lodos" se entiende un recipiente para la preparación de una suspensión de catalizador. Las vasijas de lodos se conocen bien en la técnica. Una vasija de lodos como la usada por los inventores típicamente tiene un contenido para el almacenamiento de 300 kg de catalizador de metaloceno.

15 Una vasija de lodos como la usada en la invención típicamente tiene una altura de 4,2 m de y típicamente tiene un diámetro de 0,7 m. En una realización preferida de la invención, el cuerpo cilíndrico mencionado anteriormente tiene una relación de longitud a anchura de al menos 3, preferentemente de al menos 4.

En una realización preferida de la invención, una diferencia entre dicho catalizador sólido y dichos diluyentes es suficiente para que funcione la técnica de medición. En una realización más preferida, dicho diluyente y dicho
20 catalizador sólido difieren suficientemente en la constante dieléctrica para permitir la medición por reflectometría.

Dicho medio de conexión es preferentemente una brida. Un reflectómetro puede instalarse fácilmente en una vasija de lodos mediante una brida.

En una realización preferida el reflectómetro, particularmente el indicador de nivel de radar, comprende adicionalmente medios de guía. Preferentemente los medios de guía comprenden al menos dos conductores rígidos
25 o flexibles proporcionados en forma de un tubo o una barra para guiar ondas de pulsos electromagnéticos. Los medios de guía o guiaondas pueden proporcionarse en forma de una sonda de dos barras, una sonda de dos cables o en forma de una sonda coaxial, que comprende un tubo y un conductor interno. Los medios de guía también denominados guiaondas, son ventajosos para suprimir las influencias medioambientales. Se suprimen las influencias en el entorno de dicha vasija de lodos provocadas, por ejemplo, por turbulencias, espuma, neblinas o vapores químicos y cambios en la concentración de la suspensión. Se evita la distorsión y/o absorción de la onda por
30 neblinas y vapores químicos.

En una realización preferida, dicho tubo o dicha barra están provistos de medios para extender verticalmente dicho tubo o dicha barra desde la parte superior de dicha vasija de lodos a dicha suspensión de catalizador. La presente invención proporciona un dispositivo que es capaz de mantener una alineación vertical dentro de dicha vasija de
35 lodos. Los medios de guía pueden comprender un contrapeso o un dispositivo de fijación mecánica en el extremo más alejado de dicho detector. En una realización más preferida de la invención, el reflectómetro, en particular el indicador de nivel de radar de reflexión, comprende al menos dos conductores rígidos o flexibles proporcionados en forma de un tubo o una barra; de esta manera, dicho tubo o dicha barra se extienden verticalmente desde la parte superior de dicha vasija de lodos en dicha suspensión de catalizador.

40 La brida para conectar el dispositivo a la vasija de lodos preferentemente está situada entre el detector y el medio de guía. Esta configuración proporciona acceso al detector del reflectómetro, en particular el indicador de nivel de radar de reflexión, sin tener que abrir dicha vasija de lodos. La vasija de lodos puede mantenerse presurizada.

En una realización preferida de la invención, el medio mencionado anteriormente es capaz de proporcionar pulsos electromagnéticos preferentemente de 2 nanosegundos, más preferentemente de 1 nanosegundo.

45 En una realización preferida de la invención, el medio de medición mencionado anteriormente es capaz de proporcionar pulsos electromagnéticos preferentemente con una potencia de como máximo 2 vatios, más preferentemente como máximo 1 vatio, lo más preferentemente como máximo 100 mV. Un medio de medición en el que la potencia del pulso electromagnético transmitido es como máximo 2 vatios es ventajoso puesto que permite el uso de interruptores de capacidad de potencia limitada en el dispositivo de medición. Los interruptores de capacidad
50 de potencia limitada son interruptores que están restringidos para manipular potencias bajas, típicamente por debajo de 2 vatios. La ventaja de tales interruptores es que pueden hacerse muy pequeños, típicamente sin partes móviles. Tales interruptores son capaces de manipular tiempos de interrupción muy cortos que permiten la construcción de un reflectómetro en el dominio del tiempo con una zona muerta corta. Mediante el término zona muerta se entiende la zona en la que la distancia a medir es demasiado corta para ser registrada por el medio de medición. Esto
55 corresponde a la distancia cubierta por la señal transmitida por el medio de medición durante el tiempo requerido para interrumpir el interruptor. La invención proporciona una vasija de lodos equipada con un reflectómetro en el dominio del tiempo, en el que la zona muerta es preferentemente entre 150 mm y 300 mm. Otra ventaja es que un medio de medición basado en pulso electromagnético de baja potencia, mediante el cual dicha potencia es como

máximo 2 vatios, permite registrar e indicar la superficie y la interfaz de diluyentes inflamables tales como isobutano y una sustancia pirofórica tal como los catalizadores de metaloceno, instalados dentro de áreas peligrosas.

Como se usa en el presente documento la expresión "**sustancia pirofórica**" se refiere a una sustancia que se calcinará espontáneamente; es decir, su temperatura de autoignición está por debajo de una temperatura de aproximadamente 25 °C. Los materiales pirofóricos a menudo también son reactivos al agua, y se calcinarán tras entrar en contacto con agua o aire húmedo. Los materiales pirofóricos pueden manipularse de forma segura en atmósferas de argón o nitrógeno. Muchos sólidos pirofóricos se comercializan como soluciones o dispersiones en aceite mineral o disolventes de hidrocarburo más ligeros.

En una realización preferida de la invención, dicha vasija de lodos mencionada anteriormente tiene un cuerpo cilíndrico provisto de una porción inferior troncocónica **36**, preferentemente dicha porción inferior troncocónica tiene un ángulo de apertura α como máximo de 65°, preferentemente de aproximadamente 60°. Como se usa en el presente documento, el término "**troncocónico**" se refiere a una forma geométrica basada en un cono cuya parte superior se ha "cortado", dejando solo su base; como se representa en la **Figura 1**. La parte superior se ha cortado mediante un plano que es horizontal a la base del cono. El volumen V de una forma troncocónica puede calcularse usando la siguiente fórmula (Polytechnisch Zakboek, Reed Business Information, 50e druk, pA2/.34-35):

$$V = \frac{1}{3} \pi h (S_1^2 + S_2^2 + S_1 \times S_2)$$

en la que S1, S2 representan el radio y h la altura

Una configuración troncocónica es particularmente ventajosa para la sedimentación de partículas de catalizador sólido dentro de dicha vasija de lodos y para proporcionar una interfaz sustancialmente horizontal.

En una realización preferida de la invención, la vasija de lodos mencionada anteriormente comprende una entrada de catalizador sólido que es concéntrica con el eje longitudinal central de dicha vasija de lodos. Una configuración mediante la cual una entrada de catalizador sólido está localizada en el centro es ventajosa puesto que proporciona una distribución optimizada del catalizador en el diluyente. Una ventaja adicional en comparación con una entrada que está situada más cerca de una pared de dicha vasija de lodos es que disminuye el contacto potencial con las paredes de la vasija de lodos. Las paredes pueden comprender gotas de agua que quedan atrás después de la limpieza o pueden producir chispas que conducirían a una situación peligrosa en contacto con un material pirofórico, tal como un catalizador de polimerización de etileno.

En una realización preferida de la invención, la vasija de lodos mencionada anteriormente comprende una entrada de diluyente líquido en forma de un tubo, en la que dicho tubo se extiende verticalmente desde la parte superior de dicha vasija de lodos en dicha suspensión de catalizador. Es particularmente ventajoso suministrar diluyente líquido adicional a una vasija de lodos mediante un tubo de tal manera que dicho líquido adicional se introduce por debajo de la superficie formada por el diluyente ya presente en dicha vasija de lodos. Se evita el contacto potencial con las trazas de oxígeno por encima de la superficie de líquido. El salpicado del líquido y las turbulencias disminuyen, mejorando el comportamiento de sedimentación de las partículas de catalizador sólido en el diluyente. La seguridad operativa aumenta.

Los conductos están provistos adicionalmente de un medio de lavado con diluyente, preferentemente un medio de lavado con isobutano ya sea en la entrada, en la salida o en ambos lados de las bombas de membrana. El medio de lavado con isobutano posibilita lavar con isobutano a través del conducto y mantener los conductos y el medio de bombeo sin obstrucciones.

En una realización preferida, se usa tecnología de Reflectometría en el Dominio del Tiempo para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador.

Ejemplos

Los aspectos y realizaciones anteriores están soportados adicionalmente por los siguientes ejemplos no limitantes, como se ilustra mediante las **Figuras 2-5**.

El dispositivo descrito a continuación corresponde a un equipo adecuado para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno. Si hubiera que alimentar dos o más catalizadores (diferentes) al reactor, pueden suministrarse dos o más dispositivos de acuerdo con la presente invención, o puede prepararse una mezcla de catalizador y suministrarse usando un dispositivo de acuerdo con la presente invención. También queda claro que, en el caso de que se usen dos o más reactores, pueden usarse uno o más dispositivos de acuerdo con la invención, para los dos o más reactores, según se desee.

Haciendo referencia a la **Figura 2**, se representa esquemáticamente un dispositivo preferido adecuado para realizar el procedimiento de la invención. El dispositivo comprende una vasija **2** de lodos que tiene un cuerpo **39** cilíndrico y una porción **36** inferior troncocónica, provista de un indicador **80** de nivel de radar. El indicador **80** está dispuesto para realizar mediciones de variables del procedimiento en dicha vasija **2** de lodos, en particular el nivel de la interfaz entre el catalizador y el diluyente **35** en la vasija **2** de lodos. Típicamente, el catalizador tiene una constante

dieléctrica mayor que el diluyente. Este es el caso cuando se usa un catalizador basado en metal. El metal reflejará mejor los pulsos electromagnéticos que el diluyente. Típicamente, tres (o más) materiales están contenidos en dicha vasija **2** de lodos. Típicamente, el primer material es un sólido, el segundo material es un líquido y el tercer material es un gas. Preferentemente, el sólido es un catalizador en polvo o gránulos de catalizador. Una elección preferida de líquido es isobutano. El tercer material preferentemente es una atmósfera de un gas inerte, tal como nitrógeno. Típicamente por tanto el diluyente es suficientemente transparente para un pulso electromagnético, de manera que dicho pulso electromagnético puede alcanzar el límite **35** líquido/sólido.

El indicador **80** puede comprender un transceptor (no mostrado), controlado por un procesador para transmitir y recibir señales electromagnéticas. Las señales pueden ser pulsos CC con una longitud de aproximadamente 2 ns o menor, con una frecuencia del orden de MHz a niveles de potencia promedio en el área de mW o μ W. Como alternativa, los pulsos pueden modularse en una onda portadora de una frecuencia de GHz.

El sistema **80** de indicador de nivel de radar incluye un dispositivo **83** de propagación que se extiende en la vasija **2** de lodos, y está conectado al circuito transceptor. El dispositivo **83** de propagación está dispuesto para actuar como un adaptador, transmitiendo ondas electromagnéticas en la vasija **2** de lodos que se reflejarán mediante una interfaz entre un diluyente y un catalizador **35** de polimerización de etileno en la vasija **2** de lodos. El dispositivo **83** de propagación ilustrado en la **Figura 2** es un guiaondas. Tal guiaondas **83** puede ser una sonda hueca suspendida entre la parte superior e inferior de la vasija de lodos o puede ser una sonda rígida que se extiende dentro de la vasija de lodos. Puede ser una barra sencilla o doble, un tubo coaxial o cualquier otro tipo de guiaondas adecuado.

Debido al entorno en el que se usa el sistema **80** de indicador de nivel de radar, a menudo es necesario proporcionar potencia y comunicación de una manera intrínsecamente segura. Para este fin, puede proporcionarse una barrera segura que asegura que el sistema **80** de indicador de nivel de radar es intrínsecamente seguro, es decir, que la potencia, la corriente y la tensión se mantienen por debajo de límites dados, reduciendo el riesgo de peligro.

Los pulsos transmitidos se reflejan en el interior de la vasija **2** de lodos, por ejemplo contra cualquier superficie o interfaz entre diferentes contenidos, y se alimentan mediante el dispositivo **83** de propagación de vuelta al transceptor. La señal de la vasija de lodos se muestrea y procesa entonces para determinar un resultado de medición basado en una relación entre las ondas transmitidas y recibidas. El resultado de la medición se comunica después externamente al indicador de nivel de radar mediante la interfaz de comunicación. El indicador de nivel de radar se calibra para realizar mediciones de nivel dentro de la región indicada como **95** en la **Figura 2**. Las mediciones no cubren las fluctuaciones de nivel en la zona muerta en la parte superior **94** y la parte inferior **94** de la vasija **2** de lodos.

La entrada **32** de diluyente líquido se proporciona en forma de un tubo que se extiende en el cuerpo **39** cilíndrico de la vasija de lodos. Se proporciona un tubo para la entrada de catalizador **27** en el medio de la parte superior de la vasija de lodos.

Haciendo referencia a la **Figura 3**, se ilustra esquemáticamente una realización preferida para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno con un reflectómetro. Una vasija de lodos se llena con diluyente y catalizador de metaloceno en forma de polvo. La mezcla se deja reposar hasta que las partículas de catalizador sólido han sedimentado. La vasija **2** de lodos está equipada con un indicador **80** de nivel de radar. El indicador **80** está situado en la parte superior de la vasija **2** de lodos mediante una brida **48**. El indicador está provista de un guiaondas. El indicador transmite un pulso **V1** electromagnético a la vasija de lodos. El pulso es guiado a través del guiaondas **83**. El pulso se ve parcialmente reflejado por la superficie del diluyente **34**, preferentemente isobutano, dando como resultado un pulso **V3** al menos parcialmente reflejado. El resto del pulso **V2** continua su trayectoria. El resto del pulso **V2** se refleja mediante la interfaz formada por las partículas **35** de catalizador sedimentadas. Un receptor en el indicador detecta la señal reflejada devuelta por la superficie del diluyente **34** y devuelta por la interfaz del catalizador **35**. El retraso en el tiempo entre la emisión del pulso y la recepción de las reflexiones respectivas se procesa mediante una unidad de procesamiento y cálculo en el indicador **80**. El nivel de la superficie de diluyente y de la interfaz de partícula de catalizador se obtiene a partir de ese cálculo. El tiempo transcurrido entre la emisión del pulso y la recepción de un primer pulso al menos parcialmente reflejado es indicativo del nivel **34** de diluyente (nivel=tiempo/2). El tiempo transcurrido entre la recepción del primer pulso al menos parcialmente reflejado y el segundo pulso B al menos parcialmente reflejado es indicativo de la posición de la interfaz, en particular del nivel de la superficie formada por las partículas **35** de catalizador sedimentadas.

En las **Figuras 4 y 5** se ilustran realizaciones preferidas de un dispositivo de acuerdo con la presente invención. En general, con respecto a su uso en una planta de polimerización de etileno, el dispositivo de acuerdo con la invención comprende una vasija **2** de lodos para preparar una suspensión de catalizador y un recipiente **47** de suministro de catalizador. Preferentemente, la vasija de lodos tiene un cuerpo **39** cilíndrico y una porción **36** inferior troncocónica.

Preferentemente, se usa un catalizador soportado; más preferentemente se usa un catalizador de metaloceno. El catalizador de metaloceno es sólido y generalmente se proporciona en una forma seca en envases disponibles en el mercado.

Preferentemente, se usan recipientes de suministro de catalizador presurizables. Los recipientes presurizables pueden ser adecuados para uso directo y acoplamiento a una entrada proporcionada en la vasija de lodos. Por lo tanto, se prefiere el uso de un recipiente presurizable de mayor tamaño para el transporte y suministro. El recipiente **47** de suministro de catalizador presurizable preferentemente es adecuado para manipular niveles de presión entre 0,11 y 1,6 MPa, preferentemente de aproximadamente 1,0 MPa. La purga en tal recipiente **47** de suministro de catalizador se realiza preferentemente mediante nitrógeno y ventilación a una campana (no ilustrada).

De acuerdo con una realización preferida, el catalizador de metaloceno se proporciona directamente desde el recipiente de **47** de suministro de catalizador en el que se transportó a una vasija **2** de lodos. En una realización preferida, el catalizador puede descargarse del recipiente aplicando una fuerza gravitatoria. En otros medios se proporciona una abertura de salida en dicho recipiente, en el fondo de dicho recipiente, que es adecuada para conectar la abertura de entrada en dicha vasija de lodos.

Se prepara una suspensión de catalizador en la vasija **2** de lodos. La suspensión de catalizador comprende un catalizador sólido en un diluyente de hidrocarburo. Cuando se usa un catalizador de metaloceno, pueden usarse hidrocarburos tales como hexano o isobutano para diluir el catalizador y obtener una suspensión de catalizador. Una desventaja principal de usar hexano como diluyente para preparar el catalizador es que una porción del hexano generalmente acaba en el producto de polímero final, lo que es indeseable. Por otro lado, el isobutano es más fácil de manipular para purificar y reutilizar en el procedimiento de polimerización que el hexano. Por ejemplo, puesto que en el procedimiento de polimerización de etileno se aplica isobutano como diluyente en la reacción, el isobutano usado como diluyente para el catalizador puede reutilizarse fácilmente en el procedimiento de polimerización. Por lo tanto, en una realización preferida, el isobutano se usa como diluyente para el catalizador de metaloceno. En una realización particularmente preferida se usa isobutano puro para preparar el catalizador. El isobutano generalmente está presente en forma gaseosa a una temperatura de aproximadamente 20 °C y a presión atmosférica. En otras, para obtener isobutano líquido para preparar la suspensión de catalizador, es necesario obtener presiones mayores. Por lo tanto, las partículas de catalizador sólido se proporcionan a una vasija **2** de lodos, y posteriormente a un recipiente **3** de mezcla, en el que puede aplicarse una presión en el recipiente de mezcla preferentemente comprendida entre 0,2 y 1,6 MPa y, más preferentemente entre 0,3 y 0,7 MPa y, lo más preferentemente, de 0,5 MPa. El recipiente de mezcla se mantiene totalmente líquido.

Haciendo referencia aún a las Figuras 4 y 5, la transferencia del catalizador de metaloceno desde el recipiente **47** de suministro de catalizador a la vasija **2** de lodos se realiza preferentemente por gravedad. Antes de transferir el catalizador de metaloceno desde el recipiente **47** de suministro de catalizador a la vasija **2** de lodos se permite el acceso de isobutano en la vasija **2** de lodos. La vasija **2** de lodos está provista de una entrada **32** para suministrar este diluyente. El diluyente se carga en la vasija **2** de lodos y el recipiente **47** de suministro de catalizador se vacía. Para evitar que el catalizador permanezca en el recipiente **47** de suministro de catalizador, el recipiente se lava con isobutano, de manera que el catalizador restante se transfiere a la vasija **2** de lodos. La vasija **2** de lodos no se agita mediante un medio agitador de mezcla para permitir que el catalizador de metaloceno sedimente.

Se obtiene una suspensión de catalizador concentrada máxima cuando el catalizador sedimenta en el diluyente. La preparación de la suspensión de catalizador altamente concentrada sedimentada posibilita el uso de vasijas de lodos de pequeño tamaño que mantienen limitados los gastos en inversión.

Después de que la suspensión de catalizador de metaloceno sedimentada se haya preparado en la vasija **2** de lodos, la suspensión de catalizador se transfiere de la vasija **2** de lodos al recipiente **3** de mezcla. La transferencia puede tener lugar manualmente o de forma automática. Preferentemente, la transferencia de la suspensión de catalizador de la vasija **2** de lodos al recipiente **3** de mezcla se realiza mediante los conductos **6**, **7**, **8**, **15** preferentemente controlados por el medio **9** de transferencia. Dicho medio de transferencia preferentemente comprende una válvula **9** dosificadora. Preferentemente, los conductos están provistos de medios **24** de lavado con diluyente. El recipiente de mezcla está provisto de un agitador **25**.

El nivel de suspensión de catalizador en la vasija **2** de lodos se determina mediante un Reflectómetro en el Dominio del Tiempo **80**.

La vasija **2** de lodos preferentemente es suficientemente grande para contener suficiente suspensión de catalizador y suficientemente grande de manera que una capacidad diaria del recipiente es equivalente al tiempo para preparar un nuevo lote. Esto posibilita asegurar la producción continua y la disponibilidad del catalizador en la reacción de polimerización. Además, en otra realización preferida, la presión en la vasija **2** de lodos se mantiene preferentemente por debajo de la presión de reacción, preferentemente entre 0,4 MPa y 1,6 MPa, más preferentemente entre 0,7 MPa y 1,1 MPa, lo más preferentemente a aproximadamente 0,9 MPa.

Con referencia a la Figura 5, los residuos de catalizador pueden enviarse a través de un conducto **29**, **23** que está provisto de una válvula de control, a uno o más recipientes **28** de vertido. La vasija **2** de lodos y el recipiente de mezcla **3** pueden ser vaciadas en unos recipientes **28** de vertido comunes o separados. Preferentemente dicho recipiente **28** de vertido es más grande que la vasija **2** de lodos y el recipiente de mezcla **3**. En el caso de la preparación de un catalizador no adecuado, este puede vaciarse de los recipientes **2**, **3** a estos recipientes **28** de vertido. El recipiente **28** de vertido preferentemente es un recipiente calentado que tiene una camisa de vapor,

donde se evapora el diluyente, es decir, isobutano. La camisa de vapor se prefiere para desorber el isobutano del catalizador sólido. El diluyente evaporado se envía a una unidad de destilación o a una campana. Para evitar la transferencia de fragmentos de catalizador cuando se transfiere el diluyente evaporado, se proporcionan filtros de seguridad con los recipientes de vertido. Los recipientes de vertido están provistos también de medios de control de presión para controlar la presión en dichos recipientes. El residuo de catalizador que queda después de la evaporación del diluyente se retira de los recipientes, preferentemente mediante un sistema de drenaje, proporcionado en el fondo del recipiente, y el residuo retirado se descarga a los tambores y se destruye. El recipiente de vertido está provisto de un agitador **25**.

Dicha suspensión de catalizador se transfiere a un recipiente **3** de mezcla que sirve como recipiente tampón entre la vasija **2** de lodos y un reactor **1** de polimerización. La suspensión de catalizador se bombea continuamente desde el recipiente **3** de mezcla al reactor **1** a través de una o más líneas **4** de conexión. Los detalles de construcción de las válvulas, bombas etc. se han omitido en los dibujos por claridad, estando dentro de las habilidades en la técnica el suministrar los mismos.

Aún con referencia a las Figuras 4 y 5, la suspensión de catalizador de metaloceno se transfiere posteriormente desde el recipiente **3** de mezcla al reactor **1** de polimerización de etileno a través de uno o más conductos **4**. Los conductos **4** preferentemente tienen un diámetro comprendido entre 0,3 y 2 cm y preferentemente entre 0,6 y 1 cm. Cada conducto **4** está provisto de un medio **5** de bombeo, que controla la transferencia e inyección de la suspensión de catalizador de metaloceno en el reactor **1** de polimerización de etileno. En una realización preferida, dichos medios **5** de bombeo son bombas de diafragma. El conducto está provisto adicionalmente de caudalímetros **10**, una válvula **31** bidireccional y medios de lavado con diluyente en la entrada **30** y la salida **33** de los medios **5** de bombeo. En otra realización preferida, dicho reactor **1** es un reactor de doble bucle con dos bucles de reactor conectados en serie.

En la Figura 5, el sistema de catalizador representado está provisto adicionalmente de un sistema de distribución de agente de activación para poner en contacto una cantidad adecuada de agente de activación con la suspensión de catalizador antes de la inyección en el reactor **1**. Comprende una vasija de lodos para almacenar el agente **11** de activación. Está conectado un conducto **4** mediante un conducto **12**. El conducto **4** está provisto de un recipiente **13** de contacto para potenciar el tiempo de contacto del agente de activación con la suspensión de catalizador en los conductos **4**. Los conductos **4** para transferir la suspensión de catalizador al reactor están equipados con una o más válvulas **22**, para inyectar catalizador en el reactor **1**.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de supervisión del nivel de una suspensión de catalizador de polimerización de etileno en una vasija (2) de lodos, en el que dicha suspensión de catalizador se prepara introduciendo un catalizador sólido y un diluyente líquido en dicha vasija (2) de lodos, en el que se forma una interfaz (35) por sedimentación entre dicho diluyente y la suspensión de catalizador obtenida, **caracterizado porque** dicha interfaz (35) se supervisa con reflectometría, preferentemente reflectometría en el dominio del tiempo.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha reflectometría es usada también para supervisar dicho nivel (34) del diluyente líquido en dicha vasija (2) de lodos.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que pulsos electromagnéticos son guiados dentro de dicha vasija de lodos mediante al menos dos conductores (83) rígidos o flexibles.
4. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dicha suspensión de catalizador es transferida a un recipiente (3) de mezcla para diluir dicha suspensión de catalizador a una concentración adecuada para su uso en un reactor (1) de polimerización de etileno, preferentemente un reactor (1) de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle, más preferentemente un reactor de polimerización de etileno provisto de un reactor de doble bucle en el que se prepara polietileno bimodal.
5. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que dicho catalizador sólido es un catalizador de flujo libre, preferentemente un catalizador de metaloceno, más preferentemente un catalizador de metaloceno soportado en un soporte, lo más preferentemente un catalizador de metaloceno soportado en sílice.
6. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicho diluyente líquido es un diluyente de hidrocarburo, preferentemente isobutano.
7. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que una presión entre 0,4 MPa y 1,6 MPa es obtenida en dicha vasija de lodos cubriendo dicha suspensión de catalizador con nitrógeno.
8. Uso de una tecnología de reflectometría en el dominio del tiempo para supervisar el nivel de una suspensión de catalizador en una vasija de lodos, en el que las partículas de catalizador sólido introducidas en un diluyente líquido dentro de dicha vasija de lodos presentan un límite sólido-líquido que, tras la sedimentación de las partículas de catalizador sólido, es medido usando dicha tecnología de reflectometría en el dominio del tiempo.

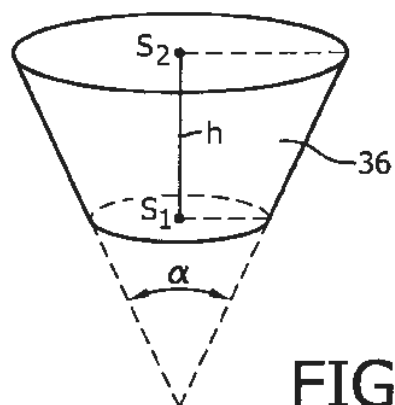


FIG. 1

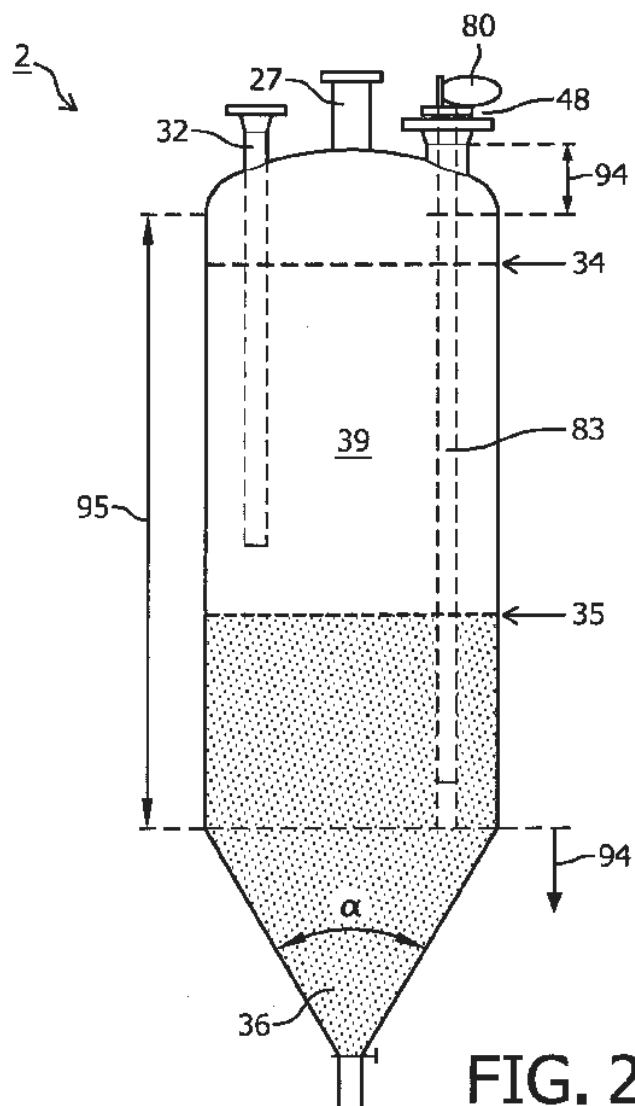


FIG. 2

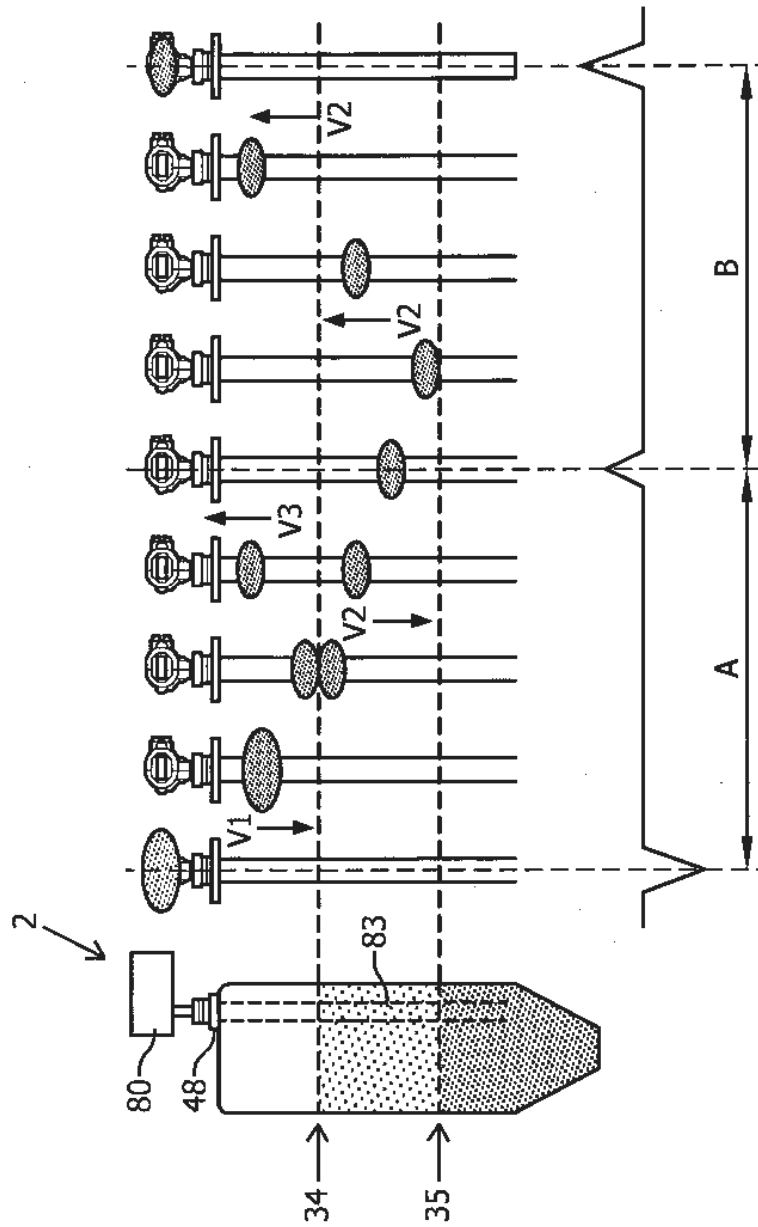


FIG. 3

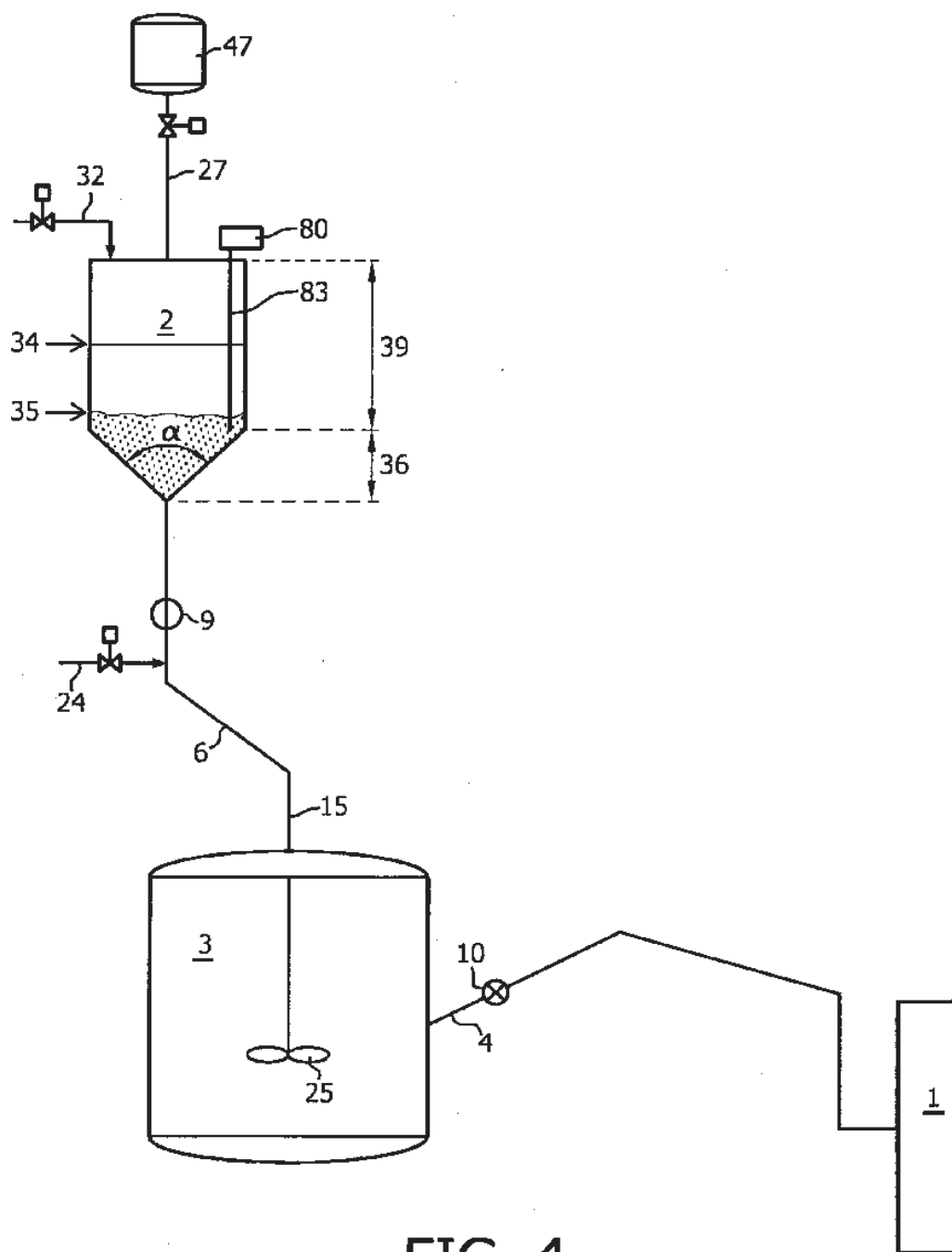


FIG. 4

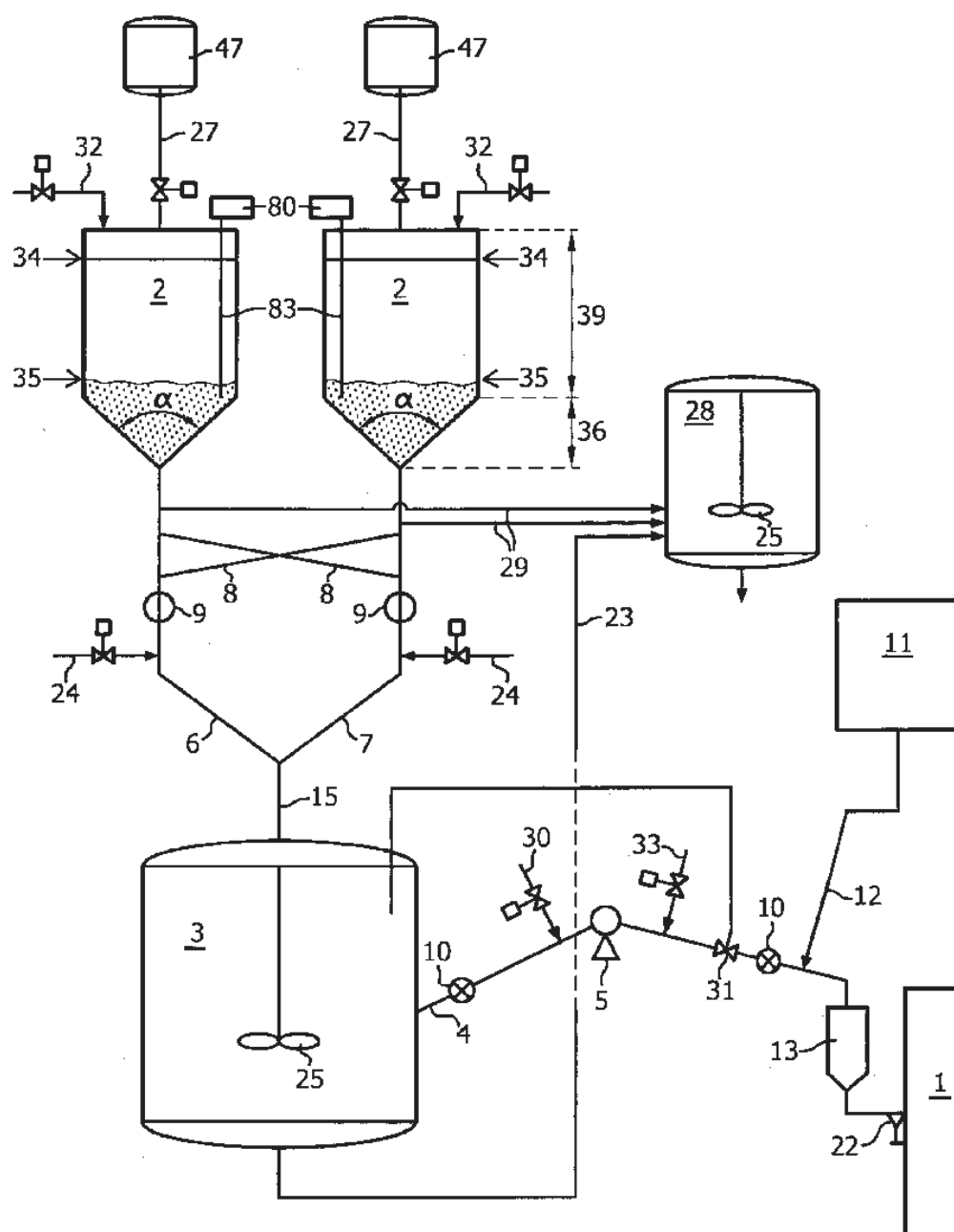


FIG. 5