

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 562 261**

51 Int. Cl.:

**C08F 2/00** (2006.01)

**C08F 2/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2010 E 10779180 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.01.2016 EP 2510018**

54 Título: **Procedimientos y sistemas para controlar el tamaño de partículas de polímero**

30 Prioridad:

**07.12.2009 US 632490**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**03.03.2016**

73 Titular/es:

**CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL COMPANY LP  
(100.0%)  
10001 Six Pines Drive  
The Woodlands, Texas 77380, US**

72 Inventor/es:

**HOTTOVY, JOHN D. y  
HENDRICKSON, GREGORY G.**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 562 261 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

Procedimientos y sistemas para controlar el tamaño de partículas de polímero

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

## 1. Campo de la invención

5 La presente descripción se refiere en general a la producción de polímeros y, más especialmente, a controlar el tamaño de partículas de polímero variando el tamaño de partículas de catalizador basándose en la productividad del catalizador

## 2. Descripción de la técnica relacionada

10 Esta sección pretende introducir al lector en aspectos de la técnica que pueden estar relacionados con aspectos de la presente invención, que se describen y/o reivindican más adelante. Se cree que esta discusión es de utilidad a la hora de proporcionar al lector información sobre antecedentes con el objeto de facilitar una mejor comprensión de los diversos aspectos de la presente invención. Conforme a esto, se sobreentiende que estas afirmaciones deberán ser interpretadas desde este punto de vista y no como admisiones de la técnica anterior.

15 A medida que avanzan las tecnologías químicas y petroquímicas, los productos de estas tecnologías son cada vez más frecuentes en la sociedad. En particular, a medida que han avanzado las técnicas para unir bloques de construcción molecular sencillos en cadenas más grandes (o polímeros), los productos poliméricos, de forma típica en forma de diversos plásticos, se han ido incorporando cada vez más en diversos artículos de la vida cotidiana. Por ejemplo, los polímeros poliolefinicos, tales como el polietileno, polipropileno y sus copolímeros, se usan para el envasado farmacéutico y de venta al por menor, para el envasado de productos alimenticios y de bebidas (tales como zumos y botellas de refrescos), recipientes domésticos (tales como cubos y cajas), artículos domésticos (tales como electrodomésticos, mobiliario, moquetas y juguetes), componentes para automóviles, tuberías, conductos y otros diversos productos de consumo e industriales.

25 Un beneficio de la construcción con poliolefinas, como puede deducirse de la lista de usos anterior, es que en general no son reactivos con los artículos o productos con los que están en contacto, así como con el medio ambiente. Esta propiedad permite que los productos de poliolefinas se usen en muchos contextos residenciales, comerciales e industriales, incluyendo el almacenamiento de alimentos y bebidas y en el transporte, electrónica de consumo, agricultura, embarcaciones y construcción de vehículos. La amplia diversidad de usos residenciales, comerciales e industriales para las poliolefinas se ha traducido en una sustancial demanda de materias primas de poliolefinas, que pueden extrudirse, inyectarse, soplar o conformarse de otros modos en un producto o componente consumible final.

30 La poliolefina materia prima se produce de forma típica a granel en instalaciones petroquímicas, que tienen fácil acceso a monómeros, tales como etileno, que sirven como bloques de construcción molecular de las poliolefinas que van a producirse. La reacción de polimerización en sí misma es exotérmica, o generadora de calor y, de forma típica se lleva a cabo en sistemas cerrados en los que pueden regularse temperatura y presión para producir poliolefinas que tienen las propiedades deseadas.

35 No obstante, en determinadas circunstancias, un reactor de poliolefina puede ensuciarse, tal como cuando el producto polimerizado se forma sobre las paredes del reactor o cuando el producto no puede mantenerse como una suspensión. Dicho ensuciamiento puede dar como resultado una pérdida de transmisión de calor, tal como la debida a una reducción en la circulación o una eficiencia reducida en la interfase del intercambiador de calor, que puede disminuir o anular totalmente la capacidad para mantener la temperatura deseada dentro del reactor. Un ensuciamiento del reactor también puede dar como resultado una reducción en la circulación de los contenidos del reactor y/o una variación del porcentaje deseado de sólidos (medido en volumen o en peso) del efluente del reactor. Hasta el punto de que un reactor pueda dar lugar a desviaciones de las condiciones de reacción deseadas, el producto polimérico producido durante dicho ensuciamiento del reactor puede no cumplir las especificaciones deseadas; es decir, el producto puede estar "fuera de las especificaciones". En situaciones de ensuciamiento extremo o fuera de control, el control de la reacción puede perderse totalmente, y el reactor llegar a obstruirse con el polímero, lo que requiere de una a tres semanas para limpiar, tiempo durante el cual el reactor no puede funcionar.

40 El ensuciamiento del reactor puede producirse debido a una diversidad de diferentes factores, dependiendo del tipo de sistema de polimerización y de las circunstancias. Dependiendo del tipo de ensuciamiento del reactor, las indicaciones externas de que dicho ensuciamiento existe pueden incluir desviaciones de la temperatura de consigna de la reacción o una mayor demanda de sistema de refrigeración para mantener el valor de la temperatura de consigna. De igual modo, un aumento en el diferencial de temperatura entre la temperatura de entrada de refrigerante y la temperatura del reactor puede ser indicativo de ciertos tipos de ensuciamientos del reactor, tales como aquellos que interfieren con la transmisión de calor a través de las paredes del reactor. Otra indicación externa de un ensuciamiento puede ser un aumento en la carga del motor ya que la bomba intenta mantener una velocidad en el reactor suficiente para mantener las partículas de polímero y catalizador suspendidas o intenta compensar la restricción u obstrucción del trayecto del flujo. De igual modo, puede observarse una alta diferencia de presión en la

bomba y puede indicar la presencia de cierto ensuciamiento.

Por ejemplo, el ensuciamiento del copolímero puede producirse cuando la temperatura del reactor cae por encima de la "curva de ensuciamiento", que describe los intervalos de temperatura de reactor adecuada para producir poliolefinas que tengan una densidad deseada. Dicha desviación puede dar como resultado el hinchamiento de las partículas de polímero y una mayor tendencia de las partículas a aglomerarse en partículas mayores, los cuales pueden aumentar el volumen de polímero en el reactor. El mayor porcentaje en volumen de sólidos puede dar como resultado un lecho móvil de polímero en lugar de una suspensión, lo cual disminuye la velocidad de circulación. Para compensar, la bomba de circulación del reactor debe trabajar más para impulsar el fluido y las partículas, dando lugar a una mayor carga del motor y a una mayor diferencia de presión, es decir,  $\Delta P$ .

De igual modo, puede producirse una condición conocida como "ensuciamiento de sólidos" en el que la circulación de los reactantes y producto en el reactor se interrumpe o degrada. Por ejemplo, cuando las concentraciones de sólidos y de etileno en el reactor son demasiado altas, pueden formarse grandes partículas de polímero que pueden obstruir las válvulas de retirada continua u otras válvulas o conductos de salida. Las partículas de polímero grandes también pueden sedimentar en la suspensión en el reactor, donde estas pueden restringir el flujo de suspensión. Además, las partículas de polímero grandes aumentan el porcentaje en volumen de sólidos en el reactor, aumentando la resistencia al flujo de la suspensión y conduciendo a una correspondiente mayor carga del motor y a una mayor  $\Delta P$  puesto que la bomba de circulación del reactor compensa la mayor resistencia.

Un aumento en las partículas finas de polímero, es decir, los "finos" también puede dar como resultado una forma de ensuciamiento. En particular, un mayor número de finos aumenta la viscosidad de la suspensión debido al correspondiente aumento en el área de la superficie de las partículas. Para compensar el aumento en la viscosidad, la bomba de circulación del reactor debe trabajar más, dando lugar a una mayor carga del motor y  $\Delta P$ . En estas situaciones, si la bomba es incapaz de compensar, la transmisión de calor a través de las paredes del reactor puede verse disminuida y/o las partículas de polímero pueden sedimentar en la suspensión.

Otro tipo de ensuciamiento que puede producirse, dependiendo del entorno de la reacción, es el ensuciamiento estático. El ensuciamiento estático está asociado típicamente con partículas de polímero, finos y/o catalizadores que son retenidos en la pared del reactor por electricidad estática. Las partículas de catalizador y el catalizador en las partículas de polímero y finos facilitan la polimerización a lo largo de la pared del reactor, dando lugar a una película o capa de polímero que crece sobre la pared del reactor. A medida que la capa de polímero crece, disminuye la transmisión de calor desde el reactor al refrigerante del reactor. La pérdida de transmisión de calor que se produce por la capa de polímero puede dar como resultado una disminución de la temperatura de refrigerante en la entrada para mantener la capacidad de producción deseada. Como resultado, puede aumentar la diferencia de temperatura, es decir, la variación, entre la temperatura de entrada de refrigerante y la temperatura del reactor. Además, la capa de polímero restringe el flujo de suspensión a lo largo de la pared del reactor, dando lugar a una mayor carga del motor y  $\Delta P$  en la bomba de circulación. En casos extremos, las partículas de polímero y los finos pueden llegar a fundirse entre sí, lo cual puede obstruir el reactor, requiriendo la limpieza del reactor.

Como podría esperarse, un ensuciamiento del reactor puede estar indicado por algunos o todos los factores citados antes. Por ejemplo, una mayor velocidad de transmisión de calor, una mayor diferencia de temperatura, una mayor carga del motor y/o una mayor  $\Delta P$  pueden indicar la presencia o el desarrollo de ensuciamiento en el reactor. Como respuesta a estos indicadores, normalmente se requiere una rápida respuesta para recobrar el control de la reacción. Dependiendo del enfriamiento, tales respuestas pueden incluir ajustar la temperatura del reactor, aumentar la velocidad de adición de diluyente (tal como isobutano), reducir la velocidad de adición de monómero, añadir agentes antiestáticos, y/o reducir la velocidad de adición del catalizador. Si no puede recobrase el control de la reacción, puede ser necesario inactivar o moderar la reacción para evitar que el reactor se obstruya con polímero.

En vista del tiempo de respuesta limitado que puede proporcionarse por los indicadores de ensuciamiento disponibles, puede ser deseable evitar el desarrollo de ensuciamientos. De forma alternativa, hasta el punto en que puedan eliminarse los ensuciamientos, puede ser deseable proporcionar más alertas de un ensuciamiento inminente de modo que puedan emplearse respuestas menos drásticas para abordar el ensuciamiento.

De acuerdo con el documento WO-A-2006026224 se proporcionan técnicas para la prevención de ensuciamiento de reactores en reactores de polimerización. Se proporciona una técnica para limitar el tamaño de partículas de polímero con el fin de prevenir o limitar la aparición de ensuciamientos en el reactor asociados con partículas de mayor tamaño. También se proporciona una técnica para medir la temperatura del reactor en uno o más puntos calientes locales del reactor y para controlar la reacción de polimerización basándose en estas medidas de temperatura. En particular, el control de la reacción puede basarse en la temperatura más caliente, tal que la temperatura más caliente en el reactor se mantenga dentro de la curva de ensuciamiento del reactor. También se describe una técnica para predecir ensuciamientos en el reactor usando análisis estadísticos, tales como análisis de periodograma, para identificar indicadores principales de ensuciamientos inminentes. Pueden llevarse a cabo medidas preventivas tras la identificación de dichos indicadores principales. Además, puede usarse análisis estadístico para identificar catalizadores que tengan menor propensión al ensuciamiento.

El documento EP-A-1859858 describe un proceso que comprende polimerizar en un reactor de bucle de una

5 construcción tubular continua un monómero olefínico opcionalmente junto con un comonómero olefínico en presencia de un catalizador de polimerización en un diluyente para producir una suspensión que comprende polímero olefínico en forma de partículas sólidas y el diluyente, en el que el diámetro interno promedio de al menos un 50 % de la longitud total del reactor es al menos 650 milímetros, la concentración de sólidos en el reactor es al menos 15 % en volumen y que tiene una distribución del tamaño de partículas tal que  $(D_{90}-D_{10})/D_{50}$  es menor de 2.

10 El documento WO-A-2005014681 describe un proceso de producción de polietileno usando un reactor de bucle en suspensión. El proceso incluye usar un modelo matemático para predecir una pluralidad de parámetros de control del proceso basados en las propiedades del producto deseadas y en características del reactor y controlar el proceso usando los parámetros de control del proceso predichos. También se describe un controlador de proceso programado con el modelo y el procedimiento para optimizar la configuración de un reactor de bucle usando el modelo.

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

15 Las ventajas de la invención pueden ser evidentes tras la lectura de la siguiente descripción detallada y con referencia a los dibujos en los que:

La Fig. 1 representa un reactor de bucle en suspensión de acuerdo con la presente técnica;

La Fig. 2 es una tabla que representa intervalos de tamaño de polvos como una función del tamaño de catalizador;

La Fig. 3 es una tabla que representa el tamaño de partículas de catalizador como una función de la productividad de catalizador;

20 La Fig. 4 representa un vista en corte de un segmento de un reactor de poliolefina que incluye una porción de transición de flujo larga, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

La Fig. 5 representa un vista en corte de un segmento de un reactor de poliolefina que incluye un desviador de flujo central, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica;

25 La Fig. 6 representa un vista en corte de un segmento de un reactor de poliolefina que incluye varios rodetes, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica; y

La Fig. 7 es un diagrama de bloques que ilustra etapas en el procesado posterior de poliolefinas producidas en un reactor de polimerización, de acuerdo con un aspecto de la presente técnica.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE REALIZACIONES ESPECÍFICAS

30 A continuación se describirán una o más realizaciones específicas de la presente invención. En un esfuerzo por proporcionar una descripción concisa de estas realizaciones, no todas las características de la implementación real se describen en la memoria descriptiva. Se apreciará que en el desarrollo de cualquiera de tales implementaciones, como en cualquier proyecto de ingeniería o diseño, deben tomarse numerosas decisiones específicas de la implementación para alcanzar los objetivos específicos de los desarrolladores, tales como cumplimiento con las limitaciones relacionadas con el sistema y relacionadas con el negocio, que pueden variar de una implementación a otra. Por otro lado, se apreciará que dicho esfuerzo de desarrollo puede ser complejo y requiere tiempo, pero no obstante sería un compromiso de rutina de diseño, fabricación y manufactura para los expertos en la técnica que tienen el beneficio de esta descripción.

35 Las presentes técnicas se refieren a controlar el tamaño de partículas de polímero de acuerdo con el procedimiento de la reivindicación 1. En particular, las presentes técnicas pueden emplearse para producir partículas de polímero relativamente pequeñas. De acuerdo con el procedimiento, al menos un 70 a 90 por ciento en peso de las partículas de polímero tiene un tamaño de partículas de polímero individual de 100 a 500  $\mu$ . Las partículas de polímero relativamente pequeñas permiten conseguir un mayor nivel de sólidos en el reactor. Para producir las partículas de polímero relativamente pequeñas, puede emplearse un catalizador que tiene un tamaño de partículas relativamente pequeño. Por ejemplo, de acuerdo con determinadas realizaciones, al menos un 81 a 100 por ciento en peso de las partículas de catalizador tiene un tamaño de partículas de catalizador individual menor de 50  $\mu$ . Además, el tamaño de partículas de catalizador puede variar desde aproximadamente 1 a 50  $\mu$ , dependiendo de la productividad del catalizador. En particular, el tamaño de partículas de catalizador para producir las partículas de polímero relativamente pequeñas se calcula usando la productividad del catalizador, tal como la densidad de partículas de catalizador, la densidad de partículas de polímero y el tamaño de partículas de polímero objetivo.

50 Tal como se describe en el presente documento, el tamaño de partículas de polímero y el tamaño de partículas de catalizador se refiere al diámetro de partículas, que se determina por difracción con láser. Por ejemplo, la difracción con láser puede llevarse a cabo de acuerdo con la norma ISO 13320:2009 "Particle Size Analysis - Laser Diffraction Methods". El análisis de difracción con láser supone una forma de partícula esférica; no obstante, debido a que las partículas de polímero y de catalizador no son esferas perfectas, se determina una distribución del tamaño de

partículas en la que el patrón de dispersión predicho para la suma volumétrica de las partículas esféricas se ajusta al patrón de dispersión medido. La distribución del tamaño de partículas muestra la cantidad en volumen de partículas de cada tamaño, o el intervalo de tamaños, y puede usarse para determinar el porcentaje en peso de partículas de un cierto tamaño, o dentro de un intervalo de tamaño específico, por técnicas conocidas por los expertos en la técnica. Un tamaño de partículas promedio puede determinarse entonces como la media del tamaño de partículas promedio de la distribución del tamaño de partículas.

De acuerdo con determinadas realizaciones, puede emplearse un analizador del tamaño de partículas con una detección de longitud de onda dual en el que se determinan medidas de luz roja usando láser de helio-neón y se determinan medidas de luz azul usando una fuente de luz azul de longitud de onda corta en combinación con detección de dispersión hacia delante y de retrodispersión. En determinadas realizaciones, para determinar el tamaño de partículas puede emplearse un Mastersizer 2000 u otro Mastersizer similar, disponibles comercialmente de Malvern Instruments Inc. de Westborough, Massachusetts. En estas realizaciones, el tamaño de partículas puede determinarse analizando tres muestras separadas de aproximadamente 50 milímetros cada una para obtener una distribución del tamaño de partículas completa. Un tamaño de partículas promedio puede determinarse entonces como la media del tamaño de partículas promedio de la distribución del tamaño de partículas.

Las técnicas presentes se implementan en un reactor de bucle en suspensión 10, como se representa en la Fig. 1, que puede usarse para polimerizar polietileno y otras poliolefinas.

Con respecto a la Fig. 1, se representan un reactor de bucle en suspensión 10 ejemplo y un sistema de refrigerante 12. El sistema de refrigerante 12 retira calor del reactor de bucle 10 a través de las camisas del reactor 14. El reactor de bucle 10 está generalmente compuesto de segmentos de tubería conectados por curvas o codos suaves. El reactor 10 puede usarse para llevar a cabo la polimerización de olefinas en condiciones de suspensión en las que partículas insolubles de poliolefina, tal como polietileno, se forman en un medio fluido y se suspenden como suspensión hasta su retirada. El medio fluido puede incluir diluyente (tal como isobutano), etileno, comonómero (tal como hexano), cocatalizadores, agentes de control del peso molecular, y cualquier otro correagentes o aditivos deseados que se añaden al interior del reactor antes de, o durante una reacción de polimerización. Igualmente, puede añadirse un catalizador en forma de partículas al reactor 10, y suspenderse en el medio fluido para iniciar o mantener la reacción de polimerización deseada. El catalizador puede ser cualquier catalizador adecuado para polimerizar los monómeros que están presentes. Un ejemplo de dicho catalizador es óxido de cromo que contiene un cromo hexavalente (o  $\text{Cr}^{+6}$ ) sobre un soporte de sílice, que puede usarse para polimerizar monómeros de etileno.

Un dispositivo motriz, tal como la bomba 16, hace circular la suspensión fluida en el reactor 10. Por ejemplo, la bomba 16 puede ser una bomba de flujo axial en línea con el rodete de bomba 18 dispuesto en el interior del reactor 10 para crear una zona de mezcla turbulenta en el medio fluido. El rodete también puede ayudar a impulsar el medio fluido a través del bucle cerrado del reactor, como se representa por flechas, a una velocidad suficiente para mantener las partículas de sólido, tal como el catalizador o la poliolefina producto, suspendidos en el medio fluido. Por ejemplo, en un reactor de bucle en suspensión que produce polietileno, una velocidad de circulación de 9,4-12,2 m/s (30-40 pies/segundo) es típicamente suficiente para mantener la suspensión del polímero producto y catalizador como una suspensión. El rodete 18 puede ser accionado por un motor 20 u otra fuerza motriz.

Las condiciones de reacción en el reactor 10 pueden seleccionarse para facilitar el grado deseado de polimerización y la velocidad de reacción deseada manteniendo la temperatura por debajo de aquella a la cual el polímero producto estaría en solución y/o se fundiría en presencia del medio fluido. Debido a la naturaleza exotérmica de la reacción de polimerización, las camisas de refrigeración 14 pueden estar provistas alrededor de porciones del sistema de bucle cerrado. Puede hacerse circular un fluido de refrigeración en las camisas de refrigeración 14 según sea necesario para retirar el calor generado y mantener la temperatura dentro del intervalo deseado, tal como entre 65 °C a 121 °C (150 °F a 250 °F) para polietileno.

A medida que transcurre la reacción de polimerización en el reactor 10, el monómero (y comonómero si está presente) polimeriza formando polímeros que son sustancialmente insolubles en el medio fluido a la temperatura de reacción, formando de este modo una suspensión de partículas sólidas en el medio. Las partículas de poliolefina sólidas pueden retirarse a continuación del reactor 10, tal como a través de una rama de sedimentación o una retirada continua 22, y dirigirse a un procesado corriente abajo. En el procesado corriente abajo, la poliolefina descargada del reactor 10 puede extraerse de la suspensión y finalmente conformarse en piezas o productos para su uso personal, comercial y/o industrial.

De forma alternativa, la descarga del reactor 10 puede dirigirse a uno o más reactores de bucle en suspensión adicionales para una posterior polimerización. Los reactores, cuando funcionan en serie con el primer reactor 10, pueden producir resinas bimodales o multimodales, donde en cada reactor se producen resinas que tienen un peso molecular promedio y densidad diferentes. Por ejemplo, en el primer reactor 10, podría producirse un polímero de alto peso molecular, de baja densidad lineal mientras que en el uno o más reactores adicionales puede producirse un polímero de bajo peso molecular, de alta densidad. En otro ejemplo, en el primer reactor 10, puede producirse un polímero de bajo peso molecular, de baja densidad mientras que en el uno o más reactores adicionales puede producirse un polímero de alto peso molecular, de baja densidad lineal. La descarga del uno o más reactores adicionales puede dirigirse a continuación al procesado corriente abajo en el que el polímero puede extraerse de la

suspensión.

Manteniendo la temperatura, presión, porcentaje en peso de sólidos, porcentaje en volumen de sólidos y otras condiciones de reacción en los intervalos deseados y usando un catalizador de polimerización adecuado, la poliolefina producida por el reactor 10 puede tener las propiedades deseadas. Como se ha descrito antes, sin embargo, pueden producirse diversos tipos de ensuciamiento que limitan o disminuir de forma efectiva el control de las condiciones del reactor, tales como la temperatura, la velocidad de circulación de la suspensión y/o el porcentaje de sólidos en la suspensión (en peso o en volumen). Si no se previenen o solucionan, tales ensuciamientos del reactor pueden conducir a resultados económicos y comerciales indeseables, tales como productos fuera de especificaciones y/o períodos de parada del reactor.

#### 10 Prevención de ensuciamientos: Tamaño de partículas del polímero

Por ejemplo, puede originarse ensuciamiento por sólidos por la presencia de partículas de polímero grandes en la mezcla en suspensión. En particular, las partículas de polímero más grandes requieren una mayor velocidad de suspensión para mantenerse suspendidas. La incapacidad para mantener una velocidad de suspensión suficiente permite que las partículas de polímero más grandes sedimenten en la suspensión, conduciendo a un ensuciamiento por sólidos. Por tanto, la tendencia de partículas más grandes a formarse limita la capacidad de transporte de sólidos del reactor 10, lo cual limita a su vez la capacidad de producción final del reactor 10. Por otro lado, como se apreciará por los expertos con conocimientos medios en la técnica, aumentar la capacidad de transportar sólidos del reactor 10 también aumenta la capacidad de funcionamiento del reactor 10 a mayor rendimiento de tiempo espacial, medido en kg de producto polimérico producido por hora por cada litro de volumen de reactor o medidas equivalente. Dicho aumento en el rendimiento del tiempo espacial en combinación con una menor incidencia de ensuciamiento del reactor puede dar como resultado una mayor producción de poliolefina y capacidad de producción en el reactor 10.

Por tanto, para aumentar la capacidad de transporte de sólidos del reactor 10, puede ser deseable producir partículas de polímero en un intervalo de tamaño deseado tal que las partículas de polímero sean más propensas a permanecer suspendidas, permitiendo de este modo que se consiga en el reactor 10 un mayor porcentaje en peso de sólidos. Por ejemplo, un catalizador Englehard Lynx 100, que de media produce partículas menores que las producidas usando un catalizador Davidson 969 MS Chrome, puede usarse para conseguir un mayor nivel de sólidos en un reactor sin inducir ensuciamiento. En este ejemplo, las partículas de polímero producidas por el catalizador Lynx 100 pueden hacerse circular a mayores niveles de sólidos que las partículas de polímero comparables producidas por el catalizador 969 MS.

El intervalo de tamaño de partículas de polímero deseado puede variar dependiendo del polímero producto y de las condiciones de reacción. Para mantener las condiciones de suspensión adecuadas en un reactor de bucle en suspensión que opera en condiciones de reacción tales como las descritas con respecto a la Fig. 1, menos de un 1 % en peso de las partículas de polímero pueden ser mayores de 1500  $\mu\text{m}$  transversalmente. Menos de un 5 % en peso de partículas de polímero pueden ser mayores de 1000  $\mu\text{m}$  transversalmente. Menos de un 0,1 % en peso de partículas de polímero pueden ser mayores de 1500  $\mu\text{m}$  transversalmente y/o menos de un 0,5 % en peso de partículas de polímero pueden ser mayores de 1000  $\mu\text{m}$  transversalmente.

En el otro extremo, para evitar problemas asociados con el excesivo número de partículas de finos, menos de un 5 % en peso de partículas de polímero pueden ser mayores de 100  $\mu\text{m}$  transversalmente o menos de un 0,5 % en peso de partículas de polímero pueden ser mayores de 100  $\mu\text{m}$  transversalmente. Además, menos de un 70 % en peso de partículas de polímero pueden estar entre 300  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  transversalmente, o menos de un 80 % en peso de partículas de polímero pueden estar entre 300  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  transversalmente. Más de un 90 % en peso de partículas de polímero pueden estar entre 300  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$  transversalmente.

La producción de partículas de polímero que tienen distribuciones de tamaño de acuerdo con estas preferencias puede llevarse a cabo por una diversidad de técnicas. Por ejemplo, puede emplearse un catalizador que, debido al tamaño, forma, área de la superficie reactiva del catalizador, u otra característica de la actividad del catalizador, produzca partículas de polímero en el intervalo de tamaño deseado. En particular, el tamaño de las partículas de polímero producido por un catalizador varía en general proporcionalmente con el tamaño de partículas de catalizador; es decir, catalizadores más pequeños producen generalmente partículas de polímero más pequeñas. Un ejemplo de esto se proporciona en la Fig. 2 en la que se proporciona una tabla que compara el tamaño de partículas de catalizador para catalizadores de diferente tamaño. Como se puede observar en la tabla de la Fig. 2, el porcentaje en peso de partículas de polímero de diferentes tamaños varía entre catalizadores y en general corresponde al tamaño de partículas de catalizador. Por ejemplo, en el ejemplo proporcionado; el catalizador EP30X de 25  $\mu$  no produce cantidades medibles de partículas de polímero mayores de 1190  $\mu\text{m}$ , a diferencia de catalizadores más grandes. De igual forma, los catalizadores menores de 100  $\mu\text{m}$  producen menos de un 5 % en peso de partículas de polímero mayores de 1000  $\mu\text{m}$  transversalmente mientras que catalizadores de 100  $\mu\text{m}$  producen más de un 5 % en peso de partículas de polímero mayores de 1000  $\mu\text{m}$  transversalmente. Aunque el tamaño de catalizador puede ser un factor que determine el tamaño de partículas de polímero, otros factores, tales como la morfología, accesibilidad del sitio activo, actividad del catalizador y polímero producido, pueden contribuir

también al intervalo de tamaños de partículas de polímero producidos por un catalizador dado.

Como se ha descrito antes, puede ser deseable producir partículas de polímero más pequeñas que un cierto tamaño para impedir una sedimentación prematura de las partículas de polímero, que puede causar el ensuciamiento del reactor. Por ejemplo, puede ser deseable mantener las condiciones de la suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir menos de un 1 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de al menos 1500  $\mu\text{m}$  a 700  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo, puede ser deseable mantener las condiciones de la suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir menos de un 1 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de al menos 1500  $\mu\text{m}$ , 1400  $\mu\text{m}$ , 1300  $\mu\text{m}$ , 1200  $\mu\text{m}$ , 1100  $\mu\text{m}$ , 1,000  $\mu\text{m}$ , 900  $\mu\text{m}$ , 800  $\mu\text{m}$  o 700  $\mu\text{m}$ . Evitando que las partículas de polímero se hagan demasiado grandes, es posible mantener suspendidas más partículas de polímero en la suspensión de polímero, lo cual puede aumentar la capacidad de transporte de sólidos del reactor 10.

También como se ha descrito antes, puede ser deseable producir partículas de polímero mayores que un cierto tamaño para impedir la formación de partículas finas o "finos" que pueden ser difíciles de procesar corriente abajo del reactor. Como se describe en el presente documento, "finos" puede hacer referencia a partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de 150  $\mu\text{m}$ , preferiblemente menor de 100  $\mu\text{m}$ . De acuerdo con determinadas realizaciones, puede ser deseable mantener condiciones de suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir menos de 15 % a 0,5 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de 150  $\mu\text{m}$ . Más específicamente, puede ser deseable mantener las condiciones de la suspensión en el reactor de bucle en suspensión para proporcionar menos de 15 %, 10 %, 5 %, 1 % o 0,5 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de 150  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo, puede ser deseable mantener las condiciones de la suspensión en el reactor de bucle en suspensión para proporcionar menos de 15 % a 0,5 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de 100  $\mu\text{m}$ . Más específicamente, puede ser deseable mantener condiciones de la suspensión en el reactor de bucle en suspensión para proporcionar menos de 15 %, 10 %, 5 %, 1 % o 0,5 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas menor de 100  $\mu\text{m}$ . Evitando que las partículas de polímero se hagan demasiado pequeñas, puede mejorarse la recuperación de la poliolefina formada reduciendo los problemas causados por las partículas finas en el equipo de transporte neumático (por ejemplo, filtros taponados, bajas velocidades de flujo en alimentadores debido a aireación y flujo de finos a través de los filtros).

Además, es deseable producir partículas de polímero con un tamaño de partículas de polímero que sea solo ligeramente mayor que el tamaño de partículas de polímero de los "finos". Es deseable mantener las condiciones de suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir al menos un 70 % a 90 % en peso de partículas de polímero con un tamaño de partículas de 100  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$ . Más específicamente, es deseable mantener las condiciones de suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir al menos un 70 % a 90 % en peso, y todos los subintervalos entre estos, de partículas de polímero con un tamaño de partículas de aproximadamente 150  $\mu\text{m}$  a 400  $\mu\text{m}$ , o incluso más específicamente, 150  $\mu\text{m}$  a 300  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo, es deseable mantener las condiciones de suspensión en el reactor de bucle en suspensión para producir al menos un 70 % a 90 % en peso, y todos los subintervalos entre estos, de partículas de polímero con un tamaño de partículas de 250  $\mu\text{m}$  a 400  $\mu\text{m}$ . Los porcentajes en peso de tamaños de partículas individuales se determinan a partir de la distribución del tamaño de partículas medida por difracción con láser.

En general, partículas de polímero de menor tamaño de partículas pueden permitir conseguir un mayor nivel de sólidos en el reactor de bucle en suspensión 10. De forma específica, menores partículas de polímero pueden permitir conseguir un mayor porcentaje en peso o porcentaje en volumen de partículas de polímero, lo cual puede aumentar el nivel de sólidos sin requerir una mayor velocidad de circulación. La relación entre el tamaño de partículas de polímero y la concentración de partículas de polímero puede ilustrarse por la correlación de Durand para tuberías horizontales; La correlación de Durand, tal como se presenta por Wasp (véase EDWARD J. WASP ET AL., SOLID-LIQUID FLOW SLURRY PIPELINE TRANSPORTATION 89 (Trans Tech Publications 1977) (1977)) puede expresarse como:

$$(1) \quad V_D = F_L \left[ 2gD \left( \frac{\rho_p - \rho_l}{\rho_l} \right) \right]^{1/2}$$

donde  $V_D$  es la velocidad de deposición de sólidos,  $F_L$  es una constante experimental que generalmente disminuye con la concentración de sólidos y el tamaño de partículas,  $g$  es la aceleración de la gravedad ( $9,80665 \text{ m/s}^2$ ),  $\rho_p$  es la densidad de partículas de polímero,  $\rho_l$  es la densidad del medio líquido, y  $D$  es el diámetro interno del reactor. La velocidad de deposición de sólidos representa una velocidad de circulación mínima para un reactor de bucle debido a que si se deposita una partícula del flujo principal de suspensión en el reactor de bucle se reduce la transmisión de calor de la partícula. La disminución en la transmisión de calor puede causar que la partícula se sobrecaliente por la reacción continua. Como resultado del sobrecalentamiento, la partícula puede comenzar a reblandecerse o fundirse en presencia del medio de reacción, lo cual puede causar que la partícula se funda junto con otras partículas y/o se adhiera a la pared del reactor. La fusión de partículas y/o adherencia a la pared del reactor puede inhibir el flujo y la transmisión de calor en el reactor de bucle en suspensión, lo cual puede dar como resultado mayores deposiciones,

mayor resistencia al flujo e inestabilidades en el flujo.

Como se explica en Wasp, la constante experimental  $F_L$  es una función del tamaño de partículas y de la concentración en volumen de polímero, y es significativamente menor a menores tamaños de partículas (por ejemplo, menor de 800 micrómetros). Por consiguiente, a medida que el tamaño de partículas de polímero disminuye, la constante experimental  $F_L$  también es menor, lo cual permite a su vez conseguir una mayor densidad de partículas de polímero, y de este modo, una mayor concentración de polímero, a la misma velocidad de deposición de sólidos. En otras palabras, manteniendo un menor tamaño de partículas de polímero, puede aumentarse la concentración de polímero a la misma velocidad de deposición de sólidos.

La producción de partículas de polímero con un tamaño de partículas solo ligeramente mayor que el tamaño de partículas de los finos puede conseguirse controlando el tamaño de partículas del catalizador añadido al reactor de bucle en suspensión 10 (Fig. 1). Como se ha indicado antes, pueden producirse menores partículas de polímero empleando menores partículas de catalizador. No obstante, también se reconoce que el tamaño de partículas de polímero puede ser una función de la productividad del catalizador. La productividad del catalizador puede referirse en general a la relación en peso entre la cantidad de polímero producido y la cantidad de catalizador añadido. La productividad del catalizador puede variar en base a las condiciones de polimerización, tal como la cantidad de corriente de alimentación, la temperatura de polimerización, el porcentaje en peso de monómero en el gas de evaporación instantánea, las condiciones de activación del catalizador y/o el equipo usado, entre otras. Sin embargo, la productividad esperada del catalizador para una operación de polimerización puede determinarse en base a datos históricos y/o modelos o algoritmos de control de proceso, entre otros. La productividad del catalizador esperada puede usarse entonces para calcular el tamaño de partículas de catalizador que se emplearía para producir partículas de polímero del tamaño deseado u objetivo. En particular, ahora se reconoce que el tamaño de partículas de catalizador puede calcularse dividiendo el tamaño de partículas de polímero objetivo por la productividad del catalizador. Además, otras propiedades, tales como la densidad de partículas de catalizador y la densidad de partículas de polímero, pueden incluirse en el cálculo.

De acuerdo con las presentes realizaciones, la relación entre el tamaño de partículas de polímero, la productividad y el tamaño de partículas de catalizador se expresa como:

$$(2) \quad d_p = d_c \left( P \frac{\rho_c}{\rho_p} \right)^{1/3}$$

donde  $d_p$  es el tamaño de partículas de polímero,  $d_c$  el tamaño de partículas de catalizador,  $P$  es la productividad (peso de polímero producido / peso de catalizador añadido al reactor),  $\rho_c$  es la densidad de partículas de catalizador, y  $\rho_p$  es la densidad de partículas de polímero. Como se ha indicado antes, durante el funcionamiento del reactor, las partículas de polímero pueden aumentar de tamaño fusionándose entre sí debido a deposición y pueden disminuir de tamaño disgregándose debido a tensiones térmicas y/o mecánicas (por ejemplo, tensión de la generación del polímero en múltiples sitios del catalizador en la misma partícula de catalizador o tensiones por el flujo en el reactor, impacto con la pared del reactor y/o flujo a través de la bomba del reactor). No obstante, como se ilustra por la Ecuación 1, cuando la velocidad de deposición de sólidos se mantiene, no se producirá aglomeración debida a deposición. Por consiguiente, la Ecuación 2 representa el mayor tamaño de partículas de polímero que un catalizador de determinado tamaño de partículas producirá cuando se mantenga la velocidad de deposición de sólidos.

Como se muestra por la Ecuación 2, el tamaño de partículas de catalizador es inversamente proporcional a la productividad. Por consiguiente, a medida que aumenta la productividad, se emplearán partículas de catalizador de menor tamaño para conseguir las partículas de polímero más pequeñas deseadas. Resolver la Ecuación 2 para el tamaño de partículas de catalizador proporciona la siguiente ecuación, que se emplea para determinar el tamaño de partículas de catalizador basándose en la productividad esperada:

$$(3) \quad d_c = \frac{d_p}{\left( P \frac{\rho_c}{\rho_p} \right)^{1/3}}$$

La Ecuación 3 se emplea para calcular el tamaño de partículas de catalizador para la productividad esperada basándose en un tamaño de partículas de polímero objetivo. Como se ha indicado antes, uno de los factores que afectan la productividad esperada es el tipo de catalizador empleado. Por ejemplo, para polímeros que emplean un catalizador de cromo soportado en sílice, tal como 969 MS disponible comercialmente de Davison Chemical, EP30X disponible comercialmente de PQ Corporation o Magnapore® disponible comercialmente de Grace Davison, las productividades pueden variar de 1000 a 15000. Más específicamente, para catalizadores de cromo sílice, la productividad puede variar de 2000 a 10000. En otro ejemplo, para polímeros que empleen un catalizador de metaloceno, tal como PPCo-M disponible comercialmente de Chevron Phillips Chemical Company LLC, las



productividades pueden variar de 1000 a 15000. Más específicamente, para catalizadores de metaloceno, la productividad puede variar de 2000 a 10000. En otro ejemplo, para polímeros que empleen un catalizador Ziegler-Natta, tal como Lynx® disponible comercialmente de BASF, las productividades pueden variar de 1000 a 150000. Más específicamente, para catalizadores de Ziegler-Natta, la productividad puede variar de 20000 a 100000, o incluso más específicamente de 50000 a 80000.

La Fig. 3 es una tabla que compara tamaño de partículas de catalizador para diversas productividades y tamaños de partículas de polímero típicos. Específicamente, la tabla ilustra los tamaños de partículas de catalizador ilustrados usando la Ecuación 3. Cada fila en la tabla representa una productividad de catalizador deseada, mostrando las columnas el tamaño de partículas de catalizador calculado que se debería usar para obtener partículas de polímero que de forma típica tengan un tamaño de 100  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 300  $\mu\text{m}$ , 350  $\mu\text{m}$ , 400  $\mu\text{m}$ , 450  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$ . Por ejemplo, para una productividad deseada de 2000, puede emplearse un catalizador con un tamaño de partículas de 8  $\mu\text{m}$ , para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas de 100  $\mu\text{m}$ , mientras que puede emplearse un catalizador con un tamaño de partículas de 40  $\mu\text{m}$  para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas de 500  $\mu\text{m}$ .

La tabla también ilustra intervalos de tamaños para partículas de catalizador que pueden emplearse para producir partículas de polímero dentro de un determinado intervalo de tamaños. Las partículas de polímero producidas dentro de un intervalo de tamaños de partículas de polímero mostrado en la tabla pueden emplearse el intervalo correspondiente de tamaños de partículas de catalizador. Por ejemplo, para una productividad deseada de 2000, puede emplearse un catalizador con un tamaño de partículas de 8  $\mu\text{m}$  a 40  $\mu\text{m}$  para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas de 100  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$ . En otras palabras, los tamaños de partículas de catalizador mostrados en la tabla pueden representar un intervalo de tamaños de partículas de catalizador que abarque los tamaños de partículas de catalizador incluidos en los tamaños máximo y mínimo que corresponden a los tamaños de partículas de polímero máximo y mínimo.

La tabla ilustra también el tamaño de partículas de catalizador máximo que puede emplearse para producir partículas de polímero iguales o menores que un tamaño específico. Por ejemplo, para una productividad deseada de 2000, puede emplearse un catalizador con un tamaño de partículas menor o igual a 32  $\mu\text{m}$  para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas menor o igual a 400  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo, para una productividad deseada de 10000, puede emplearse un catalizador con un tamaño de partículas menor o igual a 19  $\mu\text{m}$  para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas menor o igual a 400  $\mu\text{m}$ .

Como se puede observar de la tabla mostrada en la Fig. 3, a medida que aumenta la productividad, disminuye el tamaño de partículas de catalizador requerido. Además, a medida que aumenta el tamaño de partículas de polímero deseado, aumenta también el tamaño de partículas de catalizador. Usando la Ecuación 3, se determina el tamaño de partículas de catalizador basándose en la productividad esperada y en el tamaño de partículas de polímero deseado. Un catalizador que emplee partículas del tamaño de partículas determinado puede usarse entonces para producir partículas de polímero como se describe anteriormente con respecto a la Fig. 1. Por ejemplo, puede adquirirse un catalizador del tamaño de partículas determinado de un suministrador de catalizador y a continuación dirigirlo al reactor 10 (Fig. 1). De acuerdo con determinadas realizaciones, el catalizador adquirido del suministrador puede tener un tamaño de partículas promedio del tamaño de partículas determinado. Además, en determinadas realizaciones, al menos un 81 % a 100 % en peso de las partículas de catalizador pueden tener tamaño de partículas individuales menores o iguales al tamaño de partículas de catalizador determinado. Por ejemplo, de acuerdo con determinadas realizaciones, al menos un 81 % a 100 % en peso de las partículas de catalizador pueden tener un tamaño de partículas menor de 50  $\mu\text{m}$ , 40  $\mu\text{m}$ , 30  $\mu\text{m}$  o 20  $\mu\text{m}$ . Además, debido a variaciones en la fabricación y otros factores, el tamaño de partículas de catalizador deseado puede representar un intervalo de tamaños de partículas de catalizador. Por ejemplo, el tamaño de partículas de catalizadores mostrado en la Fig. 3 puede representar partículas de catalizador que tienen un tamaño de partículas individual que varíe de más y/o menos 1 % a 30 % del tamaño de partículas de catalizador mostrado.

El catalizador del tamaño de partículas determinado puede añadirse a continuación al reactor de bucle en suspensión 10, como se describe anteriormente con respecto a la Fig. 1 para producir partículas de polímero dentro del intervalo de tamaños de partículas objetivo. Por ejemplo, el catalizador puede añadirse al reactor de bucle en suspensión 10 donde el catalizador puede estar suspendido en un medio fluido de diluyente, monómero, comonómero y otros correactantes o aditivos. El catalizador y el medio fluido pueden hacerse circular en el reactor en bucle en suspensión 10 para polimerizar el monómero, produciendo de este modo una suspensión de partículas de polímero. La suspensión puede retirarse del reactor 10 y dirigirse a un procesado corriente abajo. Además, en determinadas realizaciones, la suspensión puede dirigirse a uno o más reactores de bucle en suspensión adicionales para llevar a cabo una posterior polimerización para producir resinas bimodales o multimodales.

Para producir partículas de polímero con un tamaño de partículas de polímero que sea solo ligeramente mayor que el tamaño de partículas de polímero que produce "finos" puede ser deseable emplear reactores de bucle en suspensión 10 con paredes de reactor lisas. Las paredes de reactor lisas pueden promover la capacidad de predicción en el tamaño de partículas de polímero y pueden reducir la disgregación de partículas de polímero en "finos" cuando las partículas de polímero entren en contacto con las paredes del reactor. Por ejemplo, puede

emplearse una pared de reactor 24 que tenga una rugosidad cuadrática media (RMS) de 0,635 - 1,27  $\mu\text{m}$  (25-50 micropulgadas). De forma más específica, puede emplearse una pared de reactor 24 que tenga una rugosidad RMS de 0,889  $\mu\text{m}$  (35 micropulgadas) o inferior.

5 De forma alternativa, cuando el tamaño de partículas de polímero no está estrictamente controlado para que sea solo ligeramente superior al tamaño de finos, puede emplearse una pared de reactor rugosa, medida típicamente por la rugosidad cuadrática media (RMS). En particular, se cree que el tamaño de partículas de polímero está relacionado con el factor de fricción del reactor, que es una función de la rugosidad de la pared del reactor 24 (Fig. 1).

10 Por ejemplo, una pared de reactor 24 relativamente lisa, tal como una pared de reactor que tenga una rugosidad RMS igual o inferior a 1,600  $\mu\text{m}$  (63 micropulgadas), no disgrega o reduce el tamaño de las partículas de polímero en una suspensión que se mueve a lo largo de la pared de reactor 24 a 9,1 - 12,2 m (30 a 40 pies) por segundo en el mismo grado que lo hace una pared de reactor 24 que tenga una rugosidad RMS de 1,600  $\mu\text{m}$  (63 micropulgadas) y 6,35  $\mu\text{m}$  (250 micropulgadas). De igual modo, una pared de reactor 24 con una rugosidad RMS de 6,35  $\mu\text{m}$  (250 micropulgadas) o mayor puede dar lugar a una reducción incluso mayor en el tamaño de partículas de polímero comparada con una pared de reactor que tenga una menor rugosidad RMS. Como resultado, el tamaño de partículas de polímero puede ser menor, en las mismas condiciones de movimiento de la suspensión, en un reactor 10 que tenga unas paredes de reactor 24 más rugosas. Por tanto, una posibilidad para reducir el tamaño de partículas de polímero promedio es usar una pared de reactor rugosa, bien por mecanizado de la pared del reactor 24 para aumentar la rugosidad RMS o no alisando la pared del reactor 24.

20 De igual modo, la bomba 16 y/o su entorno pueden modificarse para facilitar la producción de partículas de polímero más pequeñas. Por ejemplo, en general puede ser preferible que las partículas de polímero pasen cerca de los extremos del rodete que se mueven rápidamente en lugar que del cubo que se mueve más lento para maximizar la reducción de tamaño de las partículas de polímero causada por las palas del rodete. Esto puede llevarse a cabo de una diversidad de formas, tales como usando un rodete 18 que tenga palas de rodete más cortas y/o un cubo de rodete más grande, lo que hace que sea más probable que las partículas suspendidas pasarán cerca de los extremos del rodete que se mueven más rápidamente que las porciones que se mueven más lentamente de las palas de rodete cerca del cubo. Además, si se usa un rodete 18 que puede girar en el diámetro del bucle del reactor principal, puede evitarse el uso de una pieza de transición de flujo ensanchada que tiene un diámetro mayor.

30 El uso de dicha pieza de transición de flujo ensanchada puede ser no deseable hasta el punto de que partículas de polímero más densas pueden no dispersarse a la periferia de la pieza de transición, en la que están localizados los extremos del rodete que se mueven rápido, pero en cambio pueden continuar hasta el centro de la pieza de transición, en la que están localizadas las porciones que se mueven más lentamente del rodete cerca del cubo. En particular, dicha pieza de transición ensanchada tiene aproximadamente 0,61 m (2 pies) de longitud mientras que los contenidos del reactor se hacen circular a aproximadamente 11,3 m/segundo (37 pies/s). Debido a la corta longitud de la pieza de transición con respecto a la velocidad de circulación, las partículas de polímero más densas pueden tener aproximadamente una doceava parte de segundo para dispersarse hacia la periferia de la pieza de transición antes de alcanzar el final de la pieza de transición.

40 Una alternativa, representada en la Fig. 4, es incorporar una pieza de transición 26 de flujo larga cuando se desee emplear un rodete 18 que sea más largo que el diámetro del reactor principal. Por ejemplo, la pieza de transición 26 de flujo larga representada tiene 3,048 m (diez pies) de longitud. Debido a la mayor longitud de la pieza de transición 26 de flujo larga, las partículas de polímero más densas son más propensas a dispersarse a la periferia de la pieza de transición 26 de flujo larga, donde se puede reducir el tamaño de estas por los extremos del rodete que se mueven más rápidamente. Aunque en la Fig. 4 se representa una pieza de transición 26 de flujo larga de 3,048 m (diez pies), la longitud puede variar, incluyendo una realización piezas de transición 26 de flujo largas entre 3,048 m (diez pies) y 3,066 m (doce pies) de longitud. En general, sin embargo, la pieza de transición 26 de flujo larga se dimensiona para permitir que las partículas de polímero más densas se dispersen alrededor del rodete 18 en oposición a ser llevadas por la inercia hacia la porción central del rodete 18.

50 De forma alternativa, puede emplearse una pieza de transición que incorpore un desviador de flujo 28 dimensionado y situado para que se corresponda con el cubo de rodete 30 para dirigir partículas de polímero hacia los extremos de las palas del rodete, como se representa en la Fig. 5. Los expertos con conocimientos medios en la técnica apreciarán que pueden emplearse otras técnicas para desviar el flujo de suspensión hacia la periferia alrededor del rodete 18, donde los extremos del rodete que se mueven más rápidamente pueden reducir el tamaño de las partículas de polímero para mantener un tamaño de partículas de polímero promedio más pequeño.

55 De igual modo, para aumentar la reducción de tamaño de las partículas de polímero pueden emplearse diseños de rodete especializados, tales como diseños que tengan un efecto más intenso sobre las partículas de polímero. De forma alternativa, la bomba 16 puede funcionar a velocidad mayor para aumentar la reducción de tamaño de las partículas de polímero por el rodete 18. Además, para aumentar la reducción total de tamaño de las partículas de polímero proporcionada por el(los) rodete(es) 18 también puede emplearse una bomba multietapa o varias bombas, tales como rodetes 18 duales, representados en la Fig. 6.

Las presentes técnicas pueden aplicarse a reactores que producen polietileno, polipropileno u otras poliolefinas, las cuales pueden conformarse todos en artículos respectivos para su uso comercial, residencial o industrial.

#### Procesado corriente abajo

5 Aunque la descripción precedente se refiere a la producción de poliolefinas, tales como polietileno, en un reactor 10 de polimerización, un experto en la técnica apreciará que las poliolefinas producidas en dicho reactor 10 típicamente se procesan posteriormente. Por ejemplo, haciendo referencia ahora a la Fig. 7, la poliolefina seca puede procesarse para eliminar reactantes sin reaccionar y catalizador en un sistema de recuperación de poliolefina 80, que puede incluir diversos subsistemas tales como columnas de recuperación de monómero, recipientes de evaporación instantánea y ciclones. La poliolefina purificada se proporciona de forma típica a un sistema de extrusión 82 en el que la poliolefina producto se extrude típicamente para producir gránulos de polímero con las características mecánicas, físicas y de fusión deseadas. Antes de, o durante la extrusión pueden añadirse a la poliolefina producto aditivos, tales como inhibidores de UV y peróxidos para impartir características deseadas a los gránulos de polímero extrudidos.

15 Los gránulos de poliolefina resultante pueden transportarse a continuación a un área 84 de carga de producto en el que los gránulos pueden almacenarse, mezclarse con otros gránulos y/o cargarse en vagones, camiones, sacos y similares, para su distribución a fabricantes de producto 86. En el caso de polietileno, los gránulos enviados a los fabricantes de producto 86 puede incluir polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno de baja densidad lineal (LLDPE), polietileno de media densidad (MDPE), polietileno de alta densidad (HDPE) y polietileno mejorado. Los diversos tipos y calidades de gránulos de polietileno pueden comercializarse, por ejemplo, con las marcas comerciales polietileno Marlex® o polietileno MarFlex® de Chevron-Phillips Chemical Company, LP, de The Woodlands, Texas, EEUU.

25 Los gránulos de poliolefina (por ejemplo, polietileno) puede usarse en la fabricación de diversos productos, componentes, artículos domésticos y otros artículos, incluyendo adhesivos (por ejemplo, aplicaciones de adhesivos de aplicación en estado fundido), hilos y cables eléctricos, películas agrícolas, películas para retractilado, películas para estirado, películas para el envasado de alimentos, envases de alimentos flexibles, recipientes para leche, envases para alimentos congelados, bolsas y cubos de basura, bolsas para comestibles, sacos de alta resistencia, botellas de plástico, equipos de seguridad, revestimientos, juguetes y una diversidad de recipientes y productos plásticos. Además, debe recalarse que poliolefinas diferentes de polietileno, tales como polipropileno, pueden formar tales componentes y productos por los procesos descritos más adelante.

30 Además, los productos y componentes formados a partir de gránulos de poliolefinas (por ejemplo, polietileno) pueden procesarse adicionalmente y ensamblarse por el fabricante 86 para distribución y venta a un cliente, tal como el cliente 88. Por ejemplo, una botella de leche de polietileno puede llenarse con leche para distribución al consumidor, o puede ensamblarse un depósito de combustible de poliolefina en un automóvil para su distribución y venta al consumidor.

35 Para conformar productos o componentes finales a partir de gránulos, los gránulos se someten en general a un posterior procesado, tal como moldeo por soplado, moldeo por inyección, moldeo por rotación, película soplada, película colada y extrusión (por ejemplo, extrusión de hojas, extrusión de tubos y corrugado, extrusión por revestimiento/estratificación. El moldeo por soplado es un proceso usado para producir piezas de plástico hueca, y puede emplearse equipo de moldeo por soplado, tal como máquinas de husillo alternativas, cabezal acumulador. El proceso de moldeo por soplado puede adaptarse para cumplir las necesidades del cliente, y fabricar productos que abarcan desde las botellas de leche de plástico hasta los depósitos de combustible para automóviles citados antes. De igual modo, en el moldeo por inyección, pueden moldearse productos y componentes para una amplia gama de aplicaciones, incluyendo recipientes, envases de alimentos y productos químicos, juguetes, automóviles, cajones, tapas y cierres.

45 También se pueden usar procesos de extrusión. La tubería de poliolefina, por ejemplo, tubería de polietileno, puede extrudirse a partir de resinas en gránulos de polietileno y usarse en una diversidad de aplicaciones debido a sus ventajas de resistencia química, facilidad relativa de instalación, durabilidad y coste. De hecho, la tubería de plástico de polietileno ha alcanzado un uso significativo para cañerías de agua, distribución de gas, colectores de aguas pluviales y aguas negras, instalaciones de fontanería, conductos eléctricos, conductos finales de potencia y de comunicaciones, tuberías de agua fría y entubado de pozos. Además, el polietileno de alta densidad (HDPE), que en general constituye el mayor volumen del grupo de poliolefinas de plásticos usados para tubería, es tenaz, resistente a la abrasión y flexible (incluso a temperaturas por debajo de las de congelación). Por otro lado, la tubería de HDPE puede usarse en tubos de pequeño diámetro y en tuberías de hasta más de 2,43 m (8 pies) de diámetro. En general, los gránulos de polietileno (resinas) pueden suministrarse para los mercados de tubería a presión, tal como en la distribución de gas natural y para los mercados de tubería sin presión, tal como para tubería para conductos y corrugada.

55 El moldeo por rotación es un proceso de baja presión y alta temperatura usado para conformar piezas huecas mediante la aplicación de calor a moldes que giran biaxialmente. Resinas en gránulos de polietileno que pueden aplicarse generalmente en este proceso son aquellas resinas que fluyen juntas en ausencia de presión cuando se

funden para formar una pieza exenta de burbujas. Los gránulos, tales como determinadas resinas HDPE y MDPE Marlex®, ofrecen tales características de flujo y una amplia ventana de procesado. Por otro lado, estas resinas de polietileno adecuadas para el moldeo por rotación pueden presentar propiedades deseables de resistencia al impacto a baja temperatura, de buen soporte de carga y buena estabilidad a radiación ultravioleta (UV). Por consiguiente, las aplicaciones para resinas Marlex® moldeadas por rotación incluyen depósitos agrícolas, depósitos para compuestos químicos industriales, depósitos de almacenamiento de agua potable, recipientes para residuos industriales, equipos recreativos y productos marinos.

La extrusión de hojas es una técnica de preparación de hojas a partir de una diversidad de resinas 38 en gránulos. Las hojas de calibre relativamente pequeño se termoforman generalmente en aplicaciones de envasado tales como tazas de bebidas, recipientes deli, bandejas de producto, recipientes para toallitas para bebés y envases de margarina. Otros mercados para la extrusión de hojas de poliolefina incluyen aquellos que utilizan hojas relativamente más gruesas para aplicaciones industriales y recreativas, tales como revestimientos para plataformas de camiones, paletas, materiales para estibar automóviles, equipamiento para superficies de juegos y embarcaciones. Un tercer uso de las hojas extrudidas, por ejemplo, es en geomembranas en las que se suelda un material de polietileno de hoja plana en grandes sistemas de contención para aplicaciones de minería y tratamiento de productos residuales municipales.

El proceso de película soplada es un sistema de conversión relativamente diverso usado para polietileno. La American Society for Testing and Materials (ASTM) define películas como las que tienen menos de 0,254 milímetros (10 mils) de grosor. Sin embargo, el proceso de película soplada puede producir películas de un grosor de hasta 0,5 milímetros (20 mils) y mayores. Por otro lado, el moldeo por soplado en combinación con tecnologías de coextrusión de monocapa y/o multicapa entra dentro del trabajo preliminar para varias aplicaciones. Propiedades ventajosas de los productos moldeados por soplado pueden incluir claridad, resistencia, capacidad de desgarrar, propiedades ópticas y tenacidad. Aplicaciones pueden incluir envasado de alimentos y venta al por menor, envasado industrial y aplicaciones no relacionadas con el envasado, tales como películas agrícolas y películas higiénicas.

El proceso de película colada puede diferir del proceso de película soplada por la inactivación rápida y las capacidades de orientación unidireccional virtual. Estas características permiten que una línea de película colada, por ejemplo, funcione a mayores velocidades de producción mientras que se producen beneficios óptimos. Las aplicaciones en el envasado de alimentos y venta al por menor pueden aprovechar estas resistencias. Finalmente, los gránulos de poliolefinas también pueden suministrarse para el revestimiento por extrusión y la industria de estratificados.

Aunque la invención puede ser susceptible de varias modificaciones y formas alternativas, se han mostrado realizaciones específicas a modo de ejemplo en los dibujos y se describirán en detalle en el presente documento. Sin embargo, debe entenderse que no se pretende limitar la invención a las formas particulares descritas. En cambio, la invención abarca todas las modificaciones, equivalentes y alternativas que entran dentro del espíritu y ámbito de la invención, como se define por las siguientes reivindicaciones adjuntas.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para controlar el tamaño de partículas de polímero, comprendiendo el procedimiento:

seleccionar un tamaño de partículas de catalizador basándose en una productividad de catalizador esperada y un tamaño de partículas de polímero objetivo; y

5 dirigir un catalizador que tiene el tamaño de partículas de catalizador seleccionado a un reactor de polimerización de bucle en suspensión en el que el catalizador es empleado para polimerizar un monómero para formar una pluralidad de partículas de polímero en el reactor de polimerización de bucle en suspensión, en el que de un 70 a 90 por ciento en peso de las partículas de polímero tienen un tamaño de partículas de polímero individuales de 100 a 500 micrómetros;

10 en el que seleccionar un tamaño de partículas de catalizador comprende calcular el tamaño de partículas de catalizador usando la fórmula:

$$d_c = \frac{d_p}{\left( P \frac{\rho_c}{\rho_p} \right)^{1/3}}$$

15 en la que  $d_c$  es el tamaño de partículas de catalizador (micrómetros),  $d_p$  es un tamaño de partículas de polímero objetivo (micrómetros),  $P$  es la productividad del catalizador esperada (g polímero/g catalizador),  $\rho_c$  es una densidad de partículas de catalizador (g/cm<sup>3</sup>), y  $\rho_p$  es una densidad de partículas de polímero (g/cm<sup>3</sup>); y

en el que el tamaño de partículas de polímero y el tamaño de partículas de catalizador se determinan por difracción con láser.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende:

20 hacer circular el monómero y el catalizador en un reactor de polimerización de bucle en suspensión en condiciones de polimerización diseñadas para producir la productividad del catalizador esperada; y

polimerizar el monómero sobre el catalizador para formar una pluralidad de partículas de polímero en el reactor de polimerización de bucle en suspensión.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el catalizador comprende de 81 a 100 por ciento en peso de partículas de catalizador menores o iguales que el tamaño de partículas de catalizador seleccionado.

25 4. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende dirigir al menos parte de una descarga desde el reactor de polimerización de bucle en suspensión a uno o más reactores de bucle en suspensión adicionales para producir un polímero producto.

5. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que el polímero producto es una resina bimodal o multimodal.

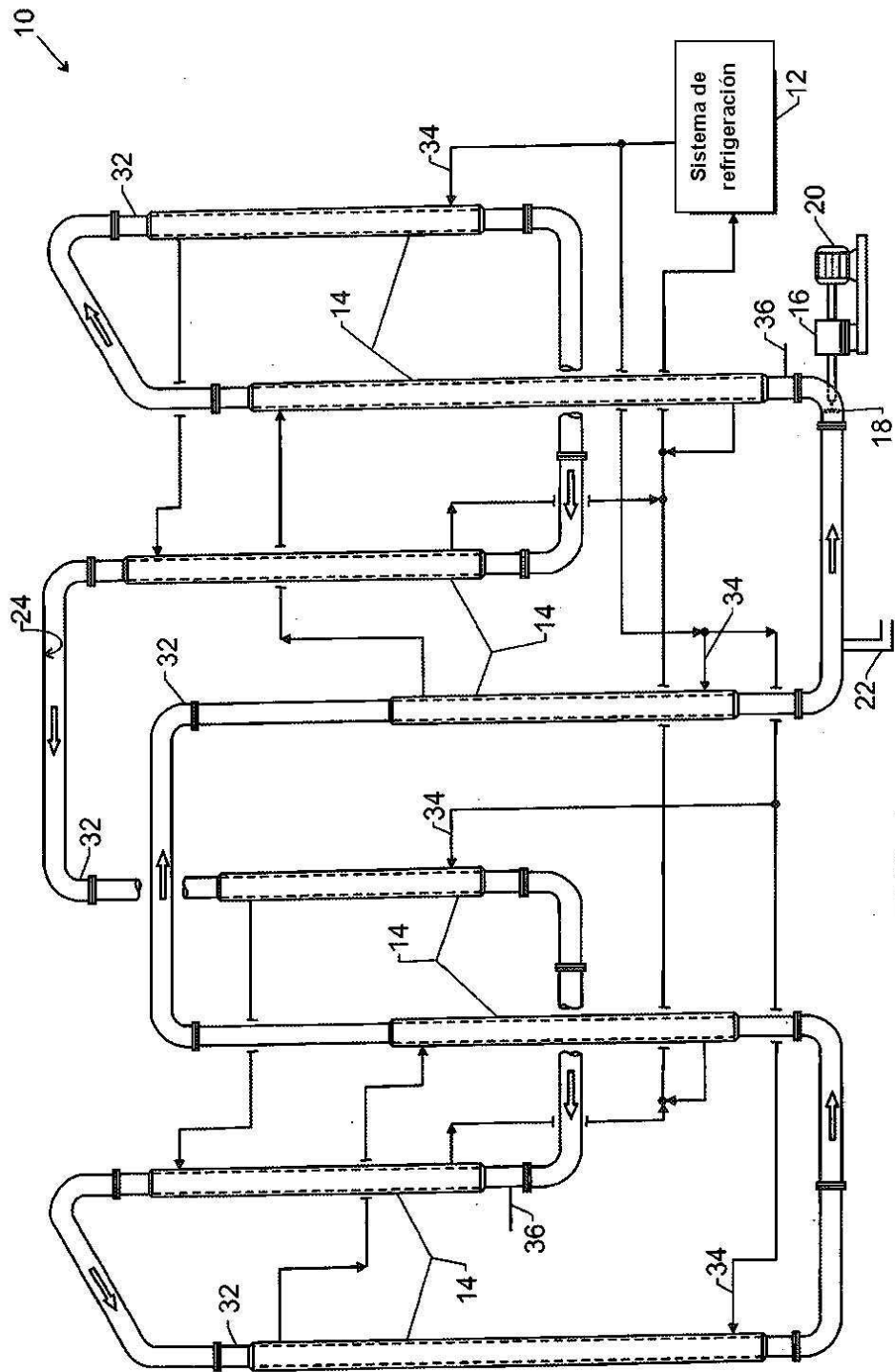


FIG. 1

# ES 2 562 261 T3

Polvos en el intervalo de tamaños, % en peso

Intervalo del tamaño de partículas, $\mu\text{m}$	EP30X CC03-7-224 100 $\mu\text{m}$	969MPI CC03-7-224 100 $\mu\text{m}$	EP30X CC04-7-268 50 $\mu\text{m}$	HALDS CC04-7-327 40 $\mu\text{m}$	EP30X CC04-7-308 25 $\mu\text{m}$ )
1690-2000	0	0,11	0	0,030	0
1410-1690	1,70	2,44	0	0,43	0
1190-1410	5,12	5,37	2,46	1,27	0
1000-1190	8,70	8,71	6,38	4,01	1,48
841-1000	12,31	12,00	10,23	6,97	4,22
707-841	15,53	14,83	14,00	10,04	7,01
595-707	15,97	15,10	16,00	12,51	9,72
500-595	13,83	13,15	15,11	13,19	11,84
420-500	10,61	10,35	12,24	11,79	12,63
354-420	6,87	7,04	8,71	9,48	11,07
297-354	4,14	4,53	5,84	7,43	9,54
250-297	2,18	2,57	3,46	5,28	7,53
210-250	1,11	1,41	2,03	3,79	5,95
177-210	0,49	0,68	1,10	2,65	4,49
149-177	0,19	0,30	0,57	1,97	3,49
125-149	0,09	0,15	0,31	1,58	2,75
105-125	0,09	0,12	0,23	1,33	2,15
88-105	0,11	0,15	0,25	1,20	1,71
74-88	0,12	0,16	0,26	1,04	1,31
63-74	0,11	0,13	0,22	0,80	0,93
53-63	0,09	0,11	0,19	0,68	0,72
44-53	0,07	0,09	0,14	0,54	0,52
37-44	0,04	0,05	0,09	0,35	0,31
Total, % en peso	99,47	99,55	99,82	98,63	99,37

**FIG. 2**

Tamaño de partículas de catalizador (µm)

Productividad (g polímero/ g catalizador)	Densidad de partículas de catalizador (g/cm <sup>3</sup> )	Densidad de partículas de polímero (g/cm <sup>3</sup> )	Tamaño de partículas de polímero 100 µm	Tamaño de partículas de polímero 150 µm	Tamaño de partículas de polímero 200 µm	Tamaño de partículas de polímero 250 µm	Tamaño de partículas de polímero 300 µm	Tamaño de partículas de polímero 350 µm	Tamaño de partículas de polímero 400 µm	Tamaño de partículas de polímero 450 µm	Tamaño de partículas de polímero 500 µm
1000	0,95	0,955	10	15	20	25	30	35	40	45	50
2000	0,95	0,955	8	12	16	20	24	28	32	36	40
3000	0,95	0,955	7	10	14	17	21	24	28	31	35
4000	0,95	0,955	6	9	13	16	19	22	25	28	32
5000	0,95	0,955	6	9	12	15	18	21	23	26	29
6000	0,95	0,955	6	8	11	14	17	19	22	25	28
7000	0,95	0,955	5	8	10	13	16	18	21	24	26
8000	0,95	0,955	5	8	10	13	15	18	20	23	25
9000	0,95	0,955	5	7	10	12	14	17	19	22	24
10000	0,95	0,955	5	7	9	12	14	16	19	21	23
11000	0,95	0,955	5	7	9	11	14	16	18	20	23
12000	0,95	0,955	4	7	9	11	13	15	18	20	22
13000	0,95	0,955	4	6	9	11	13	15	17	19	21
14000	0,95	0,955	0,4	6	8	10	12	15	17	19	21
15000	0,95	0,955	4	6	8	10	12	14	16	18	20
20000	0,95	0,955	4	6	7	9	11	13	15	17	18
25000	0,95	0,955	3	5	7	9	10	12	14	15	17
50000	0,95	0,955	3	4	5	7	8	10	11	12	14
75000	0,95	0,955	2	4	5	6	7	8	10	11	12
100000	0,95	0,955	2	3	4	5	6	8	9	10	11
125000	0,95	0,955	2	3	4	5	6	7	8	9	10
150000	0,95	0,955	2	3	4	5	6	7	8	8	9

FIG. 3



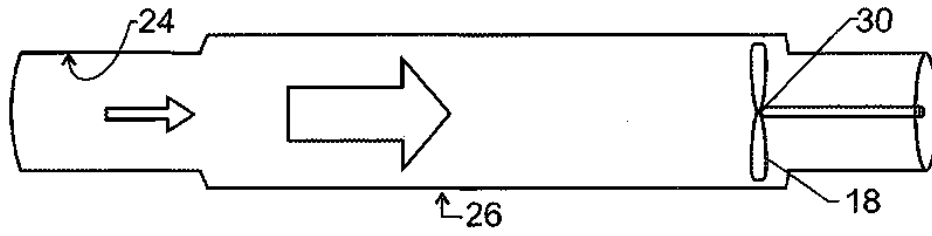


FIG. 4

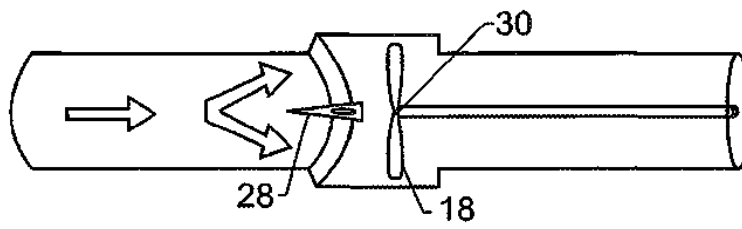


FIG. 5

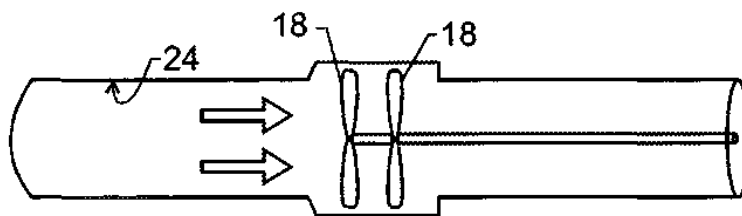


FIG. 6

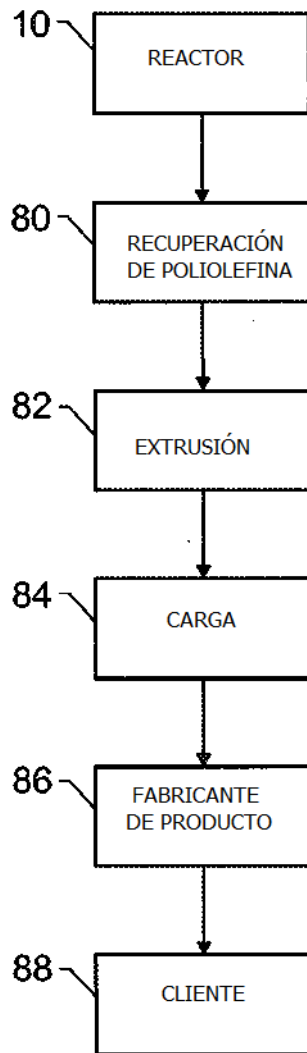


FIG. 7