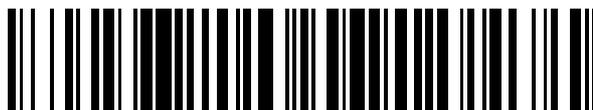


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 562 491**

51 Int. Cl.:

| | | | |
|-------------------|-----------|--------------------|-----------|
| C08F 10/00 | (2006.01) | C08F 6/24 | (2006.01) |
| B01J 4/00 | (2006.01) | C08F 210/16 | (2006.01) |
| B01J 8/00 | (2006.01) | C08F 210/14 | (2006.01) |
| B01J 19/18 | (2006.01) | | |
| B01J 19/24 | (2006.01) | | |
| C08F 6/00 | (2006.01) | | |
| C08F 10/02 | (2006.01) | | |
| C08F 2/14 | (2006.01) | | |
| C08F 2/01 | (2006.01) | | |
| C08F 6/16 | (2006.01) | | |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.10.2004 E 04795412 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.12.2015 EP 1689794**

54 Título: **Separación de partículas de polímero y diluyente vaporizado en un ciclón**

30 Prioridad:

31.10.2003 US 699095

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

04.03.2016

73 Titular/es:

**CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL COMPANY LP
(100.0%)
10001 SIX PINES DRIVE
THE WOODLANDS, TX 77380, US**

72 Inventor/es:

**VERSER, DONALD W.;
BURNS, DAVID H. y
HOTTOVY, JOHN D.**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 562 491 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

Separación de partículas de polímero y diluyente vaporizado en un ciclón

CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a la polimerización de monómeros olefinicos en un medio líquido.

5 ANTECEDENTES DE LA TÉCNICA

Las polimerizaciones por adición pueden llevarse a cabo en un líquido que es un disolvente para el polímero resultante. Cuando en la década de los cincuenta estuvieron por primera vez disponibles de forma comercial los polímeros de etileno de alta densidad (lineales), este fue el procedimiento usado. Pronto se descubrió que un modo más eficiente de producir tales polímeros era llevar a cabo la polimerización en condiciones de suspensión. De forma más específica, la técnica de polimerización de elección se convirtió en la polimerización en suspensión continua en un reactor de bucle tubular retirando el producto a través de ramas de sedimentación que operan de una forma discontinua para recuperar producto. Esta técnica ha disfrutado de éxito internacional habiéndose producido miles de millones de kilogramos de polímeros de etileno al año. Con este éxito ha llegado el deseo, en determinadas circunstancias, de construir un menor número de grandes reactores en contraposición a un gran número de pequeños reactores para una capacidad de planta dada.

El producto también puede retirarse de forma continua. Sin embargo, al retirar el producto, el diluyente se separa de las partículas de polímero sólidas de modo que pueden recuperarse las partículas de polímero sólidas. Se han propuesto diversas disposiciones de evaporación instantánea y/o se han usado para evaporar de forma instantánea el diluyente. En general, es deseable separar el diluyente de modo tal que este pueda ser reciclado de forma sencilla y asequible al reactor de bucle.

De acuerdo con el documento US-A-6420497 se describe un aparato de polimerización de olefinas en el que monómero, diluyente y catalizador se hacen circular en un reactor de bucle tubular continuo y se recupera una suspensión de producto intermedio a través de un medio de retirada continua de producto. La suspensión de producto intermedio se hace pasar a un hidrociclón para estratificar las partículas de polímero en función de su tamaño. En la parte superior se extrae una suspensión que contiene fundamentalmente finos y se devuelve a la zona de reacción. La suspensión que contiene fundamentalmente finos se devuelve preferiblemente a la zona de polimerización justo corriente arriba de la bomba de circulación y en una realización preferida esta presión diferencial es la única fuerza motriz para la separación en el hidrociclón. En otra realización, la suspensión de producto de la parte inferior del hidrociclón se hace pasar a un separador sólido-líquido en el que los sólidos sedimentan en el fondo y se recicla esencialmente diluyente exento de polímero. En otra realización, la suspensión de producto intermedio se extrae a través de una rama de sedimentación cónica. Debido a la naturaleza convergente de la rama, cuando el polímero es extraído la velocidad aumenta de forma progresiva desde la entrada a la salida de la rama, evitando de este modo la acumulación de polímero.

El documento US-A-2003027945 describe un proceso y un aparato para hacer pasar un efluente de polimerización, que comprende polímero sólido, monómero sin reaccionar, diluyente y cantidades minoritarias de contaminantes, a una cámara de evaporación instantánea de alta presión en la que la mayoría de los componentes fluidos se someten a evaporación instantánea y en la que una corriente de deslizamiento que comprende diluyente y cantidades minoritarias de monómero se separa del grueso de los componentes fluidos evaporados. La corriente de deslizamiento se somete a una retirada de olefinas para dar una corriente esencialmente exenta de olefinas para reciclar a una zona de preparación de sólidos de catalizador. El grueso de los componentes fluidos evaporados se recicla directamente de vuelta a la zona de polimerización sin una costosa retirada de olefina, aunque puede llevarse a cabo opcionalmente un tratamiento para retirar otros contaminantes. El polímero y el fluido atrapado se hacen pasar a una zona de evaporación de baja presión en la que los fluidos son separados, comprimidos y unidos a los componentes de la evaporación instantánea procedentes del depósito de evaporación instantánea de alta presión. Debido a que los gruesos de los fluidos son retirados en el evaporador de alta presión, la compresión y enfriamiento de los fluidos producto antes de reciclar se mantiene al mínimo.

De acuerdo con el documento WO-A-2004026914 los sólidos poliméricos se mantienen en una zona de presión intermedia durante un tiempo de residencia de sólidos poliméricos deseado y a continuación son transferidos a una zona de purga u otra zona de baja presión. Un aumento en el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos en la zona de presión intermedia permite evaporar o separar más diluyente, evitando o reduciendo de este modo la necesidad de una zona de evaporación instantánea de baja presión. Puede disponerse una cámara de polvos entre la zona de presión intermedia y una zona de baja presión. Puede usarse un depósito de transporte para transportar sólidos poliméricos después de la zona de presión intermedia.

De acuerdo con el documento WO-A-2004026455, se prepara una suspensión de catalizador para un reactor de polimerización en un depósito de mezcla y la suspensión de catalizador se alimenta a uno o más depósitos de almacenamiento. Los depósitos de almacenamiento pueden incluir agitadores de modo que la suspensión de catalizador se mantenga en una relación sólido a líquido esencialmente homogénea. Desde el depósito o depósitos de almacenamiento, la suspensión de catalizador puede bombearse al reactor de polimerización a través de una vía de

paso de fluido provista de un caudalímetro. El flujo de la suspensión de catalizador puede ser continuo y/o ajustarse en base a un parámetro medido. La suspensión de catalizador puede alimentarse de forma continua y fiable al reactor de polimerización.

5 De acuerdo con el documento US-A-5575979 se proporciona un aparato y un procedimiento de separación de diluyentes de polímeros sólidos en un efluente extraído de un reactor de polimerización. La separación utiliza una cámara de evaporación instantánea de dos etapas que conlleva una primera evaporación instantánea de presión intermedia y una segunda evaporación instantánea de menor presión, produciéndose la primera evaporación instantánea de presión intermedia en un recipiente ciclónico que tiene un depósito de sólidos ampliado. El efluente de polímero se retira del reactor de bucle a una rama de sedimentación que está conectada en comunicación de fluido con el reactor.

10 El documento US-A-6262191 describe un proceso y un aparato para hacer pasar un efluente de polimerización, que comprende polímero sólido, monómero sin reaccionar, diluyente y cantidades minoritarias de contaminantes a una cámara de evaporación instantánea de alta presión en la que la mayoría de los componentes fluidos se someten a evaporación instantánea y en la que una corriente de deslizamiento que comprende diluyente y cantidades minoritarias de monómero se separa del grueso de los componentes fluidos evaporados. La corriente de deslizamiento se somete a una retirada de olefinas para dar una corriente esencialmente exenta de olefinas para reciclar a una zona de preparación de sólidos de catalizador. El grueso de los componentes fluidos evaporados se recicla directamente de vuelta a la zona de polimerización sin una costosa retirada de olefina, aunque puede llevarse a cabo opcionalmente un tratamiento para retirar otros contaminantes. El polímero y el fluido atrapado se hacen pasar a una zona de evaporación de baja presión en la que los fluidos son separados por evaporación, comprimidos y unidos a los componentes de la evaporación instantánea procedentes del depósito de evaporación instantánea de alta presión.

15 El documento US-A-20030130442 describe un proceso en el que se lleva a cabo un proceso de polimerización en un reactor de bucle. La suspensión de polimerización puede retirarse del reactor de bucle por descarga continua a través de un conducto de descarga. El efluente de polimerización pasa desde el conducto de descarga a una válvula de descarga a un conducto que está provisto de un calentador en línea y entra en un primer depósito de evaporación instantánea que separa medio líquido vaporizado de suspensión/sólidos poliméricos. El conducto tiene un medio de intercambio de calor indirecto tal como un calentador en línea en la evaporación instantánea. El medio líquido vaporizado que comprende diluyente y monómeros sin reaccionar sale del primer depósito de evaporación instantánea a través del conducto de transferencia a través del cual este pasa a un separador, tal como un ciclón.

20 DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

25 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso de producción de partículas de polímero sólidas. El proceso incluye polimerizar, en una zona de reacción de bucle, al menos un monómero para producir una suspensión de fluido que comprende partículas de polímero sólidas en un medio líquido (por ejemplo, un diluyente líquido). Una porción de la suspensión se extrae de forma continua como producto intermedio del proceso, tal como usando un apéndice hueco alargado. La porción extraída (el producto intermedio) se hace pasar a través de un conducto calentado, produciendo un producto intermedio concentrado y diluyente vaporizado. El producto intermedio concentrado y el diluyente vaporizado se separan por medio de la fuerza centrífuga en un ciclón, y el producto intermedio concentrado se hace pasar a una zona de recepción.

30 En el presente proceso, al menos aproximadamente un 75 % del diluyente vaporizado (u otro medio vaporizado) puede separarse del producto intermedio concentrado en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 90 % del diluyente vaporizado (u otro medio vaporizado) puede separarse del producto intermedio concentrado en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 95 % del diluyente vaporizado (u otro medio vaporizado) puede separarse del producto intermedio concentrado en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 99 % del diluyente vaporizado (u otro medio vaporizado) puede separarse del producto intermedio concentrado en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 99,9 % del diluyente vaporizado (u otro medio vaporizado) puede separarse del producto intermedio concentrado en el ciclón.

35 En lugar de caracterizar la eficiencia del ciclón basándose en la separación de diluyente, se puede caracterizar la eficiencia del ciclón basándose en la separación de sólidos de la corriente gaseosa. En el presente procedimiento, al menos aproximadamente un 90 % de los sólidos poliméricos puede separarse del medio líquido en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 95 % de los sólidos poliméricos puede separarse del medio líquido en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 99 % de los sólidos poliméricos puede separarse del medio líquido en el ciclón. De forma alternativa, al menos aproximadamente un 99,9 % de los sólidos poliméricos puede separarse del medio líquido en el ciclón. La eficiencia de separación de sólidos puede ser muy alta (99,99 % o superior, por ejemplo 99,999 %), pero la eficiencia depende en parte de la distribución del tamaño de partículas.

40 El proceso también puede incluir hacer pasar el diluyente líquido vaporizado (u otro medio vaporizado) desde el ciclón a un filtro y filtrar partículas de polímero finas del diluyente vaporizado separado. El diluyente vaporizado separado (u otro medio vaporizado) que sale del ciclón antes de alcanzar el filtro puede contener menos de aproximadamente un 95 % en peso de partículas de polímero finas, de forma alternativa menos de aproximadamente un 99 % en peso de partículas de polímero finas, de forma alternativa menos de aproximadamente un 99,9 % en peso de partículas de

polímero finas, de forma alternativa menos de aproximadamente un 99,99 % en peso de partículas de polímero finas, de forma alternativa menos de aproximadamente un 99,999 % en peso de partículas de polímero finas.

De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona un aparato de reactor de bucle. El aparato incluye un reactor de bucle tubular adaptado para llevar a cabo un proceso de polimerización de olefinas que comprende polimerizar al menos un monómero olefínico para producir una suspensión de fluido que comprende partículas de polímero olefínico sólidas en un medio líquido (por ejemplo, un diluyente líquido). El aparato también incluye al menos un apéndice hueco alargado (por ejemplo, una tubería de 51 mm (2 pulgadas)) en comunicación de fluido directa con el reactor de bucle tubular. El aparato también incluye una línea de evaporación instantánea en comunicación de fluido con el apéndice hueco alargado. La línea de evaporación instantánea está rodeada por un conducto adaptado para el calentamiento indirecto. El aparato también incluye un ciclón en comunicación de fluido con la línea de evaporación instantánea. La línea de evaporación instantánea descarga al ciclón.

El aparato de reactor de bucle puede incluir también una primera cámara en comunicación de fluido con el ciclón, una segunda cámara en comunicación de fluido con la primera cámara, una primera válvula dispuesta entre la primera cámara y la segunda cámara, y una columna de purga, y un controlador para operar la primera válvula y la válvula de la segunda cámara de modo que las válvulas no estén abiertas al mismo tiempo. El ciclón puede tener una salida de vapor y una salida de sólidos. El aparato de reactor de bucle puede incluir también un filtro de partículas de polímero finas conectado de forma fluida al ciclón. El aparato de reactor de bucle puede incluir también un embudo (pieza de tubería de transición) entre la línea de evaporación instantánea y el ciclón.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

- FIG. 1 es una vista de un reactor de bucle y un sistema de recuperación de polímero;
- FIG. 2 es una sección transversal a lo largo de la línea 2-2 de la FIG. 1 que muestra un apéndice de retirada continua;
- FIG. 3 es una sección transversal a lo largo de la línea 3-3 de la FIG. 2 que muestra una disposición de válvula de pistón en el conjunto de retirada continua;
- FIG. 4 es una sección transversal de una localización tangencial para el conjunto de retirada continua;
- FIG. 5 es una vista lateral de un codo del reactor de bucle que muestra una rama de sedimentación y conjuntos de retirada continua;
- FIG. 6 es una sección transversal a lo largo de la línea 6-6 de la FIG. 5 que muestra la orientación de los dos conjuntos de retirada continua;
- FIG. 7 es una vista lateral que muestra otra orientación para el conjunto de retirada continua;
- FIG. 8 es una vista en sección transversal del mecanismo de impulsión;
- FIG. 9 es una vista que muestra otra configuración para los bucles en los que los segmentos superiores 14a son semicírculos de 180 grados y en los que segmentos verticales son al menos dos veces más largos que los segmentos horizontales; y
- FIG. 10 es una vista que muestra el eje mayor dispuesto horizontalmente;
- FIG. 11 es una vista de un sistema de recuperación corriente bajo;
- FIGS. 12(a) y 12(b) son vistas desde arriba y lateral, respectivamente, de un separador ciclónico.

MEJOR MODO PARA LLEVAR A CABO LA INVENCION

De forma sorprendente, se ha encontrado que la retirada continua de suspensión de producto en una reacción de polimerización de olefinas llevada a cabo en un reactor de bucle en presencia de un diluyente inerte permite la operación del reactor a una concentración de sólidos mucho mayor. La producción comercial de polímeros fundamentalmente, etileno, en isobutano como diluyente ha estado limitada en general (en el pasado) a una concentración de sólidos máxima en el reactor de 37 a 40 % en peso. Sin embargo, se encontró que la retirada continua permitía incrementos significativos en la concentración de sólidos. Por otro lado, la propia retirada continua conlleva un cierto incremento en el contenido en sólidos al comparar con el contenido en el reactor del cual se retira producto debido a la colocación del apéndice de retirada continua que retira de forma selectiva una suspensión de un estrato en el que los sólidos están más concentrados. Por ello, son posibles concentraciones mayores de un 40 % en peso de acuerdo con la presente invención. A lo largo de la presente solicitud, el peso de catalizador es indiferente puesto que la productividad, en particular con óxido de cromo sobre sílice, es extremadamente alta.

También de forma sorprendente, se ha encontrado que mayores velocidades de circulación con circulación más agresiva con correspondientes mayores concentraciones de sólidos, no se corresponden con mayores sólidos pero pueden ser posibles con el empleo de altas velocidades de circulación. De hecho, una circulación más agresiva en

combinación con la retirada continua, puede retirar del reactor mediante la retirada continua concentraciones de sólido mayores de 50 % en peso. Por ejemplo, la retirada continua puede permitir fácilmente operar a 5-6 puntos porcentuales mayores; es decir, el reactor puede ajustarse para elevar fácilmente los sólidos en un 10 por ciento; y la circulación más agresiva puede fácilmente añadir otros 7-9 puntos porcentuales que colocan al reactor por encima del 50 por ciento. Pero, debido a que la retirada continua se dispone para retirar suspensión de un estrato en la corriente que tiene una concentración de sólidos mayor que la media, el producto realmente recuperado tiene una concentración aproximadamente 3 puntos porcentuales (o más) mayor que la media de la suspensión del reactor. Así, la operación puede aproximarse a una concentración de suspensión efectiva de 55 por ciento en peso o superior, es decir, 52 por ciento de media en el reactor y la retirada de un componente que es realmente de un 55 por ciento (es decir, 3 puntos porcentuales) o superior.

Se debe recalcar que en una operación comercial un aumento de tan solo un punto porcentual en la concentración de sólidos es significativo. Por tanto, ir de un 37-40 por ciento de media de concentración en sólidos en el reactor a incluso un 41 es importante; así, ir a más de un 50 es realmente destacable.

La presente invención puede aplicarse a cualquier polimerización de olefinas en un reactor de bucle que produce una suspensión producto de polímero y diluyente de monómero sin reaccionar (en el caso de polipropileno) o (monómero sin reaccionar y diluyentes en el caso de polietileno). En el caso de polipropileno no se emplea diluyente. Monómeros olefínicos adecuados son 1-olefinas que tienen hasta 8 átomos de carbono por molécula y no tienen ramificaciones más cerca del doble enlace que en la posición 4. La invención es particularmente adecuada para la homopolimerización de etileno y la copolimerización de etileno y una 1-olefina superior tal como buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno o 1-deceno. Se prefiere en especial etileno y 0,01 a 10 por ciento en peso, de forma alternativa 0,01 a 5 por ciento en peso, de forma alternativa 0,1 a 4 por ciento en peso de olefina superior basada en el peso total de etileno y comonómero. De forma alternativa, puede usarse comonómero suficiente para dar las cantidades antes descritas de incorporación de comonómero en el polímero.

La presente invención puede aplicarse a cualquier polimerización en suspensión en un medio líquido. La invención es particularmente aplicable a polimerizaciones de olefinas en un diluyente líquido en el que el polímero resultante es en su mayor parte insoluble en las condiciones de polimerización. De la forma más particular, la invención puede aplicarse a cualquier polimerización de olefinas en un reactor de bucle que utilice un diluyente para producir una suspensión de sólidos poliméricos y diluyente líquido.

Diluyentes adecuados (en contraposición a disolventes o monómeros) son bien conocidos en la técnica e incluyen compuestos hidrocarbonados que son inertes y líquidos en las condiciones de reacción. Compuestos hidrocarbonados adecuados incluyen isobutano, propano, n-pentano, i-pentano, neopentano y n-hexano, siendo especialmente preferido isobutano.

Además, las presentes técnicas pueden emplearse cuando el monómero sin reaccionar es el medio líquido para la polimerización. Por ejemplo, las presentes técnicas pueden usarse para la polimerización de propileno cuando el medio líquido es propileno y el diluyente inerte no está presente en una cantidad sustancial. Un diluyente puede aun usarse para el catalizador. Para ilustración, pero sin limitación, la presente invención se describirá en relación con un proceso para polipropileno usando un diluyente inerte como medio líquido, pero se sobrentiende que la presente invención puede emplearse también cuando el monómero se usa como medio líquido y adoptaría el lugar del diluyente en las siguientes descripciones.

Catalizadores adecuados son bien conocidos en la técnica. Particularmente adecuado es el óxido de cromo en un soporte tal como sílice que se ha descrito ampliamente, por ejemplo, en la patente estadounidense número 2.825.721. La referencia en la presente memoria a soportes de sílice pretende abarcar también cualquier soporte que contenga sílice conocido tal como, por ejemplo, sílice-alúmina, sílice-titania y sílice-alúmina-titania. También puede usarse cualquier otro soporte conocido tal como fosfato de aluminio. La invención también es aplicable a polimerizaciones que usan catalizadores organometálicos incluyendo los denominados con frecuencia en la técnica como catalizadores de Ziegler (o catalizadores de Ziegler-Natta) y catalizadores metalocénicos.

Haciendo referencia ahora a los dibujos, la FIG. 1 muestra un reactor de bucle 10 que tienen segmentos verticales 12, segmentos horizontales superiores 14 y segmentos horizontales inferiores 16. Estos segmentos horizontales superiores e inferiores definen zonas superior e inferior del flujo horizontal. El reactor es refrigerado por medio de dos intercambiadores de calor tubulares formados por la tubería 12 y la camisa 18. Cada segmento está conectado al segmento siguiente por una curva o codo 20 suave, proporcionando de este modo un trayecto de flujo continuo sustancialmente exento de obstrucciones internas. La mezcla de polimerización se hace circular por medio del impulsor 22 (mostrado en la FIG. 8) accionado por el motor 24. El monómero, comonómero, si hay, y el diluyente de aporte se introducen a través de las líneas 26 y 28, que respectivamente pueden entrar en el reactor directamente en una o una pluralidad de localizaciones o pueden combinarse con la línea 30 de reciclado de diluyente condensado como se muestra. El catalizador se introduce a través del medio de introducción de catalizador 32 que proporciona una zona (localización) para la introducción de catalizador. El apéndice hueco alargado para retirar continuamente una suspensión de producto intermedio está denominado de forma genérica por el carácter de referencia 34. El mecanismo de retirada continua 34 está localizado en, o adyacente a un extremo corriente abajo de una de las secciones 16 del bucle del reactor horizontal inferior, o en un codo de conexión 20.

El apéndice de retirada continua se muestra en el extremo corriente abajo de un segmento horizontal inferior del reactor de bucle que es la localización preferida. La localización puede estar en una zona próxima al último punto en el bucle en el que el flujo gire hacia arriba antes del punto de introducción de catalizador para permitir al catalizador nuevo el máximo tiempo posible en el reactor antes de su primer paso al punto de retirada. Sin embargo, el apéndice de retirada continua puede estar localizado en cualquier segmento o cualquier codo.

Además, el segmento del reactor al que está unido el apéndice de retirada continua puede ser de un diámetro mayor para ralentizar el flujo y por ello permitir adicionalmente la estratificación del flujo de modo que el producto que sale pueda tener una concentración de sólidos incluso mayor.

La suspensión de producto intermedio extraída continuamente se hace pasar a través del conducto 36 a una primera cámara, por ejemplo, una cámara de evaporación instantánea 38 de alta presión. El conducto 36 incluye un conducto circundante 40 que está provisto con un fluido calentado que proporciona calentamiento indirecto al material de la suspensión en un conducto 36 de la línea de evaporación instantánea. El diluyente vaporizado sale de la cámara de evaporación instantánea 38 a través del conducto 42 para el posterior procesado que incluye condensación por un intercambiador de calor simple usando el condensador de reciclado 50 y se devuelve al sistema, sin necesidad de compresión, a través de la línea 30 de diluyente reciclado. El condensador de reciclado 50 puede utilizar cualquier fluido de intercambio de calor adecuado conocido en la técnica en condiciones conocidas en la técnica. Sin embargo, preferiblemente se usa un fluido a una temperatura que puede proporcionarse de forma económica. Un intervalo de temperatura adecuado para este fluido varía de aproximadamente 0 °C (32 °F) a aproximadamente 93 °C (200 °F), de forma alternativa de aproximadamente 21 °C (70 °F) a aproximadamente 38 °C (100 °F). Las partículas de polímero son extraídas de la cámara de evaporación instantánea 38 de alta presión a través de la línea 44 para el posterior procesado usando técnicas conocidas en la técnica. Preferiblemente se hacen pasar a una cámara de evaporación instantánea 46 de baja presión y a continuación se recuperan como polímero producto a través de la línea 48. El diluyente separado pasa a través del compresor 47 a la línea 42. Este diseño de evaporación instantánea de alta presión se describe ampliamente en Hanson and Sherk, patente estadounidense número 4.424.341. En la patente estadounidense número 4.424.341, se proporciona un procedimiento de recuperación de sólidos poliméricos de un efluente de polimerización que comprende una suspensión de los sólidos poliméricos en un diluyente líquido. El procedimiento comprende calentar el efluente y vaporizar el diluyente en el efluente calentado exponiendo el efluente calentado a una caída de presión en una primera etapa de evaporación instantánea. La presión y temperatura del efluente calentado en la primera etapa de evaporación instantánea son tales que se vaporizará una mayor cantidad de diluyente y el vapor puede condensarse sin compresión por intercambio térmico con un fluido que tiene una temperatura en el intervalo de aproximadamente 4 °C (40 °F) a aproximadamente 54 °C (130 °F). El diluyente vapor se separa de los sólidos poliméricos y a continuación se condensa si compresión por el intercambiador de calor con un fluido que tiene una temperatura en el intervalo de aproximadamente 4 °C (40 °F) a aproximadamente 54 °C (130 °F). Los sólidos poliméricos de la primera etapa de evaporación instantánea se someten a continuación a una etapa de evaporación instantánea de menor presión para vaporizar diluyente que queda adicional, si hay, y el diluyente vapor y el polímero se separan.

De forma sorprendente, se han encontrado que la retirada continua no solo permite una mayor concentración de sólidos corriente arriba en el reactor, sino que también permite una mejor operación de la cámara de evaporación instantánea de alta presión, permitiendo así que la mayor parte del diluyente extraído sea separado por evaporación instantánea y reciclado sin compresión. De hecho, de un 70 a 90 por ciento del diluyente puede recuperarse generalmente de este modo. Preferiblemente, 90 a 95 por ciento o más, de forma alternativa 90 a 99 por ciento o más, de forma alternativa 90 a 99,9 por ciento o más, del diluyente se reserva de este modo. Debido a que el flujo es continuo en lugar de intermitente, los calentadores de la línea de evaporación instantánea funcionan mejor. Además, las líneas de evaporación instantánea pueden diseñarse con un valor apropiado de pérdida de presión para conseguir altas velocidades y altos coeficientes de transferencia de calor y limitar el flujo máximo. En tales diseños, la presión de salida del conjunto de retirada continua (CTO) será mayor que la que sería en caso contrario. La pérdida de presión después de la válvula de retirada continua (que regula la velocidad del flujo continuo que sale del reactor) no es tan drástica como la pérdida de presión después de la válvula de encendido de una rama de sedimentación. Con ramas de sedimentación, la temperatura de la suspensión en la línea de evaporación instantánea es mayor, y se transfiere menos calor a la suspensión, haciendo menos eficiente el calentador de la línea de evaporación instantánea.

De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención, el calentador de la línea de evaporación instantánea descarga a un ciclón que separa diluyente vaporizado de sólidos poliméricos. El ciclón puede estar conectado a un depósito de evaporación instantánea o un receptor de polvo como se muestra en la FIG. 11, que se describe con más detalle más adelante.

La FIG. 2 muestra el codo 20 con un mecanismo de retirada continua 34 con mayor detalle. El mecanismo de retirada continua comprende un cilindro de retirada 52, una línea de extracción de suspensión 54, una válvula de corte 55 de emergencia, una válvula de motor proporcional 58 para regular el flujo y una línea 60 de rociado. El reactor funciona lleno de "líquido". Debido al monómero disuelto el líquido tiene una compresibilidad ligera, permitiendo de este modo controlar la presión del sistema lleno de líquido con una válvula. La entrada de diluyente se mantiene por lo general constante, usándose la válvula de motor proporcional 58 para controlar la tasa de extracción continua para mantener la presión total del reactor dentro de los puntos de consigna de diseño.

La FIG. 3, que está tomada a lo largo de la línea de la sección 3-3 de la FIG. 2, muestra la curva suave o codo 20 que tiene asociado con el mecanismo de retirada continua 34 con mayor detalle, siendo así el codo 20 un codo que porta un apéndice. Como se muestra, el mecanismo comprende un cilindro de retirada 52 unido, en este caso, con un ángulo recto a una tangente de la superficie exterior del codo. Del cilindro de retirada 52 sale una línea de extracción de suspensión 54. En el cilindro de retirada 52 hay dispuesta una válvula de pistón 62 que sirve para dos propósitos. Primero, primero proporcionar un mecanismo de limpieza sencillo y fiable para el cilindro de retirada si alguna vez se ensucia con el polímero. Segundo, puede servir como una válvula de corte sencilla y fiable para todo el conjunto de retirada continua.

La FIG. 4 muestra una orientación de unión preferida para el cilindro de retirada 52 en el que está fijado tangencialmente a la curvatura del codo 20 y en un punto justo antes de que el flujo de suspensión gire hacia arriba. Esta abertura es elíptica a la superficie interior. Además, para mejorar la retirada de sólidos, podría realizarse un agradamiento.

La FIG. 5 muestra cuatro cosas. Primera, muestra una orientación en ángulo del cilindro de retirada 52. El cilindro de retirada se muestra a un ángulo, alfa, respecto al plano que (1) es perpendicular a la línea central del segmento horizontal 16 y (2) situado en el extremo corriente abajo del segmento horizontal 16. El ángulo con este plano se toma en la dirección corriente abajo desde el plano. El vértice del ángulo es el punto central del radio del codo como se muestra en la FIG.5. El plano puede describirse como el plano en sección transversal del segmento horizontal. Aquí el ángulo representado es de aproximadamente 24 grados. Segundo, muestra una pluralidad de apéndices de retirada continua, 34 y 34a. Tercero, muestra un apéndice, 34, orientado en un plano de la línea central vertical del segmento inferior 16, y el otro, 34a, localizado en un ángulo a dicho plano que se mostrará con más detalle en la FIG. 6. Finalmente, muestra la combinación de apéndices de retirada continua 34 y una rama de sedimentación 64 convencional para la extracción del lote, si se desea.

En otra realización de la presente invención, se proporciona un proceso de polimerización. El proceso comprende: 1) polimerizar, en una zona de reacción de bucle, al menos un monómero olefínico en un diluyente líquido para producir una suspensión de fluido, donde la suspensión de fluido comprende diluyente líquido y partículas de polímero olefínico sólidas; 2) extraer la suspensión de fluido que comprende extraer diluyente líquido y extraer partículas de polímero sólidas llevando a cabo de forma alternativa las siguientes etapas: a) dejar que la suspensión de fluido sedimente en al menos una zona de sedimentación y, a continuación, extraer un lote de la suspensión así sedimentada de la zona de sedimentación como producto intermedio del proceso, cerrando después la válvula en la zona inferior de la zona de sedimentación; y b) a continuación extraer de forma continua la suspensión de fluido que comprende extraer diluyente líquido y extraer partículas de polímero sólidas como producto intermedio del proceso. En la etapa b) las condiciones del reactor pueden ajustarse durante la puesta en marcha para elevar los sólidos en el reactor al menos en un 10 %.

Como puede apreciarse de los tamaños relativos, los cilindros de retirada continua son mucho menores que las ramas de sedimentación convencionales. Con todo, tres apéndices de retirada continua de 51 mm (2 pulgadas) de diámetro pueden retirar más suspensión producto que ramas de sedimentación de 200 mm (8 pulgadas) de DI. Esto es significativo puesto que con los grandes reactores de bucle comerciales actuales de 57-68 m³ (15.000-18.000 galones) de capacidad se usan seis ramas de sedimentación de 200 mm (8 pulgadas). No es deseable aumentar el tamaño de las ramas de sedimentación debido a la dificultad de fabricar válvulas fiables para mayores diámetros. Como se ha indicado antes, doblar el diámetro de la tubería aumenta el volumen cuatro veces y sencillamente no hay suficiente espacio para que puedan disponerse fácilmente cuatro veces más ramas de sedimentación. Además, a mayor número de grandes ramas de sedimentación más costoso y más requerimientos de esquema de control complicado que los dispositivos de retirada continua más pequeños. Por ello, la invención hace posible la operación de reactores más grandes y más eficientes. Por la presente invención son posibles reactores de 76 m³ (20.000 galones) o mayores, e incluso 114 m³ (30.000 galones) o mayores. En general, los cilindros de retirada continua tendrán un diámetro interno nominal en el intervalo de 25 mm (1 pulgada) a menos de 200 mm (8 pulgadas). Preferiblemente, tendrán aproximadamente 25-76 mm (2-3 pulgadas) de diámetro interno. Además, los cilindros de retirada continua menores tienen generalmente menos riesgo que las más numerosas ramas de sedimentación de mayor diámetro. Esto se debe a que si se produce un fallo en las tuberías, se ve implicada una tubería pequeña y por ello menor relación de pérdidas de compuesto hidrocarbonado. Además, los cilindros de retirada continua tienen una menor tendencia a taponarse y, por ello, a implicarse en procedimientos de mantenimiento peligrosos.

La FIG. 6 está tomada a lo largo de la línea de la sección 6-6 de la FIG. 5 y muestra el cilindro de retirada continua 34a unido en un lugar que está orientado en un ángulo, beta, a un plano vertical que contiene la línea central del reactor. A este plano puede hacerse referencia como el plano central vertical del reactor. Este ángulo puede tomarse desde cualquier lado del plano o desde ambos lados si este no es cero. El vértice del ángulo está situado en la línea central del reactor. El ángulo está contenido en un plano perpendicular a la línea central del reactor como se muestra en la FIG. 6.

Se aprecia que hay tres conceptos de orientación aquí. El primero es la orientación de unión, es decir, tangencial como en la FIG. 4 y perpendicular como en la FIG. 2 o 7 o cualquier ángulo entre estos dos límites de 0 y 90 grados. El segundo es la orientación relativa a qué distancia está la curva del codo de la unión como se representa por el ángulo alfa (FIG. 5). Este puede ser cualquiera entre 0 y 60 grados pero preferiblemente es de 0 a 40 grados, más preferiblemente de 0 a 20 grados. El tercero es el ángulo, beta, desde el plano central del segmento longitudinal (FIG.

6). Este ángulo puede ser de 0 a 60 grados, preferiblemente de 0 a 45 grados, más preferiblemente de 0 a 20 grados.

La FIG. 7 muestra una realización en la que el cilindro de retirada continua 52 tiene una orientación de unión de perpendicular, una orientación alfa de 0 (inherente puesto que está en el extremo, pero todavía en la sección recta) y una orientación beta de 0, es decir, es recta en el plano de la línea central vertical del segmento horizontal inferior 16.

5 La FIG. 8 muestra con detalle el medio de impulsión 22 para mover de forma continua la suspensión a lo largo de su trayecto de flujo. Como puede apreciarse en esta realización, el impulsor está en una sección ligeramente ampliada de tubería, que sirve como zona de propulsión para los reaccionantes circulantes. Preferiblemente el sistema es operado para generar una diferencia de presión manométrica de al menos 124 kPa (18 psig) preferiblemente al menos 138 kPa (20 psig), más preferiblemente al menos 152 kPa (22 psig) entre los extremos corriente arriba y corriente abajo de la zona de propulsión en un reactor de 65,96 cm (2 pies) de diámetro nominal con una longitud de trayecto de flujo total de aproximadamente 290 m (950 pies) usando isobutano para preparar fundamentalmente polímeros de etileno. Una presión manométrica de hasta 345 kPa (50 psig) o más es posible. Esto puede realizarse controlando la velocidad de rotación del impulsor, reduciendo el hueco entre el impulsor y la pared interna de la cubierta de la bomba o usando un diseño de impulsión más agresivo como es conocido en la técnica. Esta diferencia de presión más elevada puede producirse también mediante el uso de al menos una bomba adicional.

15 En general, el sistema se opera para generar una diferencia de presión, expresada como pérdida de presión por unidad de longitud del reactor, de al menos 2,13 cm (0,07 pies), en general 2,13 a 4,57 cm (0,07 a 0,15 pies) de pérdida de presión en altura de la suspensión por pie de longitud del reactor para un reactor con un diámetro nominal de 60,96 cm (24 pulgadas). Preferiblemente, esta pérdida de presión por longitud unitaria es de 0,09 a 0,11 para un reactor de 60,96 cm (24 pulgadas) de diámetro interno. Para mayores diámetros, es necesaria una mayor velocidad de la suspensión y una mayor pérdida de presión por unidad de longitud. Esto supone que la densidad de la suspensión varía en general de aproximadamente 0,5-0,6.

20 La FIG. 9 muestra los segmentos superiores como semicírculos a 180 grados que es la configuración preferida. Los segmentos verticales son al menos del doble de longitud, en general aproximadamente de siete a ocho veces la longitud de los segmentos horizontales. Por ejemplo, el trayecto de flujo vertical puede ser de 58-69 m (190-225 pies) y los segmentos horizontales 7,6-9,1 m (25-30 pies) en la longitud del trayecto de flujo. Puede emplearse cualquier número de bucles además de los cuatro representados aquí y los ocho representados en la FIG. 1, pero por lo general se usan cuatro u ocho. La referencia a un diámetro nominal de dos pies se refiere a un diámetro interno de aproximadamente 556 mm (21,9 pulgadas). La longitud de flujo es por lo general mayor de 152 m (500 pies), en general mayor de 274 m (900 pies), siendo bastante satisfactorio 286-610 m (940 a 2000 pies).

25 La FIG. 10 muestra un reactor de bucle 11 horizontal que incluye segmentos horizontales y segmentos curvados y verticales rectos. Los segmentos verticales definen zonas de flujo vertical. El reactor está refrigerado por medio de dos intercambiadores de calor tubulares formados por la tubería 12 y la camisa 18. Como se muestra, cada segmento vertical recto está conectado a un segmento horizontal por una curva suave o codo 20, proporcionando así un trayecto de flujo continuo sustancialmente exento de obstrucciones internas. Como se muestra, los segmentos verticales curvados son semicírculos de 180 grados que se extienden desde segmentos horizontales adyacentes, la cual es otra configuración deseable, con tal que los segmentos verticales estén conectados a los segmentos horizontales.

30 En la FIG. 10, los segmentos horizontales son al menos del doble de longitud, en general de aproximadamente siete a ocho veces la longitud de los segmentos verticales. Por ejemplo, los segmentos horizontales pueden ser de 58-69 m (190-225 pies) en la longitud del trayecto de flujo y los segmentos verticales pueden ser de 7,6-9,1 m (25-30 pies) en la longitud del trayecto de flujo. Puede emplearse cualquier número de bucles además de los cuatro representados aquí, pero por lo general se usan cuatro u ocho. La referencia a un diámetro nominal de dos pies se refiere a un diámetro interno de aproximadamente 556 mm (21,9 pulgadas). La longitud de flujo es por lo general mayor de 152 m (500 pies), en general mayor de 274 m (900 pies), siendo bastante satisfactorio 286-610 m (940 a 2000 pies).

35 El apéndice de retirada continua 34 se muestra en el extremo corriente abajo de un segmento horizontal del reactor de bucle. La localización puede estar en una zona próxima al último punto en el bucle en el que el flujo gira hacia arriba antes del punto de introducción de catalizador para permitir al catalizador nuevo el máximo tiempo posible en el reactor antes de que este pase primero a un punto de retirada. Sin embargo, el apéndice de retirada continua puede estar localizado en cualquier segmento o cualquier codo.

40 El reactor de bucle horizontal de la FIG. 10 puede usarse como una alternativa al reactor de bucle vertical de las FIGS. 1 y 9 y en combinación con cualquiera del resto de las características de la presente invención.

45 La FIG. 11 muestra una disposición para el sistema de recuperación corriente abajo para separar las partículas de polímero sólidas del diluyente en la suspensión de producto intermedio extraída del reactor de polimerización. Después de que la suspensión de producto intermedio se extrae del reactor, esta pasa a través de uno o más conductos 36. Los conductos 36 incluyen típicamente conductos 40 circundantes que están provistos de un fluido calentado, formando de este modo calentadores en la línea de evaporación instantánea para proporcionar un calentamiento indirecto a la suspensión que viaja a través de la línea de evaporación instantánea 36. Este calentador de la línea de evaporación instantánea calienta el efluente del reactor, o al menos previene un excesivo enfriamiento

del efluente. El conducto 40 circundante puede ser esencialmente de la misma longitud que la línea de evaporación instantánea 36. En algunos sistemas que utilizan un calentador de la línea de evaporación instantánea, algo o todo el diluyente se evaporará instantáneamente en la línea de evaporación instantánea 36 antes de la introducción en la cámara de evaporación instantánea 28. Sin embargo, los términos “cámara de evaporación instantánea” y “depósito de evaporación instantánea” se usan todavía con frecuencia para el depósito que sigue a la línea de evaporación instantánea, en la que el diluyente vaporizado se separa de los sólidos poliméricos. El “depósito de evaporación instantánea” o “cámara de evaporación instantánea” se usan todavía aunque haya poca o nula evaporación instantánea en el depósito de evaporación instantánea si todo o sustancialmente todo el diluyente se vaporiza en la línea de evaporación instantánea. En algunos diseños que tienen las líneas de evaporación instantánea que descargan a mayores presiones y sin dispositivos de secado corriente abajo, las líneas de evaporación instantánea se diseñan para que haya poca o nula pérdida de presión al entrar en el depósito que sigue que no sea la asociada al flujo en la línea a alta velocidad y que no cambia este flujo a medida que entra en el depósito. También se contempla que todo o sustancialmente todo el diluyente se vaporice en el momento en el que el material extraído alcanza el depósito después de la línea de evaporación instantánea.

El conducto 36 puede estar rodeado por varias secciones de conducto 40 circundante para proporcionar mayor control sobre el calentamiento de la línea de evaporación instantánea. Por ejemplo, un calentador de la línea de evaporación instantánea puede tener 20 o más secciones de conducto circundante, cada 6 o más metros de longitud. Las secciones de calentador de la línea de evaporación instantánea pueden compartir un controlador de vapor, para efectuar el control de temperatura, o pueden tener controladores de vapor individuales. Como se describe en la patente estadounidense número 4.424.341, el conducto 40 circundante estará provisto de vapor de baja presión para evitar la fusión de las partículas de polímero sólidas que se desplazan a través del conducto 36 de la línea de evaporación instantánea.

La suspensión de producto intermedio pasa a través del conducto 36 al equipo de separación corriente abajo. El calentador de las líneas de evaporación instantánea puede descargar a un “embudo” 66 y un ciclón 68 como se muestra en la FIG. 11. El embudo 66 proporciona una zona en la que el material en una pluralidad de líneas de evaporación instantánea 36 puede combinarse para formar una única corriente que comprende diluyente y partículas de polímero sólidas. Como tal, este embudo no necesita tener una abertura en la punta que sea mayor que la abertura de la parte inferior (como tiene un embudo doméstico), sino que puede ser de cualquier forma o tamaño que facilite la fusión de una o más corrientes individuales en la entrada a una corriente combinada en la salida. Este embudo puede usarse para adaptar la corriente a las dimensiones de la entrada del ciclón convencional descrito más adelante. Además, como las velocidades en las líneas de evaporación instantánea son a veces muy altas, el embudo o pieza de transición puede usarse para ralentizar la suspensión a velocidades aceptables para su uso en un ciclón. Además, el embudo puede diseñarse de modo que haya más de una entrada al ciclón o de modo que pudiera usarse más de un ciclón.

Del embudo 66, la corriente única puede alimentarse a un ciclón 68 en el que el diluyente vaporizado y otros componentes en fase vapor se separan de las partículas de polímero sólidas. Un ciclón 68 separa vapor y sólidos por medio de la fuerza centrífuga. Los ciclones se usan ampliamente para la recogida de polvo así como para una amplia diversidad de otras aplicaciones. (Véase Perry's Chemical Engineers' Handbook, Séptima Ed., páginas 17-27). Las ilustraciones de Perry no representan el ciclón de alta eficiencia que se va a usar en este servicio. Un gas cargado de partículas entra en una cámara cilíndrica o cónica tangencialmente en uno o más puntos y lo abandona a través de una abertura central. Las partículas, en virtud de su inercia, tenderán a moverse hacia la pared exterior del separador, desde la cual caen en una cámara de recepción. Un ciclón es similar a una cámara de sedimentación, salvo porque la aceleración gravitacional es al menos parcialmente reemplazada por la aceleración centrífuga. En un ciclón, el trayecto del gas implica un doble vórtice, moviéndose el gas en espiral hacia abajo en la parte externa y hacia arriba en la interna. El gas sale en la porción superior del ciclón, y los sólidos salen en la porción inferior del ciclón.

El ciclón 68 puede operarse a una presión y temperatura similares a las usadas para las cámaras de evaporación instantánea de alta presión descritas antes. A modo de ejemplo adicional, el ciclón 68 puede operarse a las presiones y temperaturas empleadas de forma típica para una cámara de evaporación instantánea de presión, por ejemplo, la cámara de evaporación instantánea de presión intermedia de un sistema de evaporación instantánea de dos etapas como el mostrado en Hanson y col., patente estadounidense número 4.424.341. Preferiblemente, el ciclón o zona ciclónica pueden operarse a una presión en el intervalo de 689-10340 kPa (7-105 kg/cm² / 100-1500 psia), de forma alternativa 862-1896 kPa (125-275 psia / 8,8-19 kg/cm²), de forma alternativa 1034-1724 kPa (150-250 psia / 10,5-17,6 kg/cm²), de forma alternativa 965-1310 kPa (140-190 psia / 9,8-13,4 kg/cm²), de forma alternativa aproximadamente 1172 kPa (170 psia / 11,9 kg/cm²). El ciclón o zona ciclónica pueden operarse a una temperatura en el intervalo de 37,8-121°C (100-250°F), preferiblemente 54,4-110°C (130-230°F), más preferiblemente 65,6-98,9°C (150-210°F) o 76,6-93,3°C (170-200°F). Los intervalos más estrechos son particularmente adecuados para polimerizaciones usando comonomeros de 1-hexeno y diluyente isobutano, siendo los intervalos más amplios adecuados para comonomeros de 1-olefina superiores y diluyentes hidrocarbonados en general.

Dirigiendo las líneas de evaporación instantánea al ciclón, puede conseguirse una mayor eficiencia de separación y sustancialmente todos los sólidos pueden separarse de la corriente vapor superior. La separación completa del vapor de compuestos hidrocarbonados tiene lugar en la columna de purga. El ciclón puede estar conectado a un depósito de evaporación instantánea o a un receptor de polvo 70 como se muestra en la FIG. 11. Debido a que una mayoría del

vapor es separada por el ciclón 68, el receptor de polvo 70 puede ser más pequeño que las cámaras de evaporación instantánea o los separadores de gas de evaporación instantánea que se han usado en el pasado. Por ejemplo, el volumen de un receptor de polvo ejemplo (la zona de recepción) puede estar en el intervalo de 127,5 m³ (33,675 galones) ((33x71 cm (13"X28") más cono) mientras que el receptor de polvo sería de aproximadamente 51,1 m³ (13,500 gal) (con dimensiones aproximadas de 25,4x50,8 cm (10"X20") más cono), y ambos tendrían una capacidad de diseño de 20.000 kg (44.000 libras) de producto polimérico intermedio descargado de la zona de reacción y procesado en el sistema de recuperación. Esto es para un sistema receptor de polvo para un reactor de bucle que tiene un volumen de 127 m³ (35.500 galones). El receptor de polvo 70 puede ser más pequeño porque se usa poco o nada de espacio para separar gas de polvo. Otra ventaja es que en general no es necesaria una línea que discurra en sentido descendente en el ciclón.

El diluyente vaporizado sale del ciclón 68 a través del conducto 72 para el procesado posterior que puede incluir hacerlo pasar a través de un filtro 74 de gas de evaporación instantánea en el que se separan los finos del gas de la evaporación instantánea. Los finos se hacen pasar por el filtro 74 usando válvulas de circulación 76a y 76b. El gas de evaporación instantánea sale de la parte superior del filtro 74. El gas de evaporación instantánea puede condensarse por intercambio de calor indirecto o por compresión y reciclado al reactor de polimerización o sistemas relacionados. Las partículas de polímero se extraen del receptor de polvo 70 y pasan a una cámara de polvos 78. La cámara de polvos 78 está localizada después del receptor de polvo 70, o más particularmente después de la válvula de control 80 que controla la salida del receptor de polvo. La válvula de control 80 puede ser una válvula de circulación de bola situada corriente arriba de la cámara de polvos 78 y puede estar situada una segunda válvula de circulación de bola 82 corriente abajo de la cámara de polvos 78. La cámara de polvos 78 puede actuar como una cámara de reducción, para reducir la presión del material que es transferido desde el receptor de polvo 70.

Las válvulas de circulación operan de modo que la válvula superior se abre mientras que la inferior está cerrada. Durante este período, la cámara de polvos 78 se llena con los sólidos poliméricos procedentes del receptor de polvo 70, hasta un nivel o cantidad deseada de sólidos poliméricos, para no superar la capacidad permitida máxima. De preferencia, la cámara de polvos se llena totalmente. La velocidad a la cual el ciclo de la válvula se repite se varía para controlar el nivel de polvo en el receptor de polvo 70. Cuando se alcanza el nivel o cantidad deseada, la válvula superior 80 se cierra y se abre la válvula inferior 82, y los sólidos poliméricos se transfieren a un recipiente de presión relativamente baja, tal como una columna de purga. Estas etapas se repiten según se necesite para transferir el material desde el receptor de polvo 70 a la columna de purga. Puede conectarse un controlador en la primera válvula y en la segunda válvula, y el controlador puede adaptarse para alternar la apertura de cada una de las válvulas.

Preferiblemente, el controlador de la válvula de circulación puede usarse para mantener un nivel constante de producto polimérico intermedio en la parte inferior de la cámara de evaporación instantánea. Esto proporciona al diluyente en el polímero producto tiempo para difundirse desde el interior de la partícula a la superficie y vaporizarse. Además, mantener un nivel en la cámara de evaporación instantánea puede proporcionar a las válvulas de circulación un "sello polimérico" tal que si el asiento de la válvula está desgastado o no sella perfectamente el gas de la zona de alta presión (pero todavía mantiene la mayor parte del polímero) de la zona de baja presión, todo el gas de alta presión que se fugue desde la zona de alta presión a la zona de baja presión tiene que pasar a través del trayecto tortuoso del espacio vacío entre las partículas. Esto ralentiza la fuga de gas de alta presión a la zona de baja presión. Ambos puntos contribuyen a una eficiencia mejorada de la recuperación de gas de evaporación instantánea de alta presión a través de la condensación sin compresión. Pueden usarse otros medios adecuados de operar las válvulas primera y segunda de modo que las válvulas no estén abiertas al mismo tiempo.

Las válvulas de circulación pueden configurarse y operarse de modo que el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos se mantenga a un nivel deseado. El tiempo de residencia de los sólidos poliméricos se mantiene preferiblemente sustancialmente de cero a 2 minutos. De forma alternativa, el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos se mantiene preferiblemente en el intervalo de 10 segundos a 30 minutos. De forma alternativa, el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos se mantiene preferiblemente en los intervalos de 30 a 90 minutos o de 30 a 120 minutos.

Manteniendo un nivel deseado de partículas de polímero olefínico sólidas en una zona de presión intermedia, puede controlarse el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos, que es la intervalo de tiempo medio que una partícula de polímero pasa en la zona de presión intermedia. Un aumento en el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos permite la evaporación instantánea y/o separación de más diluyente, incluyendo más diluyente retenido, de los sólidos de polímero, aumentando de este modo la pureza y facilidad de procesado del polímero que sale de la zona. Además, manteniendo un nivel deseado de sólidos poliméricos en la zona de presión intermedia, puede crearse un sello de presión entre la zona y el equipo corriente arriba. Además, los costes de operación y mantenimiento se reducen proporcionando un sello de presión entre la zona de presión intermedia y la zona de purga que no requiere el uso de válvulas todo/nada. Adicionalmente, puede eliminarse la necesidad de una cámara de polvos separada. El sello de presión puede basarse en el nivel de sólidos poliméricos para restringir el flujo de diluyente gaseoso o líquido (si está presente) fuera de la zona de presión intermedia. Las partículas de sólidos poliméricos pueden cerrar sustancialmente la mayor parte del trayecto de flujo (área de la sección transversal) disponible para el diluyente. No obstante, se contempla que una pequeña fracción del trayecto de flujo pueda estar disponible a través de los pequeños huecos entre partículas adyacentes. Este pequeño flujo continuo puede reducir la eficiencia final de recuperación de diluyente en la zona de presión intermedia.

Otro modo de reducir los sólidos desde el depósito de evaporación instantánea de alta presión al depósito de evaporación instantánea de baja presión o columna de purga es usar una válvula de regulación; preferiblemente una válvula de bola con entalla en V. La válvula de bola con entalla en V reduce de forma sencilla el flujo de gas y sólidos por medio de un área de abertura variable y puede ser ajustada para mantener un nivel constante de sólidos en el depósito de evaporación instantánea de alta presión. Esta válvula puede reemplazar a las dos válvulas de circulación, la cámara de polvos 78, y es más pequeña, por lo que es menos costosa que las dos válvulas de circulación. Puesto que se mueve menos que las válvulas de circulación, la proporción de desgaste en la válvula es mucho menor que en las válvulas de circulación, y así los mantenimientos se reducen. Además, su operación estacionaria reduce oscilaciones de presión en el equipo corriente abajo de modo que puede operar de forma más consistente y sin que sus válvulas reaccionen constantemente a un aumento en la presión de la corriente. La válvula de bola con entalla en V sencilla u otra válvula adecuada (tal como una válvula rotatoria con una válvula de bola añadida con fines de aislamiento) usa el principio antes descrito de sello polimérico de modo que la válvula no tiene que manipular todas las pérdidas de presión entre las zonas de alta y de baja presión. La longitud y diámetro de la línea entre las dos zonas de presión pueden seleccionarse para controlar la tasa de fugas de gas que pasa por la válvula, la presión que la válvula ve y la distancia que separa los dos recipientes.

De la cámara de polvos 78, las partículas de polímero pueden hacerse pasar a una cámara de separación de baja presión o a una columna de purga. Se ha encontrado que la retirada continua no solo permite una mayor concentración de sólidos corriente arriba en el reactor, sino que también permite una mejor operación de los calentadores de la línea de evaporación instantánea y el ciclón, permitiendo de este modo que prácticamente todo el diluyente extraído se vaporice en la línea de evaporación instantánea y se separe en el ciclón.

Las FIGS. 12(a) y 12(b) muestran vistas desde arriba y lateral, de un ciclón para su uso en el presente proceso y aparato. El ciclón para el presente proceso puede configurarse de forma algo distinta al mostrado en la FIG. 12(a) y 12(b). Por ejemplo, no es necesario que la vista desde arriba sean círculos concéntricos para un ciclón de muy alta eficiencia. Como otro ejemplo, la parte inferior del ciclón puede ser mayor o cortada para proporcionar una salida inferior muy grande. El ciclón recibe una corriente de fluido del reactor de bucle a través de la entrada del ciclón 84. La entrada del ciclón 84 puede ser de cualquier forma pero con frecuencia es rectangular, y está dimensionada de modo que es mayor en la dirección vertical que en la horizontal. La entrada del ciclón 84 descarga la corriente de fluido en una porción superior 86 del ciclón. Descargando la corriente de fluido tangencialmente en un depósito, se produce una separación mejorada, incluso si el depósito no es, estrictamente hablando, un depósito ciclónico, y dicha descarga es por lo general superior a la descarga en una forma perpendicular. El fluido se desplaza hacia abajo vorticialmente hacia una porción inferior 88 del ciclón. Los sólidos se separan del vapor por la fuerza centrífuga. Los sólidos separados salen de una salida de sólidos 90 y el vapor separado sale de una salida de vapor 92, que puede prologarse una distancia en el ciclón. En la FIG. 12, Dc es el diámetro de la porción superior del ciclón. Bc es la anchura de la entrada, mientras que Hc es la altura de la entrada. Lc es la longitud de la porción superior del ciclón, y Zc es la longitud de la porción inferior ahusada del ciclón. Los tamaños relativos del ciclón en la FIG. 12 son opcionales. Normalmente, Fisher-Klosterman es el proveedor de elección para ciclones de alta eficiencia y puede consultarse su literatura para las configuraciones.

La Tabla 1 muestra el rendimiento estimado de una cámara de evaporación instantánea típica con las líneas de evaporación instantánea que entran tangencialmente. La cantidad de sólidos y la distribución del tamaño de partículas se dan para el polvo en la alimentación en la parte superior del ciclón

Tabla 1

| Parte de superior de la cámara de evaporación instantánea | | | | |
|---|-------------|--|--------------|---------------|
| Tamaño de tamiz normalizado | Micrómetros | Fracción de parte superior del depósito de evaporación instantánea | kg/h (lbs/h) | % en el tamiz |
| 16 | 1190 | - | - | - |
| 20 | 841 | - | - | - |
| 30 | 595 | - | - | - |
| 40 | 420 | - | - | - |
| 50 | 297 | - | - | - |
| 60 | 250 | - | - | - |

ES 2 562 491 T3

| Parte de superior de la cámara de evaporación instantánea | | | | |
|---|-------------|--|----------------|---------------|
| Tamaño de tamiz normalizado | Micrómetros | Fracción de parte superior del depósito de evaporación instantánea | kg/h (lbs/h) | % en el tamiz |
| 70 | 210 | - | - | - |
| 80 | 177 | 1,0 % | 7,94 (17,5) | 0,39 % |
| 100 | 149 | 2,0 % | 7,94 (17,5) | 0,39 % |
| 140 | 105 | 4,0 % | 15,876 (35,0) | 0,78 % |
| 200 | 74 | 8,0 % | 63,50 (140,0) | 3,11 % |
| 230 | 63 | 20,0 % | 396,9 (875,0) | 19,46 % |
| 270 | 53 | 60,0 % | 952,56 (2100) | 46,69 % |
| 325 | 44 | 70,0 % | 277,83 (612,5) | 13,62 % |
| PAN | - | 80,0 % | 317,52 (700,0) | 15,56 % |
| | | | 2040 (4497,5) | 100,00 % |

La Tabla 2 muestra el rendimiento estimado de una disposición de ciclón y receptor de polvo. Se muestra la distribución del tamaño de partículas para los sólidos alimentados al filtro de gas de la evaporación instantánea.

Tabla 2

| Alimentación al filtro de gas de la evaporación instantánea | | | | | | |
|---|-------------|---------------------------------------|-----------------------|--------------|---------------|--|
| Tamaño de tamiz normalizado | Micrómetros | Fracción de parte superior del ciclón | Eficiencia del ciclón | kg/h (lbs/h) | % en el tamiz | |
| 16 | 1190 | - | 100,0 % | - | - | |
| 20 | 841 | - | 100,0 % | - | - | |
| 30 | 595 | - | 100,0 % | - | - | |
| 40 | 420 | - | 100,0 % | - | - | |
| 50 | 297 | - | 100,0 % | - | - | |
| 60 | 250 | - | 100,0 % | - | - | |
| 70 | 210 | - | 100,0 % | - | - | |
| 80 | 177 | - | 100,0 % | - | - | |

ES 2 562 491 T3

| Alimentación al filtro de gas de la evaporación instantánea | | | | | | |
|---|-------------|---------------------------------------|-----------------------|----------------|---------------|--|
| Tamaño de tamiz normalizado | Micrómetros | Fracción de parte superior del ciclón | Eficiencia del ciclón | kg/h (lbs/h) | % en el tamiz | |
| 100 | 149 | - | 100,0 % | - | - | |
| 140 | 105 | 0,001 % | 100,0 % | 0,0041 (0,009) | 0,09 % | |
| 200 | 74 | 0,006 % | 100,0 % | 0,0476 (0,105) | 1,05 % | |
| 230 | 63 | 0,018 % | 100,0 % | 0,3574 (0,788) | 7,88 % | |
| 270 | 53 | 0,054 % | 99,9 % | 0,7628 (1,890) | 18,90 % | |
| 325 | 44 | 0,162 % | 99,8 % | 0,6432 (1,418) | 14,18 % | |
| PAN | - | 0,662 % | 99,3 % | 2,6268 (5,791) | 57,91 % | |
| | | | | 4,536 (10,000) | 100,00 % | |

EJEMPLOS

5 Se usó un reactor de polimerización de cuatro ramas verticales usando un impulsor de bomba de 660 mm (26 pulgadas) de Lawrence Pumps Inc. D51795/81-281 en una cubierta M51879/FAB para polimerizar etileno y 1-hexeno. Esta bomba se comparó con una bomba de 610 mm (24 pulgadas) que proporcionó una circulación menos agresiva (0,2011 m (0,66 pies) de pérdida de presión frente a 0,298 m (0,98 pies)). Esto se comparó con la misma circulación más agresiva y un conjunto de retirada continua (CTO) del tipo mostrado por el carácter de referencia 34 de la FIG. 5. Los resultados se muestran a continuación.

Tabla 3

| Descripción | Bomba de 610 mm (24") | Bomba de 660 mm (26") | Bomba de 660 mm (26") + CTO |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------------|
| Concentración media de sólidos en el reactor, % en peso | 39 | 45 | 53 |
| Caudal másico de producción de polímero, kg/h (mlbs/h) | 18190 (40,1) | 18461 (40,7) | 18098 (39,9) |
| Potencia de la bomba de recirculación del reactor, kw | 430 | 691 | 753 |
| Dif. presión de la bomba de circulación, kPa (psi) | 98,6 (14,3) | 154,4 (22,4) | 163,4 (23,7) |
| Cabeza de la bomba de circulación, m (ft) | 18,84 (61,8) | 28,19 (92,5) | 28,16 (92,4) |
| Caudal de la suspensión del reactor, m ³ /h (mGPM) | 8,858 (39) | 10,45 (46) | 10,22 (45) |

ES 2 562 491 T3

| Descripción | Bomba de 610 mm (24") | Bomba de 660 mm (26") | Bomba de 660 mm (26") + CTO |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------------|
| Densidad de la suspensión del reactor | 0,634 | 0,558 | 0,592 |
| Temperatura del reactor, °C, (°F). | 102 (215,6) | 103,5 (218,3) | 102,8 (217,0) |
| Concentración de etileno, % en peso | 4,43 | 3,67 | 4,9 |
| Concentración de 1-hexeno, % en peso | 0,22 | 0,17 | 0,14 |
| Coefficiente de transmisión de calor del reactor | 270 | 262 | 241 |
| Diámetro interno del reactor, cm (pulgadas) | 56,038 (22,0625) | 56,038 (22,0625) | 56,038 (22,0625) |
| Volumen del reactor, m ³ (gal) | 70,8 (18700) | 70,8 (18700) | 70,8 (18700) |
| Longitud del reactor, m (ft) | 286,82 (941) | 286,82 (941) | 286,82 (941) |
| Pérdida de presión por pie de reactor (por 30,38 cm), m/m (ft/ft) | (0,066) | (0,098) | (0,098) |

Aunque la invención se ha descrito con detalle con fines ilustrativos, no se interpretará que queda limitada de este modo, sino que se pretende que abarque todos los cambios incluidos en el ámbito de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de producción de partículas de polímero sólidas, comprendiendo el proceso:
polimerizar, en una zona de reacción de bucle, al menos un monómero para producir una suspensión de fluido que comprende partículas de polímero sólidas en un medio líquido;
- 5 extraer continuamente una porción de la suspensión, que comprende extraer medio líquido y extraer partículas de polímero sólidas, como un producto intermedio del proceso;
- hacer pasar el producto intermedio a través de un conducto calentado, produciendo un producto intermedio concentrado y un vapor;
- separar el vapor del producto intermedio concentrado por medio de la fuerza centrífuga en un ciclón; y
- 10 hacer pasar el producto intermedio concentrado a una zona de recepción.
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que al menos aproximadamente un 90 % del vapor se separa del producto intermedio concentrado en el ciclón y se hace pasar a una zona de filtro.
3. El proceso de la reivindicación 1 que comprende además:
hacer pasar el vapor separado desde el ciclón a un filtro; y
- 15 filtrar las partículas de polímero del vapor separado.
4. El proceso de la reivindicación 1, en el que al menos un 90 % de los sólidos poliméricos en el producto intermedio se separa del medio extraído en el ciclón.
5. El proceso de la reivindicación 1, que comprende además la etapa de mantener una concentración de partículas de polímero sólidas en la suspensión en la zona mayor de un 40 por ciento en peso.
- 20 6. El proceso de la reivindicación 1, en el que el diluyente vaporizado separado del ciclón se condensa si compresión por intercambio de calor con un fluido que tiene una temperatura en el intervalo de 0 °C (32 °F) a 93 °C (200 °F).
7. El proceso de la reivindicación 1, en el que el volumen de la zona de recepción está en el intervalo de 28 a 570 m³ (1000 a 20.000 pies cúbicos).
8. El proceso de la reivindicación 1, que comprende además la etapa de retener los sólidos poliméricos en la zona de recepción durante un tiempo de residencia de los sólidos poliméricos suficiente para retirar sustancialmente todo el diluyente no atrapado.
- 25 9. Un proceso según la reivindicación 8, en el que el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos varía de 10 segundos a 30 minutos.
10. Un proceso según la reivindicación 8, en el que el tiempo de residencia de los sólidos poliméricos varía de 30 a 120 minutos.
- 30 11. Un aparato reactor de bucle que comprende:
un reactor de bucle tubular adaptado para llevar a cabo un proceso de polimerización de olefinas que comprende polimerizar al menos un monómero olefínico para producir una suspensión de fluido que comprende partículas de polímero olefínico sólidas en un medio líquido; y
- 35 al menos un apéndice hueco alargado en comunicación de fluido directa con el reactor de bucle tubular adaptado para la retirada continua de una porción de la suspensión de fluido del reactor de bucle tubular;
una línea de evaporación instantánea en comunicación de fluido con el al menos un apéndice hueco alargado, donde la línea de evaporación instantánea está rodeada por un conducto adaptado para calentar indirectamente; y
un ciclón en comunicación de fluido con la línea de evaporación instantánea,
- 40 en el que la línea de evaporación instantánea descarga en el ciclón.
12. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 11 que comprende además:
una primera cámara en comunicación de fluido con el ciclón;
una segunda cámara en comunicación de fluido con la primera cámara; y
una primera válvula dispuesta entre la primera cámara y la segunda cámara;

una columna de purga en comunicación de fluido con la segunda cámara;

una segunda válvula dispuesta entre la segunda cámara y la columna de purga; y

un controlador para operar la primera válvula y la válvula de la segunda cámara de modo que las válvulas no estén abiertas al mismo tiempo.

5 13. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 12, en el que el volumen del reactor de bucle tubular está en el intervalo de 18.900 a 22.700 litros (5.000 a 60.000 galones).

14. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 11, en el que el ciclón comprende una salida de vapor y una salida de sólidos, y el aparato de reactor de bucle comprende además un filtro de partículas de polímero finas conectado de forma fluida con la salida de vapor del ciclón.

10 15. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 11 que comprende además un embudo conectado de forma fluida a, y dispuesto entre la línea de evaporación instantánea y el ciclón.

16. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 11 que comprende además un detector de nivel en contacto con la primera cámara para detectar el nivel de sólidos poliméricos en la primera cámara, en el que el detector de nivel está conectado a la primera válvula, y está adaptado para mantener un nivel deseado de sólidos poliméricos en la primera cámara.

15 17. El aparato reactor de bucle de la reivindicación 11 que comprende además un temporizador conectado a la primera válvula, en el que el temporizador determina la apertura y cierre de la primera válvula, de modo que los sólidos poliméricos son mantenidos en la primera cámara durante un tiempo deseado.

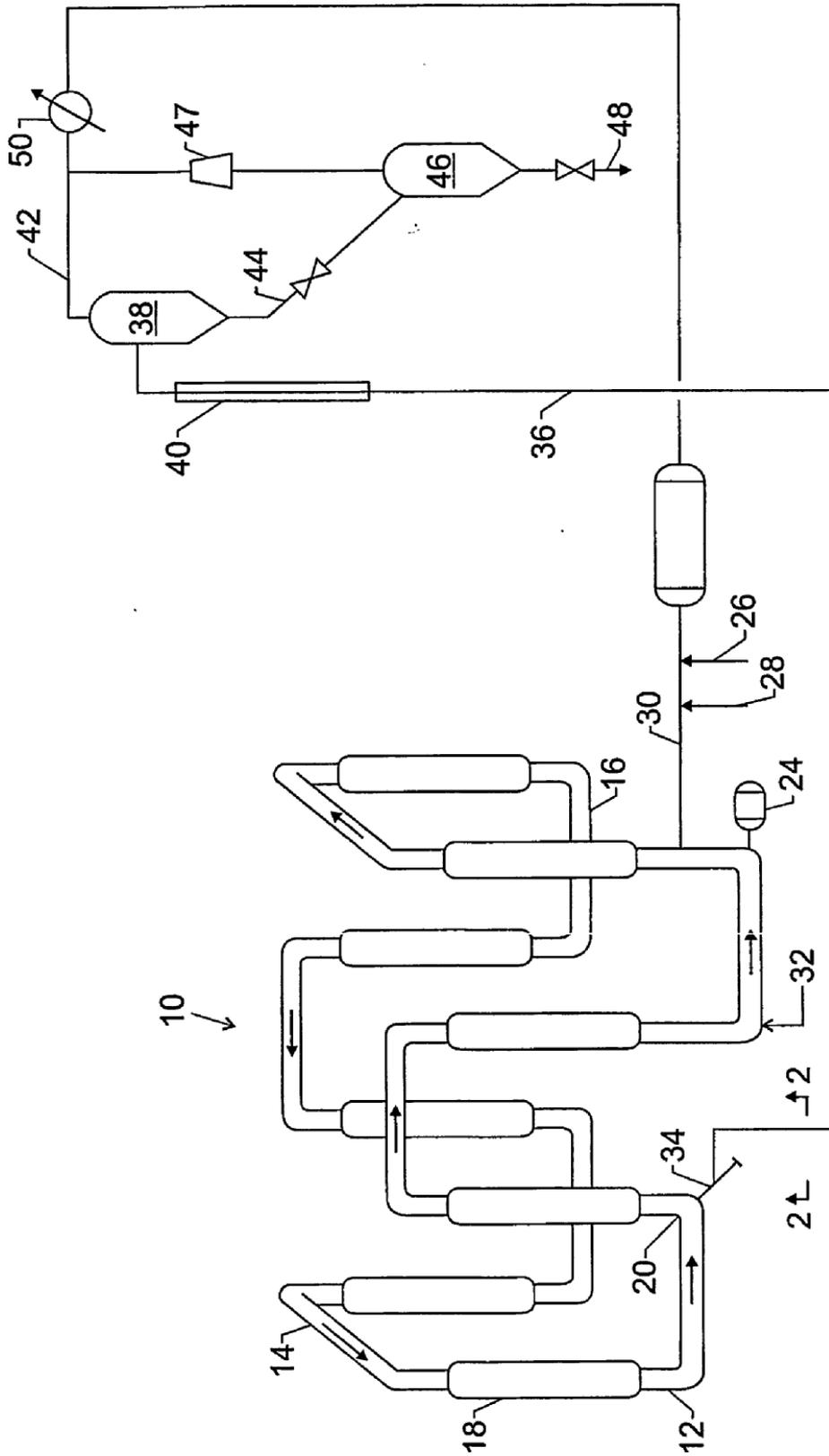


FIG. 1

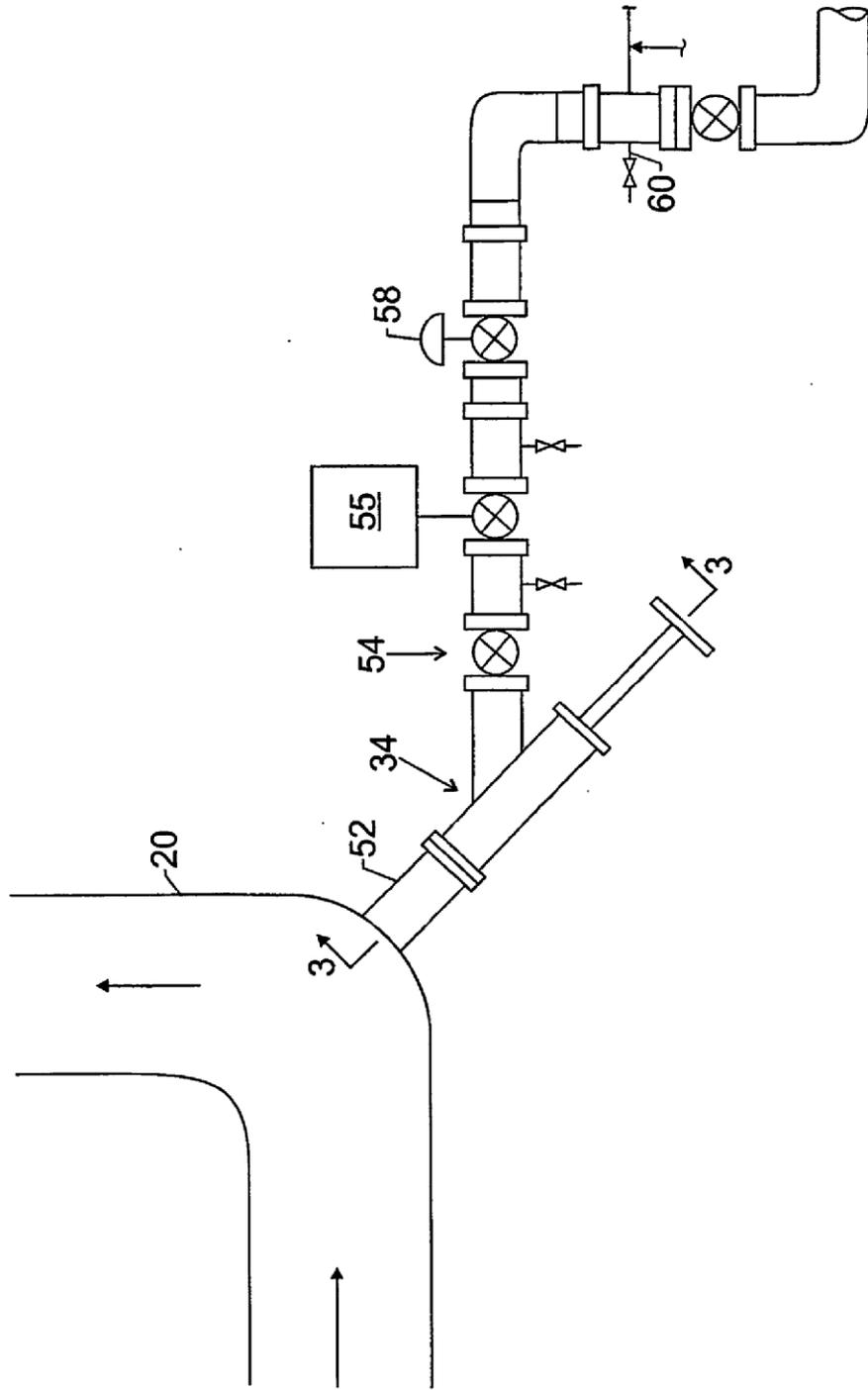


FIG. 2

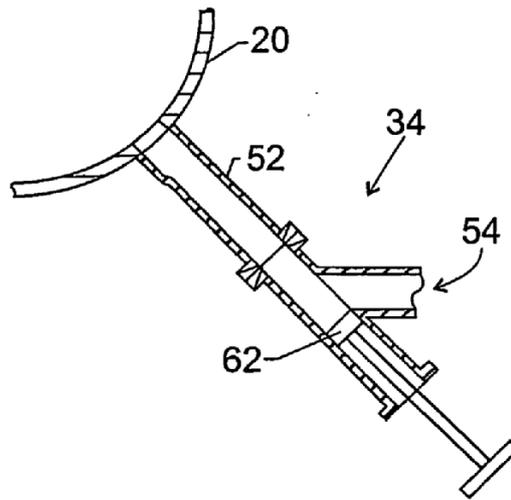


FIG. 3

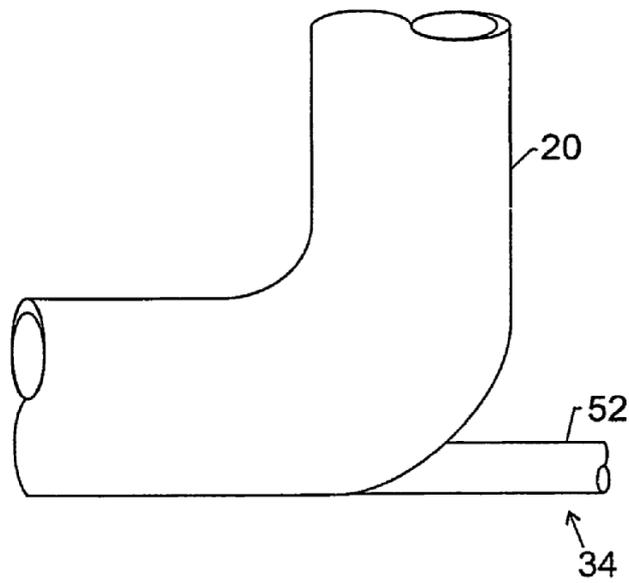


FIG. 4

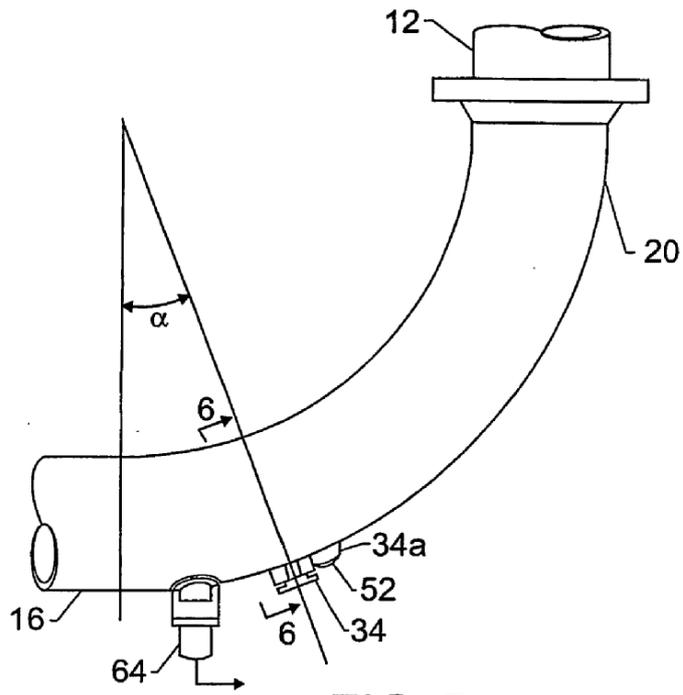


FIG. 5

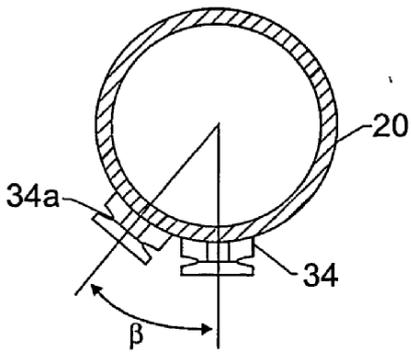


FIG. 6a

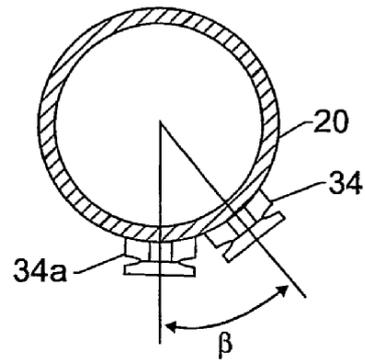


FIG. 6b

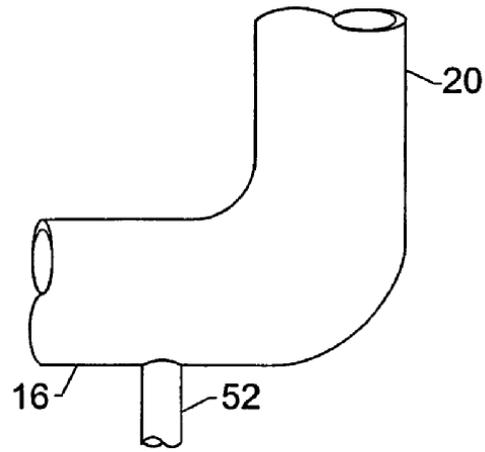


FIG. 7

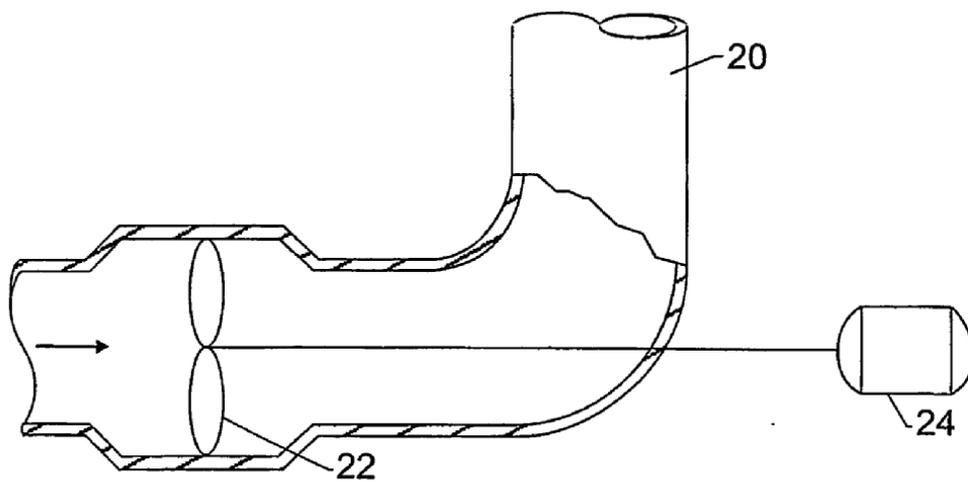


FIG. 8

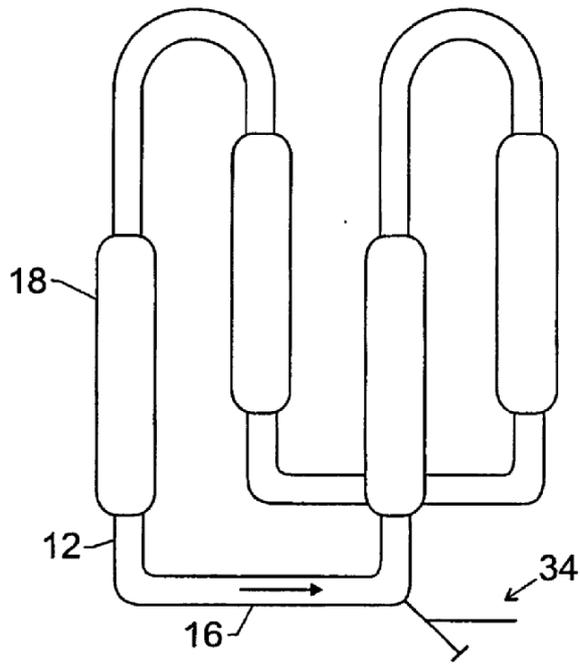


FIG. 9

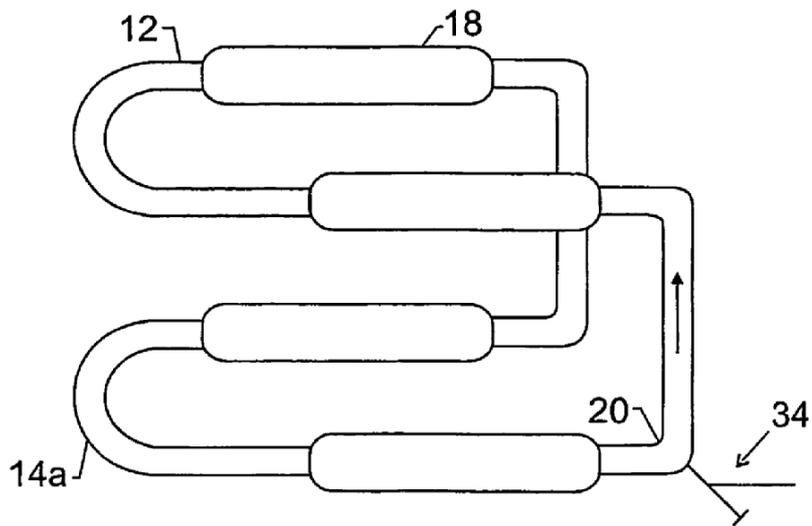


FIG. 10

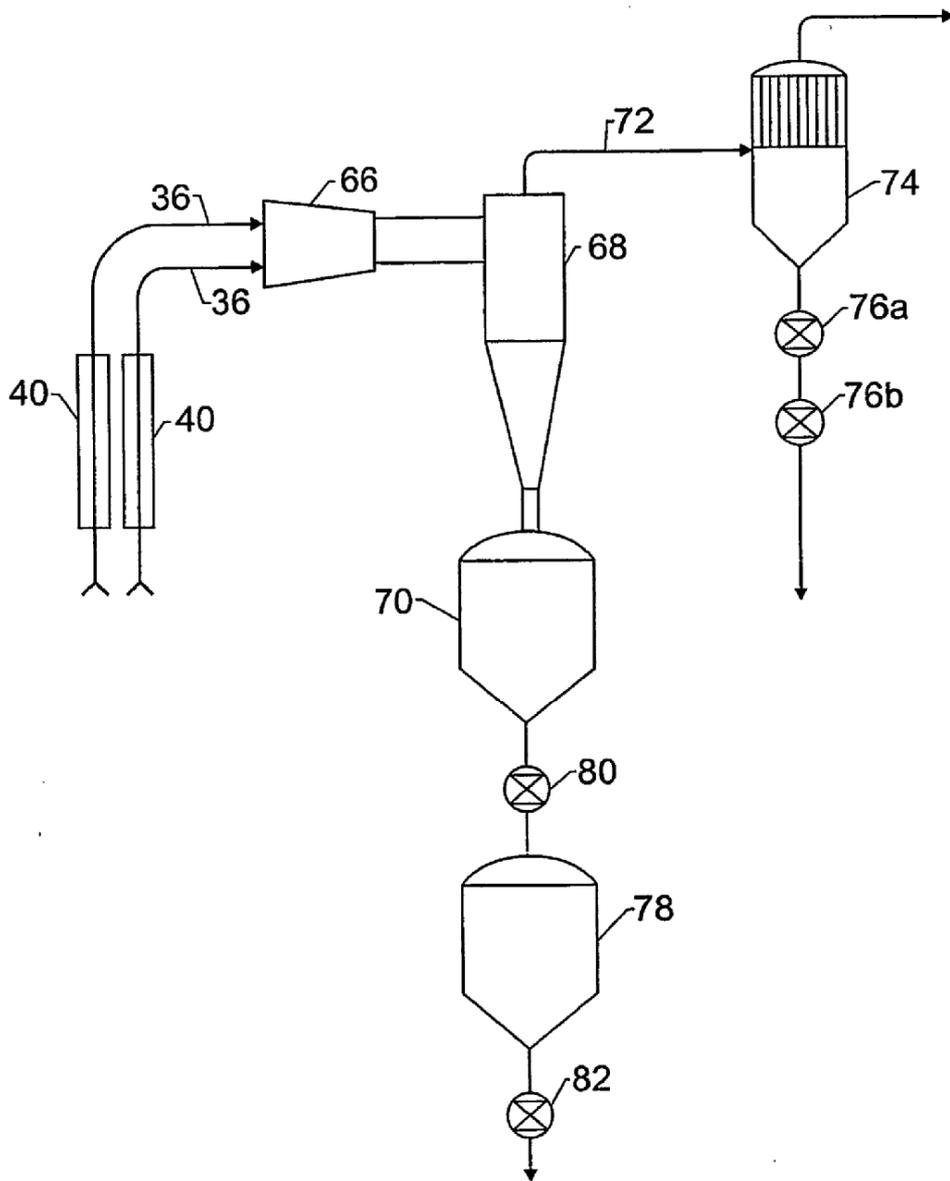


FIG. 11

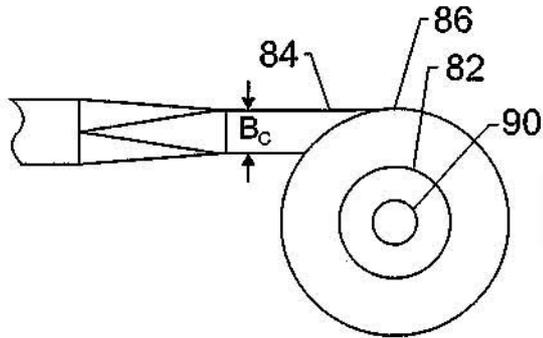


FIG. 12(a)

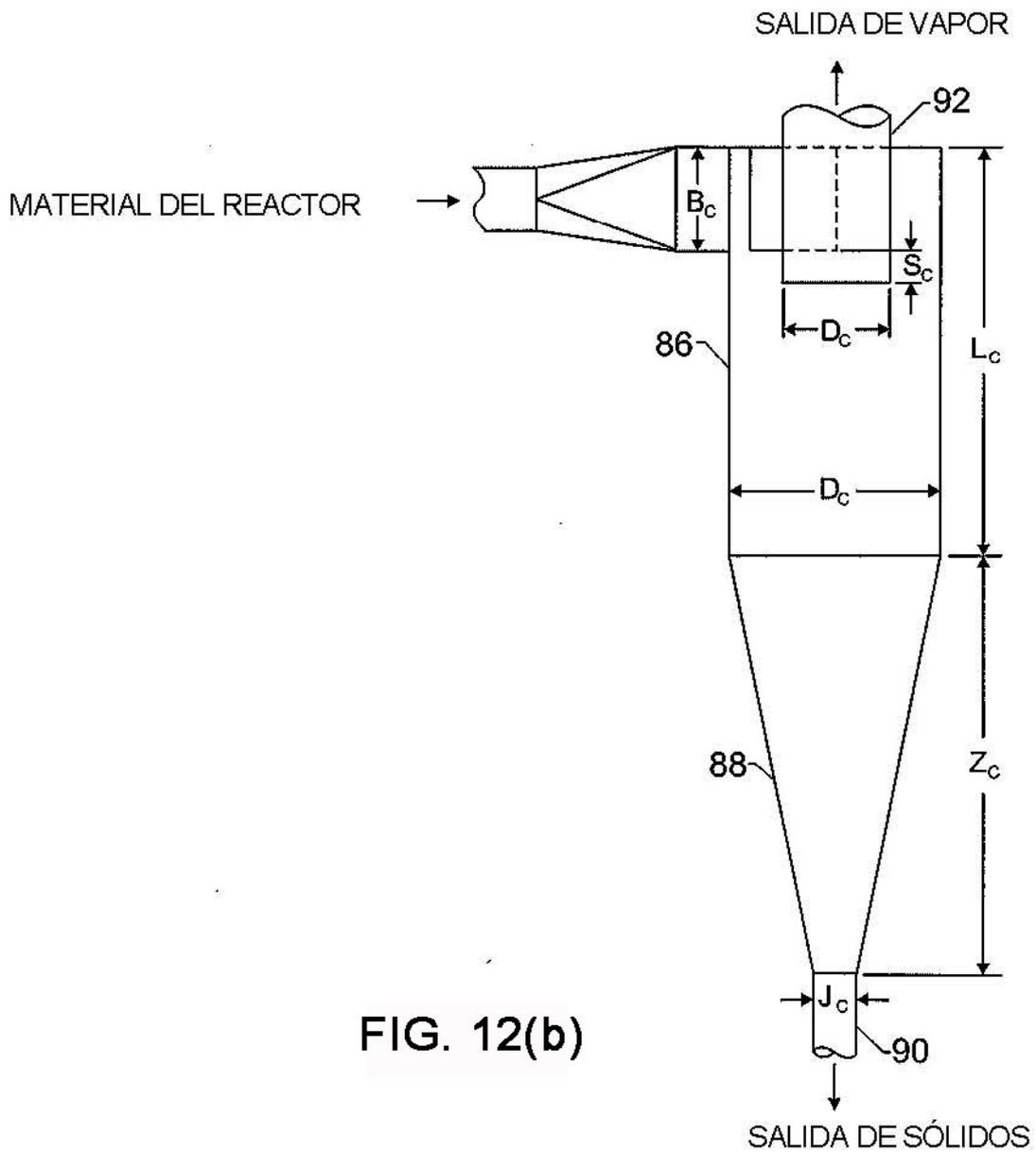


FIG. 12(b)