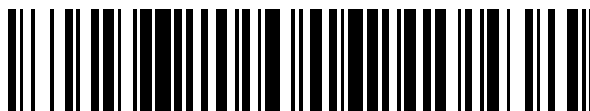


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 596 173**

51 Int. Cl.:

C08F 2/14 (2006.01)

C08F 10/02 (2006.01)

C08F 6/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.05.2010 PCT/EP2010/003221**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.12.2010 WO10136202**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2010 E 10725601 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.07.2016 EP 2435486**

54 Título: **Un proceso para la producción de HDPE bimodal con recuperación de cera**

30 Prioridad:

28.05.2009 EP 09007112

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

05.01.2017

73 Titular/es:

**SAUDI BASIC INDUSTRIES CORPORATION
(SABIC) (100.0%)
P.O. Box 5101
Riyadh 11422, SA**

72 Inventor/es:

VAN DEN HEUVEL, ROBERT WILHELM HEINRICH

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 596 173 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

Un proceso para la producción de HDPE bimodal con recuperación de cera

5 La presente invención se refiere a un proceso en suspensión a baja presión para la producción de polietileno de alta densidad bimodal que comprende una etapa de polimerización, una etapa de secado del polvo, una etapa de extrusión y manipulación de los gránulos, una etapa de reciclado y una unidad de eliminación de cera.

10 Los procesos para la producción de polietileno de alta densidad (HDPE) bimodal se resumen en las páginas 16-20 de "PE 100 Pipe systems" (editado por Bromstrup; segunda edición, ISBN 3-8027-2728-2).

15 La producción de polietileno de alta densidad (HDPE) bimodal mediante un proceso en suspensión a baja presión es descrita por Alt et al. en "Bimodal polyethylene-Interplay of catalyst and process" (*Macromol.Symp.* 2001, 163, 135-143). En un proceso en cascada en dos etapas los reactores se pueden alimentar de forma continua con una mezcla de monómeros, hidrógeno, catalizador/co-catalizador y hexano reciclado del proceso. En los reactores, la polimerización del etileno se produce en forma de reacción exotérmica a presiones en el intervalo entre, por ejemplo, 0,5 MPa (5 bar) y 1 MPa (10 bar) y a temperaturas en el intervalo entre, por ejemplo, 75 °C y 85 °C. El calor procedente de la reacción de polimerización se elimina mediante agua de refrigeración. Las características del polietileno se determinan, entre otros, por el sistema catalizador y por la concentración del catalizador, co-monómero e hidrógeno.

20 El concepto del proceso en cascada en dos etapas se elucida en las páginas 137-138 de Alt et al. "Bimodal polyethylene-Interplay of catalyst and process" (*Macromol.Symp.* 2001, 163). Los reactores se disponen en cascada con diferentes condiciones en cada reactor que incluyen un bajo contenido de hidrógeno en el segundo reactor. Esto permite la producción del HDPE con una distribución de pesos moleculares bimodal y un contenido definido de co-monómeros en las cadenas de polietileno.

25 La suspensión de polímero o "pasta" fluye de los reactores a un reactor posterior común. En este reactor se produce la polimerización final que da como resultado una tasa de conversión superior al 99 % de los monómeros usados. La suspensión fluye después a un receptor de suspensión y la suspensión que sale del receptor se separa en una centrífuga de decantación. A continuación, la parte sólida se alimenta a un secador de lecho fluidizado y la parte líquida vuelve a los reactores. En el secador el último hexano que queda se extrae y se recupera en el sistema de nitrógeno de circuito cerrado. El polvo de HDPE secado pasa a través de un tamiz y es transportado neumáticamente mediante nitrógeno hasta la sección de extrusión. Desde una tolva de almacenamiento intermedia el polvo se dosifica a un tornillo de mezclado con estabilizadores proporcionalmente controlados y aditivos opcionales tales como cargas y pigmentos. Desde este punto, la mezcla se alimenta a la extrusora. La energía para el procesado del material en la extrusora es proporcionada por el motor principal y la velocidad y diseño de los tornillos. En la sección de mezclado de la extrusora, la mezcla de polvo se comprime, se funde y se homogeneiza. Por medio de una bomba de engranajes la mezcla fundida se alimenta a una granuladora con cabezal sumergido en agua. Los gránulos se secan y se transportan neumáticamente hasta silos de homogeneización. Una parte del hexano se evapora. Las fracciones pesadas de esta pre-destilación se alimentan a la unidad de eliminación de cera. El vapor de cabeza de la pre-destilación, por ejemplo, hexano sin cera se destila en la columna de hexano. Por último, el hexano se purifica en adsorbentes y se alimenta de nuevo al proceso. Un flujo de hexano rico en cera, resultante de la pre-destilación durante el proceso de purificación del hexano, se concentra hasta dar cera de polietileno.

30 La cera líquida procedente de la unidad de eliminación de cera es un subproducto del proceso de polimerización. Métodos para el transporte de la cera líquida a un lugar remoto incluyen, por ejemplo, el transporte mediante carga en camiones, automotor o conductos. El punto de inflamación de la cera obtenida mediante el proceso descrito puede ser mucho menor de 170 °C. Sin embargo, a fin de poder transportar la cera líquida de forma segura en camión ha de ser preferentemente de 170 °C o superior.

35 Otro problema puede ser que en el caso de que la cera se solidifique y se almacene en grandes bolsas los hidrocarburos atrapados escapen a la atmósfera.

40 El objeto de la presente invención es proporcionar un proceso que dé como resultado una cera de polietileno que se pueda almacenar y transportar con mayor seguridad.

45 El proceso de acuerdo con la invención se caracteriza por que la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introduce de forma continua en una unidad de recuperación de cera en la que se introduce vapor y en la que se crea una presión reducida que varía entre 0,01 y 0,05 MPa.

50 Un portador de calor está presente en la unidad de recuperación de cera. Un ejemplo de portador de calor adecuado es el vapor.

55

Tanto el vapor como la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introducen por la parte superior de la unidad de recuperación de cera a una temperatura que varía entre, por ejemplo, 140 °C y 200 °C.

5 Una ventaja del proceso de acuerdo con la invención es la muy baja concentración de sustancias inflamables en la cera de polietileno tras la unidad de recuperación de cera. El uso de la unidad de recuperación de cera tras la unidad de eliminación de cera da como resultado una cera de polietileno con un punto de inflamación superior a 170 °C. Este alto punto de inflamación da como resultado un transporte mucho más seguro de la cera.

10 Otra ventaja del proceso de acuerdo con la presente invención es que la cantidad de compuestos volátiles residuales (hidrocarburos C₆-C₈) se reduce sustancialmente. La cantidad de compuestos volátiles residuales (C₆-C₈) puede variar entre un 0 y un 0,1 % en peso.

15 Otra ventaja adicional dirigida a los requisitos mediomambientales es una menor emisión de gases de escape de hidrocarburos cuando se manipula la cera fuera de un tambor o un conducto, por ejemplo en forma de gránulos o escamas solidificadas.

Otra ventaja es la procesabilidad mejorada de la cera en la sección de fracciones pesadas de una unidad de craqueo.

20 La cera de polietileno obtenida mediante el proceso de acuerdo con la invención tiene un punto de inflamación que varía entre 140 °C y 200 °C. Más preferentemente, el punto de inflamación varía entre 170 °C y 200 °C.

25 El punto de fusión de la cera de polietileno obtenida mediante el proceso de acuerdo con la invención puede variar entre 100 °C y 125 °C.

La densidad de la cera de polietileno obtenida mediante el proceso de acuerdo con la invención puede variar entre 400 y 1000 kg/m³.

30 La selección de las dimensiones del tanque o tambor que se va a usar como unidad de recuperación de cera depende, entre otros, de la capacidad de la etapa de producción de polímero y del tiempo de residencia en la unidad de recuperación requerido para conseguir la menor concentración de compuestos volátiles residuales y el mayor punto de inflamación de la cera.

35 La fig. 1 ilustra esquemáticamente una realización preferente del proceso continuo con la unidad de eliminación de cera y la unidad de recuperación de cera de acuerdo con la presente invención. La cera obtenida de la unidad de eliminación de cera (1 en la Fig. 1) fluye por gravedad a la unidad de recuperación de cera (2 en la Fig. 1) en la que se crea una presión reducida que varía entre 0,01 y 0,05 MPa. La cera se puede circular por esta unidad mediante, por ejemplo, una bomba de engranajes conectada al reborde inferior de la unidad de recuperación de cera. Después de la unidad de recuperación, una cantidad entre, por ejemplo, un 2 y un 15 %, preferentemente, entre un 8 y un 12 % se puede enviar al límite del equipo como producto final de cera purificada. El resto del flujo se puede recircular a la unidad de recuperación de cera.

45 Se inyecta vapor (3 en la Fig. 1) en el conducto de la cera antes de entrar en la unidad de recuperación de cera. Preferentemente, el vapor es vapor de presión media.

50 Tanto el vapor (3 en la Fig. 1) como la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introducen por la parte superior de la unidad de recuperación de cera a una temperatura que varía entre, por ejemplo, 150 °C y 190 °C. La mezcla cera líquida/vapor se evapora instantáneamente cuando se introduce en la unidad de recuperación incrementando de este modo la superficie de evaporación. El vapor introduce calor adicional y tiene un efecto separador que resulta en una potenciación de la evaporación.

55 La unidad de recuperación de cera se hace funcionar a tal nivel que el tiempo de residencia deseado se logra mientras se crea suficiente espacio libre para el líquido que se evapora instantáneamente. Los gases resultantes de vapor e hidrocarburos son transportados a una bolsa de vacío (4 en la Fig. 1) que está conectada a la parte superior de la unidad de recuperación de cera. La unidad de recuperación de cera se calienta con vapor, preferentemente vapor de presión media, para aumentar la desgasificación y para mantener líquida la cera. Si se desea, una inyección de nitrógeno en la parte inferior del tanque puede mejorar adicionalmente la desgasificación. La Fig. 1 comprende también técnicas de control para un control óptimo del tanque. Ejemplos de técnicas de control son, por ejemplo, un controlador del flujo, un controlador de la presión y un controlador del nivel.

60 El documento US 3155640 divulga un proceso por medio del cual se puede controlar con precisión la cantidad de peso molecular y polímero atáctico en el polímero de olefina final. De acuerdo con los ejemplos del documento US 3155640, este proceso se aplica preferiblemente al polipropileno. El proceso implica como característica principal tratar el producto del reactor de polimerización con una cantidad controlada de un alcohol de bajo peso molecular tal como el metanol para una precipitación sustancialmente completa del producto principal y una precipitación parcial controlada de la fracción polimérica de cera. La temperatura en el precipitador de polímero varía entre

aproximadamente 50 °C y 90 °C. Otra importante característica es el uso de la misma corriente de alcohol para lavar y precipitar ambas fracciones de producto polimérico. El documento US 3155640 enseña cómo prevenir la precipitación de la fracción polimérica de cera con el producto principal durante la filtración del polímero de cera. Preferentemente la torta de filtración del polímero de cera final se trata mediante un proceso de secado en lotes a 5 temperaturas relativamente bajas. El documento US 3155640 no divulga un proceso en suspensión a baja presión para la producción de polietileno de alta densidad bimodal que comprende una etapa de polimerización, una etapa de secado del polvo, una etapa de extrusión y manipulación de los gránulos, una etapa de reciclado y una unidad de eliminación de cera. El proceso de acuerdo con la presente invención no implica el tratamiento del producto del reactor de polimerización con una cantidad controlada de un alcohol de bajo peso molecular a una temperatura de 10 50 °C y 90 °C para la precipitación del producto principal y una precipitación parcial controlada de la fracción polimérica de cera. El documento US 3155640 tampoco divulga que la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introduce de forma continua en una unidad de recuperación de cera.

El documento GB 1028086 divulga un proceso para la purificación de ceras de polietileno que resultan de un 15 proceso de polimerización a alta presión. El objeto del documento GB 1028086 es proporcionar un proceso de purificación para separar la cera procedente del proceso de polimerización a alta presión y para eliminar impurezas tales como lubricantes de compresor a alta presión. Un proceso de purificación en un proceso de polimerización a alta presión es diferente de un proceso de purificación en el proceso en suspensión a baja presión para la producción de polietileno de alta densidad bimodal. El proceso discontinuo de acuerdo con el documento GB 20 1028086 se efectúa en un tanque cerrado en atmósfera de gas protector.

El documento GB 1028086 no divulga que la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introduce de forma continua en una unidad de recuperación de cera.

25 La cera de polietileno obtenida mediante el proceso de acuerdo con la presente invención se puede aplicar en un gran número de campos técnicos, por ejemplo, tintas de impresión, pinturas y recubrimientos, mezclas madre de aditivos y pigmentos, procesado de plásticos, protección contra la corrosión y barnices.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso en suspensión a baja presión para la producción de polietileno de alta densidad bimodal que comprende una etapa de polimerización, una etapa de secado del polvo, una etapa de extrusión y manipulación de los gránulos, etapas de reciclado y una unidad de eliminación de cera, caracterizado por que la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introduce de forma continua en una unidad de recuperación de cera en la que se introduce vapor y en la que se crea una presión reducida que varía entre 0,01 y 0,05 MPa.
- 10 2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el vapor y la cera procedente de la unidad de eliminación de cera se introducen por la parte superior de la unidad de recuperación de cera a una temperatura que varía entre 140 °C y 200 °C.

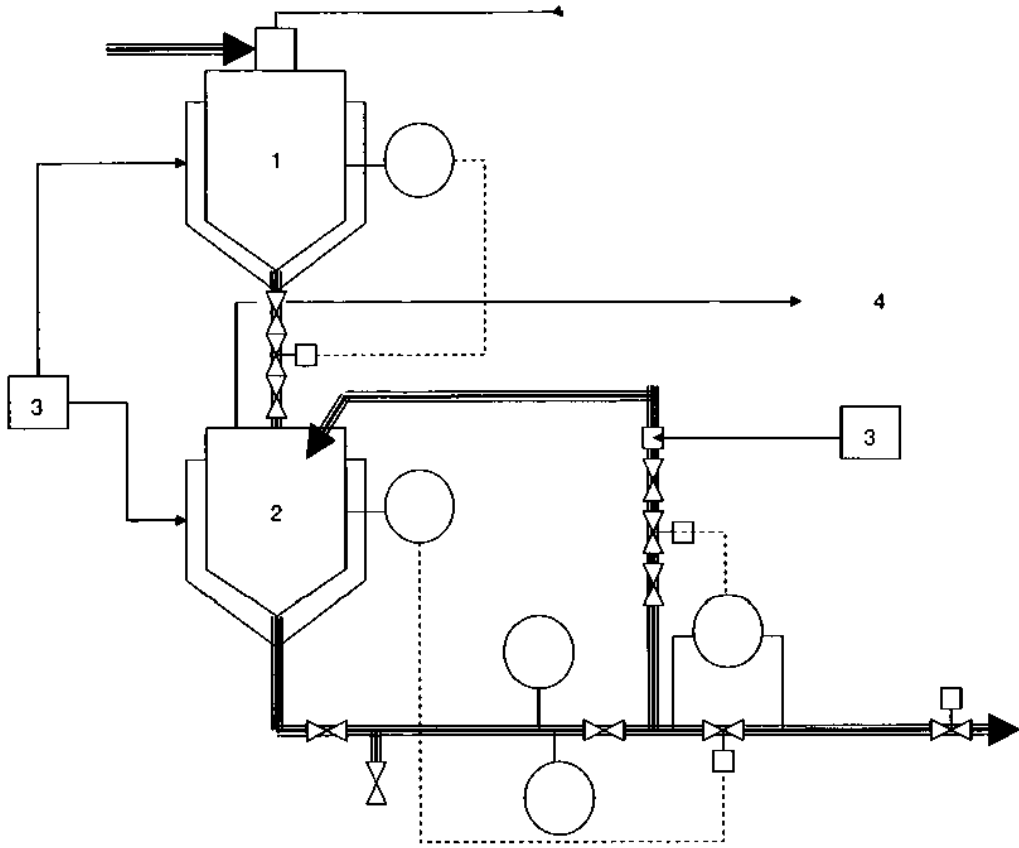


Fig. 1