



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 611 659

51 Int. Cl.:

C08F 2/00 (2006.01) **B01J 8/00** (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 29.07.2011 PCT/EP2011/063136

(87) Fecha y número de publicación internacional: 02.02.2012 WO12013797

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 29.07.2011 E 11736405 (9)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 26.10.2016 EP 2598538

(54) Título: Utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador

(30) Prioridad:

30.07.2010 EP 10171370

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **09.05.2017**

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

BRUSSELLE, ALAIN y FOUARGE, LOUIS

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

DESCRIPCIÓN

Utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador

Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a la utilización de un sistema de preparación de catalizador para preparar una suspensión de catalizador diluida que se va a utilizar para producir un producto de polietileno en forma de partículas en un reactor de bucle. En particular, la invención se refiere a dicha utilización, en donde el sistema comprende un recipiente de mezcla para mezclar un catalizador en forma de partículas y un diluyente hidrocarbonado líquido. De acuerdo con la invención, la suspensión de catalizador diluida se prepara en un recipiente de mezcla que comprende un sistema de impulsor rotativo que comprende unos cubos de doble pala.

10 Antecedentes de la invención

5

15

20

25

30

35

50

55

El polietileno (PE) se sintetiza polimerizando monómeros de etileno (CH₂=CH₂). Debido a que es barato, seguro, estable en la mayoría de los ambientes y fácil de tratar, los polímeros de polietileno son útiles en muchas aplicaciones. De acuerdo con sus propiedades, el polietileno se puede clasificar en varios tipos, tales como, pero no limitado a ellos, LDPE (Polietileno de Baja Densidad), LLDPE (Polietileno Lineal de Baja Densidad) y HDPE (Polietileno de Alta Densidad). Cada tipo de polietileno tiene diferentes propiedades y características.

Las polimerizaciones de etileno se llevan a cabo frecuentemente en un reactor de bucle utilizando un monómero de etileno, un diluyente líquido y un catalizador, opcionalmente uno o más comonómeros, e hidrógeno. La polimerización en un reactor de bucle normalmente se realiza bajo condiciones de suspensión, estando el polímero producido normalmente en forma de partículas sólidas que están suspendidas en el diluyente. La suspensión se hace circular continuamente en el reactor con una bomba, para mantener una suspensión eficaz de las partículas sólidas de polímero en el diluyente líquido. La suspensión de polímero se descarga del reactor de bucle por medio de unos ramales de sedimentación, que funcionan según un principio discontinuo para recuperar la suspensión. La sedimentación en los ramales se utiliza para aumentar la concentración de sólidos en la suspensión finalmente recuperada como suspensión producto. La suspensión producto se descarga posteriormente, a través de unas tuberías de evaporación súbita calentadas, a un tanque de evaporación súbita, donde se evaporan y reciclan la mayor parte del diluyente y los monómeros que no han reaccionado.

Alternativamente, la suspensión producto se puede alimentar a un segundo reactor de bucle, conectado en serie con el primer reactor de bucle, en donde se puede producir una segunda fracción de polímero. Típicamente, cuando se emplean dos reactores en serie de esta manera, el polímero producto resultante es un polímero producto bimodal, que comprende una primera fracción de polímero producida en el primer reactor y una segunda fracción de polímero producida en el segundo reactor, y que tiene una distribución bimodal de pesos moleculares.

Después de que se recoge del reactor el polímero producto y se eliminan de allí los residuos hidrocarbonados, el polímero producto se seca, se le puede añadir unos aditivos y finalmente el polímero se puede extruir y granular.

Durante el procedimiento de extrusión se mezclan íntimamente los ingredientes, que incluyen el polímero producto, los aditivos opcionales, etc., con el fin de obtener un compuesto lo más homogéneo posible. Normalmente, esta mezcla se realiza en una extrusora en donde los ingredientes se mezclan entre sí, y el polímero producto y opcionalmente algunos de los aditivos se funden para que se pueda producir una mezcla íntima. La masa fundida se extruye luego en forma de barra, se enfría y se granula, por ejemplo para formar nódulos. En esta condición, el compuesto resultante se puede utilizar luego para la fabricación de diferentes objetos.

La polimerización de etileno implica la polimerización de un monómero de etileno en el reactor, en presencia de un catalizador de polimerización y opcionalmente, si se requiere dependiendo del catalizador utilizado, de un agente activante. Los catalizadores adecuados para la preparación de polietileno comprenden catalizadores de cromo, catalizadores de Ziegler-Natta y catalizadores de metaloceno. Típicamente, el catalizador se utiliza en forma de partículas. El polietileno se produce como una resina/polvo con una partícula de catalizador dura en el núcleo de cada grano del polvo.

Se han descrito varios sistemas que implican la preparación y el suministro de una suspensión de catalizador a una reacción de polimerización. En general, para preparar una suspensión de catalizador, una mezcla de un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente se introduce en un recipiente de mezcla de catalizador y se mezcla completamente. Luego, tal suspensión de catalizador se transfiere típicamente a un reactor de polimerización para ponerla en contacto con los monómeros reactivos.

Se conoce en la técnica que para la producción de polímeros de etileno que tengan unas propiedades adecuadas es importante que, durante la polimerización, se controlen las condiciones de reacción, que incluyen las temperaturas de reacción, la concentración de reactivos, etc. Las reacciones de polimerización también son sensibles a la cantidad, calidad y tipo de catalizador utilizado. Unas condiciones subóptimas, al comienzo o durante la reacción de polimerización, pueden conducir a unas condiciones de polimerización subóptimas que dan lugar, por ejemplo, a bajos rendimientos de producción y/o a la producción de polímeros que tienen unas propiedades no deseadas y/o

que se encuentran fuera de especificaciones. En vista de ello, las reacciones de polimerización de etileno requieren una supervisión y un control precisos y adaptativos de las condiciones de reacción.

En particular, la concentración de un catalizador en forma de partículas en un diluyente tiene un efecto directo e inmediato sobre las características del polímero, tales como la granulometría del producto de la polimerización y la densidad de partículas del producto de la polimerización, así como sobre las características de la polimerización, tales como la elaborabilidad de la polimerización. Por lo tanto, un cambio de la concentración de catalizador tiene un efecto profundo sobre diversos parámetros de la polimerización y, por ello, sobre el polímero producto final. De hecho, las diferencias (locales) de la concentración de catalizador en una reacción de polimerización dan lugar a una heterogeneidad arbitraria del polímero con respecto, por ejemplo, a la densidad, la granulometría y el peso molecular (distribución) del producto.

Puesto que las suspensiones de catalizador comprenden un catalizador en forma de partículas sólidas suspendidas en un diluyente líquido, dichas suspensiones son propensas a la sedimentación. Para garantizar la distribución homogénea de las partículas de catalizador sólidas en el diluyente, antes de que la suspensión de catalizador se alimente al reactor de polimerización, se necesita una mezcla adecuada de la suspensión de catalizador.

Por otra parte, las características fisicoquímicas de la fuente de catalizador así como del diluyente, que incluyen por ejemplo el tipo de catalizador y de diluyente, la densidad relativa del catalizador, la granulometría del catalizador, la velocidad de sedimentación del catalizador, la concentración de catalizador, la viscosidad del diluyente y de la suspensión de catalizador, así como las propiedades deseadas del producto de la polimerización, requieren un sistema de preparación y mezcla de la suspensión de catalizador altamente flexible y adaptable para preparar adecuadamente una suspensión de catalizador diluida.

A la vista de lo anterior, persiste en la técnica la necesidad de proporcionar un sistema mejorado de preparación del catalizador para preparar una suspensión de catalizador diluida con las propiedades adecuadas para su utilización en un procedimiento de polimerización para fabricar una resina de poliolefina, y en particular de polietileno.

Compendio de la invención

5

10

35

40

50

La presente invención se refiere a la utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador para la preparación de una suspensión de catalizador diluida, que comprende un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente hidrocarbonado líquido, en donde dicho sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende un recipiente de mezcla cilíndrico, en donde dicho recipiente de mezcla comprende una parte superior, una parte inferior y un sistema de impulsor rotativo que está accionado por un motor, comprendiendo dicho sistema de impulsor un eje agitador accionado magnéticamente que está situado a lo largo de un eje longitudinal de dicho recipiente de mezcla y se prolonga a través de dicha parte superior de dicho recipiente de mezcla y comprende al menos dos cubos de doble pala, que están fijados a dicho eje agitador.

La presente invención también se refiere a la utilización del sistema de preparación de una suspensión de catalizador que se ha descrito anteriormente para la preparación de una suspensión de catalizador diluida a partir de un catalizador sedimentado. En particular, la presente invención también se refiere a la utilización del sistema de preparación de una suspensión de catalizador que se ha descrito anteriormente para suspender o volver a poner en suspensión el catalizador sedimentado en el recipiente de mezcla. Como se utiliza en la presente memoria, mediante "catalizador sedimentado" se indica un catalizador o unas partículas de catalizador, por ejemplo un catalizador que se proporciona sobre un soporte, que se ha precipitado o se ha sometido a sedimentación y se ha depositado en la parte inferior del recipiente de mezcla, por ejemplo bajo la influencia de la gravedad, y que de este modo ya no se distribuye homogéneamente en el diluyente.

La presente invención se refiere además a un sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se ha descrito anteriormente para la producción de una suspensión de catalizador, en particular una suspensión de catalizador diluida, para ser utilizada en un procedimiento de polimerización de etileno.

La presente invención se refiere además a un método para preparar una suspensión de catalizador, en particular una suspensión de catalizador diluida, con el sistema de preparación de una suspensión de catalizador que se ha descrito anteriormente.

Los inventores han descubierto sorprendentemente que, en el contexto de la preparación de una suspensión de catalizador, un sistema de impulsor que comprende dos o más impulsores de doble pala montados sobre un eje central proporciona una homogeneización eficaz del catalizador en el diluyente. De esta manera, a un reactor de polimerización se puede alimentar una suspensión de catalizador de propiedades controladas, en particular una concentración de catalizador controlada, dando lugar a una reacción de polimerización, en particular una polimerización de etileno, para la producción de un polímero con características fisicoquímicas uniformes y homogéneas.

En una realización, la entrada de catalizador concentrado se realiza utilizando un dispositivo de dosificación y el diluyente se alimenta mediante un dispositivo regulado por presión. La salida de la suspensión de catalizador diluida desde el recipiente de mezcla al reactor de bucle de polimerización se realiza típicamente con una bomba a alta

presión. El sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención garantiza una mezcla y homogeneización adecuadas de la suspensión de catalizador bajo estas condiciones. En particular, en el sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención se puede mezclar eficazmente una suspensión que comprende diferentes tipos de catalizadores en forma de partículas, unas combinaciones de suspensiones de catalizador o catalizadores con un tamaño de partículas variable o una amplia distribución del tamaño de partículas.

5

10

40

45

50

Como se utiliza en la presente memoria, una "mezcla adecuada" comprende la homogeneización o la creación de una suspensión homogénea con una concentración sustancialmente estable a lo largo del tiempo. Una mezcla adecuada significa, además, que durante el funcionamiento no tiene lugar ninguna sedimentación relevante del catalizador o catalizadores proporcionados sobre un soporte, es decir, que el catalizador o catalizadores proporcionados sobre un soporte permanecen en suspensión durante el funcionamiento. Una mezcla adecuada comprende, además, volver a poner en suspensión el catalizador o catalizadores depositados o precipitados proporcionados sobre un soporte.

Los al menos dos impulsores están fijados, preferiblemente de forma desplazable, sobre un eje de agitación, que está situado a lo largo del eje central del recipiente de mezcla. Por lo tanto, para garantizar una mezcla y homogeneización óptimas de la suspensión de catalizador, la posición de los impulsores, es decir, de los cubos de doble pala, a lo largo del eje agitador ventajosamente se puede ajustar individualmente dependiendo de las características fisicoquímicas del catalizador y del diluyente.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde el recipiente de mezcla del sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención comprende además uno o más deflectores, en donde dichos uno o más deflectores están fijados longitudinalmente a lo largo de la pared interior del recipiente de mezcla, en la que dichos uno o más deflectores se prolongan radialmente hacia dentro. La utilización de deflectores evita el movimiento del fluido en el interior del recipiente de mezcla como un conjunto (es decir, como un cuerpo) y de este modo evita el movimiento vorticial. En contraposición del movimiento vorticial, los deflectores garantizan un movimiento turbulento, contribuyendo de este modo a una mezcla y homogeneización completas.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde dichos uno o más deflectores se prolongan radialmente hacia dentro a una distancia entre 10% y 20% del diámetro del recipiente de mezcla.

30 En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde las palas de cada cubo de doble pala están situadas simétricamente alrededor del cubo y tienen un ángulo de inclinación (α) comprendido entre 65° y 75°. El ángulo de inclinación de las palas de los impulsores de acuerdo con la invención garantiza la creación, tanto de un flujo axial de la suspensión de catalizador, como de un flujo radial de la suspensión de catalizador. Mientras que el flujo axial o el flujo radial predominantes dirigen la suspensión de catalizador predominantemente hacia abajo o hacia los lados, respectivamente, el flujo axial y el flujo radial combinados compaginan de manera eficaz las direcciones del flujo, y asimismo contribuye a una mezcla y homogeneización completas.

En otra realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde cada pala de dicho cubo de doble pala es una superficie aerodinámica que comprende una parte de raíz unida al cubo y una parte de punta dispuesta radialmente hacia fuera, teniendo entre ellas un borde lateral superior frente a la parte superior de dicho recipiente de mezcla y un borde lateral inferior frente a dicha parte inferior de dicho recipiente de mezcla. Se ha descubierto que específicamente los impulsores de doble pala son los más útiles para la preparación de suspensiones homogéneas de catalizador de acuerdo con la invención.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde la parte de punta de las palas de acuerdo con la invención se inclina convexamente hacia la parte superior del recipiente de mezcla, por encima del borde lateral superior, y se prolonga más próxima a la parte superior del recipiente de mezcla que la parte de raíz, en donde el borde lateral superior se prolonga lateralmente desde la parte de raíz hasta la parte de punta y se inclina convexamente hacia la parte de punta, en donde el borde lateral inferior es cóncavo. Se ha descubierto que esta forma específica de las palas del impulsor de acuerdo con la invención se corresponde perfectamente con el nivel deseado de mezcla y homogeneización de la suspensión de catalizador.

En otra realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde un primer cubo de doble pala está fijado al eje agitador en la mitad inferior del recipiente de mezcla.

En otra realización adicional, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde un segundo cubo de doble pala está fijado al eje agitador en el cuarto inferior del recipiente de mezcla.

En otra realización adicional, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde la distancia entre el primero y el segundo cubo de doble pala es entre un medio y un tercio de la longitud del eje agitador.

Dependiendo de la aplicación específica, la posición de los al menos dos impulsores se puede variar con respecto a las dimensiones del recipiente de mezcla y de uno con respecto al otro, así como en función del nivel de llenado del recipiente de mezcla. La versatilidad de la disposición de los impulsores en el recipiente de mezcla permite un ajuste rápido, y por ello económico, del sistema de preparación de la suspensión de catalizador, permitiendo un fácil cambio de, por ejemplo, el tipo de catalizador o de diluyente con diversas concentraciones de catalizador y/o viscosidades de la suspensión.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde la envergadura de pala de cada cubo de doble pala es entre 30% y 50% del diámetro del recipiente de mezcla. También se ha descubierto que las dimensiones de los impulsores de acuerdo con la invención contribuyen a una mezcla y homogeneización óptimas de la suspensión de catalizador.

De acuerdo con la invención, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde los al menos dos cubos de doble pala dirigen el flujo a la parte inferior del recipiente de mezcla. Los impulsores están montados alrededor del eje agitador de tal manera que cada impulsor dirige el flujo hacia abajo, es decir, lejos del accionamiento, lejos de las entradas de catalizador y de diluyente y hacia la salida de la suspensión de catalizador. En dicha disposición se minimizan las fuerzas contrarias cuando la suspensión de catalizador se alimenta a un reactor de polimerización situado aguas abajo.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde el sistema de impulsor es un sistema de impulsor accionado magnéticamente, en donde el motor es un motor eléctrico que acciona un acoplamiento magnético ajustable para transferir un par al eje de agitación. Un agitador accionado magnéticamente tiene la ventaja de que el sistema de impulsor que comprende se pone en movimiento mediante el acoplamiento magnético que se produce, sin contacto físico entre las dos partes rotativas, de las cuales una es accionada mediante el eje accionado del motor eléctrico, mientras que la otra está constituida por un tornillo o un eje propulsor. Esto hace posible disponer fuera del recipiente la parte asociada con el eje del motor eléctrico, mientras el tornillo propulsor se instala dentro del recipiente. Cualquier peligro de fugas a nivel del agitador se puede descartar. En consecuencia, el tanque de mezcla se puede hacer funcionar lleno por completo de líquido, sin ningún riesgo de fugas, y se evitan los riesgos ambientales y de seguridad. Esto es particularmente útil cuando la mezcla es tóxica o cuando se debe evitar la contaminación de la misma por agentes externos, tal como por ejemplo en el caso de preparados de catalizador bajo condiciones presurizadas.

En una realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde dicho sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende, además, una o más cubas de lodos adecuadas para contener una suspensión de catalizador concentrada, en donde cada cuba de lodos está operativamente conectada a dicho recipiente de mezcla.

En otra realización, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde dicho recipiente de mezcla es un tanque lleno por completo de líquido.

- En otra realización adicional, la invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde la concentración de dicho catalizador en forma de partículas sólidas en dicho diluyente hidrocarbonado líquido es preferiblemente entre 0,1% y 10% en peso, por ejemplo entre 0,5 y 5% en peso, por ejemplo entre 0,3 y 3% en peso, más preferiblemente al menos 0,2% en peso, y lo más preferiblemente al menos 0,3% en peso, y más preferiblemente como máximo 5%, y lo más preferiblemente como máximo 3% en peso.
- 40 La invención se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde dicho catalizador en forma de partículas sólidas tiene un diámetro medio comprendido entre 1 μm y 100 μm, preferiblemente entre 5 μm y 100 μm, más preferiblemente entre 5 μm y 50 μm, y lo más preferiblemente entre 15 y 50 μm.

En otra realización, la invención también se refiere a la utilización como se ha indicado anteriormente, en donde dicho sistema de impulsor es rotativo con una velocidad entre 50 y 1.000 rpm y preferiblemente entre 150 y 450 rpm.

- La invención también se refiere a la utilización del sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención para la preparación de una suspensión de catalizador que comprende un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente hidrocarbonado líquido, comprendiendo el catalizador en forma de partículas sólidas unas partículas inertes sobre las cuales está inmovilizado un catalizador seleccionado del grupo que comprende catalizadores de metaloceno, catalizadores de Ziegler-Natta y catalizadores de cromo.
- Estos y otros aspectos y realizaciones de la invención se explican adicionalmente en las siguientes secciones y en las reivindicaciones, y también se ilustran mediante unas figuras no limitativas.

Descripción de las figuras

5

10

15

20

25

La Figura 1 es una perspectiva general de una realización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención.

La Figura 2 representa una realización de un recipiente de mezcla de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención.

La Figura 3 es una vista detallada de una realización de un cubo de doble pala fijado sobre un eje agitador que se puede aplicar en un recipiente de mezcla de acuerdo con la invención.

5 La Figura 4 representa el ángulo de inclinación (α) de la pala de un cubo de doble pala fijado sobre un eje agitador.

La Figura 5 representa la concentración de una suspensión de catalizador procedente de un recipiente de mezcla de catalizador y preparada utilizando un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención durante un periodo de tiempo de 2 días.

La Figura 6 representa una vista transversal esquemática de algunos elementos del sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25.

Descripción detallada de la invención

15

20

25

30

35

40

45

50

Antes de describir el presente método y los productos de la invención, se debe entender que esta invención no se limita a los métodos, componentes, productos o combinaciones particulares descritos, ya que, desde luego, tales métodos, componentes, productos y combinaciones pueden variar. También se debe entender que la terminología utilizada en la presente memoria no pretende ser limitativa, ya que el alcance de la presente invención está limitado solamente por las reivindicaciones adjuntas.

Como se utiliza en la presente memoria, las formas singulares "un", "uno" y "el" incluyen tanto referencias singulares como plurales, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

Los términos "comprendiendo", "comprende" y "comprendido por", como se utilizan en la presente memoria, son sinónimos de "incluyendo", "incluye" o "conteniendo", "contiene", y son inclusivos o no concluyentes y no excluyen miembros, elementos o etapas del método adicionales no enumerados. Se apreciará que los términos "comprendiendo", "comprende" y "comprendido por", como se utilizan en la presente memoria, comprenden los términos "consistiendo en", "consiste" y "consiste en".

La enumeración de intervalos numéricos mediante valores extremos incluye todos los números y fracciones incluidos dentro de los respectivos intervalos, así como los valores extremos enumerados.

El término "aproximadamente" o "alrededor de", como se utiliza en la presente memoria cuando se hace referencia a un valor medible, tal como un parámetro, una cantidad, una duración temporal y similares, pretende abarcar variaciones de ±10% o menos, preferiblemente ±5% o menos, más preferiblemente ±1% o menos, y aún más preferiblemente ±0,1% o menos y desde el valor especificado, en tanto que sea apropiado realizar tales variaciones en la invención descrita. Se debe entender que el valor al que el modificador "aproximadamente" hace referencia también describe al mismo, específica y preferiblemente.

Todos los documentos citados en la presente memoria descriptiva se incorporan en la presente memoria en su totalidad como referencia.

A menos que se defina de otro modo, todos los términos utilizados en la descripción de la invención, incluidos los términos técnicos y científicos, tienen el significado que comúnmente se entiende por los expertos en la técnica a la que corresponde esta invención. Como orientación adicional se incluye unas definiciones de términos para apreciar mejor la enseñanza de la presente invención.

En el texto siguiente, se definen con más detalle los diferentes aspectos de la invención. Cada aspecto así definido puede ser combinado con cualquier otro aspecto o aspectos, a menos que se indique claramente lo contrario. En particular, cualquier característica indicada como preferida o ventajosa se puede combinar con cualquier otra característica o características indicadas como preferidas o ventajosas.

A lo largo de esta memoria descriptiva, la referencia a "una realización" indica que, en al menos una realización de la presente invención, están incluidos un rasgo, una estructura o una característica particulares descritos en relación con la realización. Por lo tanto, no todas las apariciones en varios lugares a lo largo de esta memoria descriptiva de la frase "en una realización" se refieren necesariamente a la misma realización, pero pueden hacerlo. Por otra parte, los aspectos, las estructuras o las características particulares se pueden combinar de una manera adecuada cualquiera en una o más realizaciones, como es evidente para un experto en la técnica a partir de esta descripción. Por otra parte, mientras que algunas de las realizaciones descritas en la presente memoria incluyen algunas pero no las otras características incluidas en otras realizaciones, se pretende que las combinaciones de características de diferentes realizaciones están dentro del alcance de la invención y forman diferentes realizaciones, como se puede entender por los expertos en la técnica. Por ejemplo, en las siguientes reivindicaciones, cualquiera de las realizaciones reivindicadas se puede utilizar en una combinación cualquiera.

En un aspecto, la invención se refiere a la utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador para preparar una suspensión de catalizador, en particular una suspensión de catalizador diluida, en donde dicho

sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende un recipiente de mezcla, que comprende una parte superior, una parte inferior y un sistema de impulsor rotativo que está accionado por un motor, comprendiendo el sistema de impulsor un eje agitador accionado magnéticamente que está situado a lo largo de un eje longitudinal de dicho recipiente de mezcla y que se prolonga a través de la parte superior del recipiente de mezcla y comprende al menos dos cubos de doble pala que están fijados al eje agitador. En una realización, los cubos de doble pala están fijados al eje agitador.

5

20

25

30

35

40

45

En una realización, una o más cubas de lodos, adecuadas para contener una suspensión de catalizador concentrada, están conectadas operativamente con el recipiente de mezcla, preferiblemente por medio de una o más tuberías, como se representa por ejemplo en la Figura 2.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "recipiente de mezcla" indica que comprende cualquier tipo de recipiente cerrado adecuado para su utilización en la mezcla de sustancias, en particular de sustancias presurizadas, tales como las suspensiones de catalizador que se utilizan en la preparación de productos de polietileno en un reactor de bucle. De acuerdo con la invención, el recipiente de mezcla es un recipiente cilíndrico. En una realización, la relación entre la altura y el diámetro del recipiente de mezcla está comprendida entre 1,5 y 2,5, y preferiblemente es aproximadamente 2.

En una realización, el recipiente de mezcla es un tanque lleno por completo de líquido, lo que significa que durante su funcionamiento, el recipiente se llena completamente con la suspensión de catalizador y no tiene, o sustancialmente no tiene, ningún espacio hueco con gas. Por lo tanto, el término "esencialmente exento de una fase gaseosa" se refiere al estado del recipiente de mezcla en donde la cantidad máxima de gas en el recipiente de mezcla 3 es como máximo 5% del volumen del recipiente, preferiblemente como máximo 4%, como máximo 3%, como máximo 2%, como máximo 1% o como máximo 0,5% y lo más preferiblemente como máximo 0,1% del volumen del recipiente. El estado de lleno por completo de líquido del recipiente de mezcla se refiere a la situación en donde la superficie mojada total es 95% o más de la superficie interior total del recipiente de mezcla, y lo más preferiblemente 96%, 97%, 98%, 99%, 99,5%, 99,9 % o más de la superficie interior total del recipiente de mezcla, y lo más preferiblemente 100% de la superficie interior total del recipiente de mezcla. Como se utiliza en la presente memoria, "superficie mojada" es la superficie interior del recipiente de mezcla que está en contacto directo con el líquido dentro del recipiente, es decir, con la suspensión de catalizador.

En otra realización, el volumen del recipiente de mezcla es al menos 200 I (litros), preferiblemente al menos 400 I, más preferiblemente al menos 450 I, y lo más preferiblemente como máximo 2.000 I, más preferiblemente como máximo 1.000 I, lo más preferiblemente como máximo 600 I y en particular preferiblemente como máximo 550 I, por ejemplo aproximadamente 500 I.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "suspensión de catalizador" se refiere a una composición que comprende partículas sólidas de catalizador, es decir, un catalizador sólido o en forma de partículas, y un diluyente. Las partículas sólidas se pueden suspender en el diluyente, bien espontáneamente o bien, de acuerdo con la invención, mediante técnicas de homogeneización, tales como la mezcladura. En la presente invención es especialmente aplicable a partículas sólidas de un catalizador de polimerización de etileno en un diluyente líquido. En la presente memoria, estas suspensiones se denominan suspensiones de un catalizador de polimerización de etileno.

Mediante el término "partículas sólidas" se indica un sólido proporcionado como un conjunto de partículas, tal como por ejemplo un polvo o un granulado. En la presente invención es especialmente aplicable a un catalizador provisto sobre un vehículo o soporte. Preferiblemente, el soporte es un soporte de sílice (Si). Como se utiliza en la presente memoria, "catalizador" se refiere a una sustancia que provoca un cambio en la velocidad de la reacción de polimerización sin que ella misma se consuma en la reacción. En la presente invención es especialmente aplicable a catalizadores adecuados para la polimerización de etileno a polietileno. Estos catalizadores se denominan catalizadores de polimerización de etileno. En la presente invención es especialmente aplicable a catalizadores de polimerización de etileno, tales como catalizadores de metaloceno, catalizadores de cromo y/o catalizadores de Ziegler-Natta. Mientras que, en la presente memoria, "suspensión de catalizador" se refiere a una composición que comprende partículas sólidas de catalizador y un diluyente, en la presente memoria el término "catalizador" se refiere a las moléculas de catalizador como tales o proporcionadas sobre un vehículo o soporte.

Una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención consiste, o esencialmente consiste, en una suspensión de un catalizador sólido, tal como los proporcionados anteriormente, y un diluyente hidrocarbonado líquido. Los diluyentes que son adecuados para ser utilizados de acuerdo con la presente invención pueden comprender, pero no se limitan a ellos, diluyentes hidrocarbonados, tales como solventes hidrocarbonados alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos, o las versiones halogenadas de tales solventes. Los solventes preferidos son los hidrocarburos saturados de cadena lineal o de cadena ramificada de C₁₂ o menos, los hidrocarburos saturados alicíclicos o aromáticos de C₅ a C₉ o los hidrocarburos halogenados de C₂ a C₆. Son ejemplos ilustrativos no limitativos de solventes el butano, isobutano, pentano, hexano, heptano, ciclopentano, ciclohexano, ciclohexano, metilciclopentano, metilciclohexano, isooctano, benceno, tolueno, xileno, cloroformo, clorobencenos, tetracloroetileno, dicloroetano y tricloroetano. En una realización preferida de la presente invención, dicho diluyente

es el isobutano. Sin embargo, a partir de la presente invención debe quedar claro que también se pueden aplicar otros diluyentes de acuerdo con la presente invención.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "sistema de preparación de una suspensión de catalizador" se refiere a un dispositivo, o a un sistema, en donde se prepara una suspensión de catalizador como se define en la presente memoria. Dicho sistema de preparación de catalizador está relacionado con un reactor de bucle de polimerización para el suministro al reactor de la suspensión de catalizador preparada. En una realización, de acuerdo con la invención, el sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende al menos un recipiente de mezcla, en donde la suspensión de catalizador se diluye hasta una concentración adecuada para su utilización en una reacción de polimerización; una o más cubas de lodos que contienen una suspensión de catalizador concentrada, una o más tuberías que conectan las una o más cubas de lodos al recipiente de mezcla, para transferir la suspensión de catalizador desde las una o más cubas de lodos al recipiente de mezcla, y una o más tuberías que conectan el recipiente de mezcla al reactor de polimerización, para transferir la suspensión de catalizador diluida al reactor de polimerización. Estas últimas tuberías pueden estar provistas de medios de bombeo, para bombear la suspensión de catalizador desde el recipiente de mezcla al reactor de polimerización.

5

10

25

30

Como se utiliza en la presente memoria, el término "suspensión de catalizador concentrada" se refiere a una composición que comprende partículas sólidas de catalizador que están en suspensión, en la que la concentración de catalizador es al menos mayor que 10% en peso. El término "suspensión de catalizador diluida" se refiere a una composición que comprende partículas sólidas de catalizador que están en suspensión, en la que la concentración de catalizador es menor o igual que 10% en peso, por ejemplo entre 0,1% y 10%, por ejemplo entre 0,2 y 5% y por ejemplo entre 0,3 y 3% en peso.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "cuba de lodos" se refiere a un recipiente de almacenamiento para una suspensión de catalizador concentrada en un diluyente hidrocarbonado. La concentración de catalizador en la cuba de lodos es mayor que la concentración de catalizador en el recipiente de mezcla. Por lo tanto, después de la transferencia de la suspensión de catalizador concentrada desde la cuba de lodos al recipiente de mezcla, se añade diluyente adicional en el recipiente de mezcla.

Como se utiliza en la presente memoria, el término "sistema de impulsor" se refiere a un rotor para transmitir movimiento. El sistema de impulsor es un sistema para mezclar una suspensión, en particular una suspensión que comprende un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente, en un recipiente de mezcla. El sistema de impulsor de acuerdo con la invención comprende un eje agitador conectado a un motor. El motor acciona la rotación del eje agitador. En el eje agitador están fijados unos impulsores, que esencialmente son unas palas o álabes que se fijan en un cubo. Este cubo está fijado sobre el eje agitador del sistema de impulsor. En una realización, el cubo está fijado de forma desplazable sobre el eje agitador. Esto significa que, de acuerdo con las necesidades, los impulsores se pueden fijar sobre el eje agitador en posiciones específicas, dependiendo, por ejemplo, de la concentración de catalizador, la viscosidad y las dimensiones del recipiente de mezcla.

- De acuerdo con la invención, el sistema de impulsor comprende un eje agitador y al menos dos cubos de doble pala fijados sobre el mismo, preferiblemente fijados de manera desplazable. En una realización, el sistema de impulsor comprende 2, 3, 4, 5 o más cubos de doble pala. En una realización preferida, el sistema de impulsor comprende dos cubos de doble pala. Como se utiliza en la presente memoria, el término "cubo de doble pala" indica un cubo que comprende dos palas. En una realización, las palas están situadas simétricamente sobre el cubo.
- 40 En una realización, el eje agitador se sitúa en el centro del recipiente de mezcla, es decir, a lo largo del eje central longitudinal del recipiente de mezcla. En otra realización, el eje agitador se sitúa desplazado del eje longitudinal central del recipiente de mezcla, es decir, el eje agitador se sitúa longitudinalmente en el recipiente de mezcla, pero no se sitúa en el centro del recipiente de mezcla.
- En una realización, el sistema de impulsor es un sistema de impulsor accionado magnéticamente, en donde el motor es un motor eléctrico (electromotor) que acciona un acoplamiento magnético ajustable para transferir un par a un eje de agitación accionado magnéticamente. Preferiblemente, el acoplamiento magnético se monta directamente sobre la parte superior del recipiente de mezcla, sin juntas intermedias. En un ejemplo, una conexión por bridas dentro del tanque fija el eje agitador al recipiente de mezcla.
- En una realización, cada una de las palas de cada cubo de doble pala es una superficie aerodinámica. En una realización adicional, cada una de las palas de cada cubo de doble pala es una superficie aerodinámica de placa plana. Como se utiliza en la presente memoria, el término "superficie aerodinámica de placa plana" se refiere a una pala que tiene un aspecto esencialmente plano (es decir, observada a lo largo del eje longitudinal desde la punta de la pala hasta la raíz de la pala), con un espesor constante. En otras palabras, la línea del centro de la pala no está curvada, sino que por el contrario es una línea recta, y la longitud de la línea del centro es igual a la longitud de la cuerda. Como se utiliza en la presente memoria, "cuerda" es la distancia entre el borde anterior de la pala y el borde posterior de la pala. Como se utiliza en la presente memoria, "línea del centro" es la línea trazada a mitad de camino entre las superficies superior e inferior de la pala. El borde anterior y el borde posterior de la pala son, respectivamente, la parte anterior y la parte posterior de la pala en la dirección del movimiento.

En una realización, cada pala de cada cubo de doble pala comprende una parte de raíz unida al cubo y una parte de punta dispuesta radialmente hacia fuera, teniendo entre ellas un borde lateral superior frente a la parte superior del recipiente de mezcla y un borde lateral inferior frente a la parte inferior del recipiente de mezcla. En una realización adicional, la parte de punta se inclina convexamente hacia la parte superior del recipiente de mezcla, por encima del borde lateral superior, en donde el borde lateral superior se prolonga lateralmente desde la parte de raíz hasta la parte de punta y se inclina cóncavamente hacia la parte de punta, y en donde el borde lateral inferior es cóncavo. En una realización, la figura o forma de la parte de punta de la pala y de la parte inferior del recipiente de mezcla se corresponden estrechamente. El hecho de tener una forma similar garantiza que las partículas de catalizador también permanezcan suspendidas en la parte inferior del recipiente de mezcla. En una realización, la anchura media de cada pala —es decir, la distancia entre el borde lateral superior y el borde lateral inferior— es aproximadamente un tercio de la longitud de cada pala —es decir, la longitud entre la parte de la raíz y la parte de la punta—. En una realización, la forma de cada pala es tal como se representa en la Figura 3.

5

10

15

20

25

55

En una realización, la envergadura de pala de cada cubo de doble pala es entre aproximadamente un tercio y un medio del diámetro del recipiente de mezcla. En una realización, la envergadura de pala de cada cubo de doble pala es entre aproximadamente 30% y 50% del diámetro del recipiente de mezcla. En otra realización, la envergadura de pala de cada cubo de doble pala es entre aproximadamente 35% y 45% del diámetro del recipiente de mezcla. En una realización más preferida, la envergadura de pala de cada cubo de doble pala es aproximadamente 40% del diámetro del recipiente de mezcla. Como se utiliza en la presente memoria, el término "envergadura de pala" es la distancia entre la parte de punta de una pala de un cubo de doble pala y la parte de punta de la otra pala opuesta de ese cubo de doble pala.

En una realización, la distancia entre dos cubos de doble pala que están fijados sobre el eje de agitación es entre aproximadamente un tercio y un medio de la longitud (es decir, la altura) del recipiente de mezcla. En otra realización, la distancia entre dos cubos de doble pala que están fijados sobre el eje de agitación es entre aproximadamente un tercio y un medio de la longitud del eje de agitación. En una realización, la distancia entre dos cubos de doble pala es entre aproximadamente 30% y 50% de la altura del recipiente de mezcla. En una realización adicional, la distancia entre dos cubos de doble pala es entre aproximadamente 35% y 45% de la altura del recipiente de mezcla. En una realización preferida, la distancia entre dos cubos de doble pala es aproximadamente 40% de la altura del recipiente de mezcla.

En una realización, cada cubo de doble pala está fijado sobre el eje de agitación en la mitad inferior del recipiente de mezcla. En otra realización, el cubo inferior de doble pala está fijado sobre el eje de agitación en el cuarto inferior del recipiente de mezcla. En una realización adicional, el cubo de doble pala está fijado sobre el eje de agitación entre aproximadamente 70% y 50% de la longitud del recipiente de mezcla, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla. En otra realización, el cubo de doble pala está fijado sobre el eje de agitación entre aproximadamente 65% y 55% de la longitud del recipiente de mezcla, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla, más preferiblemente aproximadamente 95% y 75% de la longitud del recipiente de mezcla, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla. En otra realización, este cubo de doble pala está fijado sobre el eje de agitación entre aproximadamente 90% y 80% de la longitud del recipiente de mezcla, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla, más preferiblemente aproximadamente 85%.

40 En una realización, las palas están fijadas simétricamente sobre el cubo y tienen un ángulo de inclinación (α) comprendido entre aproximadamente 65° y 75°, preferiblemente aproximadamente 70°. Como se utiliza en la presente memoria, el término "ángulo de inclinación" se refiere al ángulo entre la cuerda de la pala y el plano de rotación de la pala (en la dirección de la rotación). Alternativamente, el ángulo de inclinación puede denominarse ángulo de ataque.

En una realización, el recipiente de mezcla del sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención comprende, además, uno o más deflectores, en donde cada deflector está fijado longitudinalmente a lo largo de la pared interior del recipiente de mezcla, en la que el deflector o deflectores se prolongan radialmente hacia dentro. En una realización, el recipiente de mezcla comprende 1, 2, 3, 4, 5, 6 o más deflectores. En una realización preferida, el recipiente de mezcla comprende tres deflectores. En una realización, cada uno de los deflectores se prolonga a lo largo de la pared lateral del recipiente de mezcla en al menos dos tercios de la longitud del recipiente de mezcla. Como se utiliza en esta memoria, el "deflector" es esencialmente una pantalla plana que se utiliza para desviar o desordenar el flujo en el recipiente de mezcla.

En una realización, cada deflector se prolonga radialmente hacia dentro a una distancia de al menos 5% del diámetro del recipiente de mezcla. En otra realización, cada deflector se prolonga radialmente hacia dentro en una distancia entre 5% y 20% del diámetro del recipiente de mezcla. En una realización adicional, cada deflector se prolonga radialmente hacia dentro en una distancia entre 10% y 20% del diámetro del recipiente de mezcla. En otra realización adicional, cada deflector se prolonga radialmente hacia dentro en una distancia entre 5% y 15% del diámetro del recipiente de mezcla. En una realización, cada deflector se prolonga radialmente hacia dentro en una distancia igual.

En otro aspecto, la invención se refiere a un sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se ha descrito anteriormente.

Unos ejemplos no limitativos de sistemas de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la presente invención se representan, por ejemplo, en las Figuras 1, 2, 3 y 4.

La Figura 1 representa un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención que comprende dos cubas de lodos 2 que contienen una suspensión de catalizador concentrada. También de acuerdo con la invención, sólo una cuba de lodos 2 puede estar presente. La suspensión de catalizador se puede preparar proporcionando un catalizador seco, desde un recipiente de suministro de catalizador (no mostrado), a dichas cubas de lodos 2. Ambas cubas de lodos están provistas de una válvula de inyección 32 para la adición de 10 diluyente en las cubas de lodos 2. Las tuberías 6, 7 y 15 conectan las cubas de lodos 2 con el recipiente de mezcla 3, en donde la suspensión de catalizador se diluye hasta una concentración adecuada para su utilización en la reacción de polimerización. La tubería 6, que sirve para transferir dicha suspensión de catalizador desde la primera cuba de lodos 2 al recipiente de mezcla 3, es intercambiable con una segunda tubería 7, que sirve para transferir dicha suspensión de catalizador desde la segunda cuba de lodos 2 al recipiente de mezcla 3, a través de las tuberías 8 que conectan dicha primera tubería 6 con dicha segunda tubería 7. En el caso de una interrupción de la 15 transferencia a través de la tubería 6, tal interconexión 8 permite descargar la suspensión de catalizador al recipiente de mezcla 3 a través de la segunda tubería 7. Las tuberías 6 y 7 pueden estar provistas de unos alimentadores de suspensión de catalizador 9, para dosificar la alimentación de la suspensión de catalizador desde las cubas de lodos 2 al recipiente de mezcla 3, y de las válvulas de inyección 24 para la inyección de diluyente. El recipiente de mezcla 20 3 está provisto de unos medios de mezcla 25. Los medios de mezcla comprenden al menos dos cubos de doble pala 125, 225. Preferiblemente, los medios de mezcla 25 son un sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25. La suspensión diluida se bombea luego a través de la tubería 4 al reactor de polimerización 1. Con ese fin, la tubería 4, que conecta el recipiente de mezcla 3 con el reactor de polimerización 1, está dotada de unos medios de bombeo 5. La tubería 4 puede estar provista además de unos medios de barrido del diluyente 30, 33 y de unos 25 medios de medición del flujo y la concentración 10, tal como por ejemplo un medidor de flujo por efecto Coriolis. Estos medios de medición del flujo y la concentración 10 se pueden proporcionar aguas arriba y aguas abajo de dichas bombas 5. Los medios de barrido del diluvente 30. 33 permiten barrer el diluvente, tal como el isobutano, a través de la tubería 4 y mantener la tubería 4 y los medios de bombeo 5 sin obstrucciones. La tubería 4 puede estar provista además de una tubería y una válvula 31 para no pasar por la bomba 5. La tubería 4, que sirve para transferir la suspensión de catalizador al reactor, también puede estar equipada con una o más válvulas, 30 preferiblemente unas válvulas de pistón 22. Las válvulas de pistón 22 son capaces de cerrar herméticamente el orificio por el cual la tubería 4 se conecta con el reactor 1.

La Figura 2 representa un recipiente de mezcla cilíndrico 3 de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con la invención, que comprende una parte superior 118, una parte inferior 119 y un sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25 que se acciona mediante un electromotor 120. El sistema de impulsor 25 comprende un eje agitador 117 que está situado a lo largo de un eje central del recipiente de mezcla 3 y se prolonga a través de la parte superior del recipiente de mezcla 3, donde se sujeta mediante la unidad de cojinete del agitador 121, que comprende los elementos magnéticos (no mostrados). La unidad de cojinete del agitador 121 está conectada al electromotor 120. El electromotor genera una energía que, mediante la unidad de cojinete del agitador 121, se transforma en rotación del eje agitador 117. Dos cubos de doble pala 125, 225 están fijados de forma desplazable al eje agitador 117. El cubo superior de doble pala 125 está fijado al eje agitador 117 a aproximadamente 60% 133 de la longitud del recipiente de mezcla 131, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla 118. El cubo inferior de doble pala 225 está fijado al eje agitador 117 a aproximadamente 85% 134 de la longitud del recipiente de mezcla 131, contando desde la parte superior del recipiente de mezcla 118. La distancia 135 entre los dos cubos 125, 225 de doble pala es aproximadamente 27,5% de la longitud del recipiente de mezcla 131. La envergadura de pala 136 de cada cubo de doble pala 125, 225, es aproximadamente 40% del diámetro del recipiente de mezcla 132. El recipiente de mezcla 3 comprende además 3 deflectores 124, 224 (y 324, no mostrado en la Figura 2) que están situados longitudinalmente a lo largo de la pared lateral interior del recipiente de mezcla 3, y se prolongan radialmente hacia dentro desde la pared interior del recipiente de mezcla 3 en una anchura 137 de aproximadamente 15% del diámetro del recipiente de mezcla 132. El recipiente de mezcla también comprende una salida 123 para la suspensión de catalizador diluida en la parte inferior 119 del recipiente de mezcla

35

40

45

50

El sentido de giro 140 del sistema de impulsor 25 es tal que el flujo 141 de la suspensión de catalizador se dirige predominantemente en dirección axial hacia la parte inferior del recipiente de mezcla 119.

La Figura 3 representa una vista a escala ampliada de una realización del cubo de doble pala 125, que comprende dos palas 126, 226 que están fijadas simétricamente sobre el cubo 125. El cubo de doble pala 125 está fijado de forma desplazable al eje agitador 117. Cada pala 126, 226, comprende una parte de raíz 127, 227 y una parte de punta 128, 228, teniendo entre ellas un borde lateral superior 129, 229 y un borde lateral inferior 130, 230. El borde lateral superior 129, 229 se prolonga longitudinalmente desde la parte de raíz 127, 227 y se inclina cóncavamente hacia la parte de punta 128, 228. El borde lateral inferior 130, 230 es cóncavo. La parte de punta 128, 228 se inclina convexamente entre el borde lateral inferior 130, 230 y el borde lateral superior 129, 229. La flecha 140 muestra el sentido de giro.

La Figura 4 representa una vista a lo largo del eje central entre la parte de raíz 127, 227 y la parte de punta 128, 228 de una pala 126, 226 de un cubo de doble pala 125, 225. El cubo de doble pala 125, 225 está fijado de manera desplazable al eje agitador 117 del sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25. El ángulo de inclinación (α) de cada pala representado es aproximadamente 75°. La flecha 140 muestra el sentido de giro.

- 5 La Figura 6 representa una vista transversal esquemática de algunos elementos del sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25. El sistema de impulsor rotativo accionado magnéticamente 25 comprende el eje agitador 117, que está situado a lo largo de un eje central del recipiente de mezcla 3 (sólo mostrado parcialmente) y se prolonga a través de la parte superior del recipiente de mezcla 3, donde se soporta mediante la unidad agitadora 121 que comprende los elementos magnéticos 310, 320. El eje agitador 117, los elementos magnéticos 310 y el rotor interior 340 están soportados mediante unos cojinetes situados sobre el alojamiento inferior 400. La unidad 10 agitadora 121 está conectada al electromotor (no mostrado) mediante una conexión que utiliza el eie v/o el alojamiento de los engranajes (ambos no mostrados), por medio de la brida superior 370 de la unidad 121. El electromotor genera una energía que mediante la unidad agitadora 121 se trasforma en rotación (flechas 140) del eje agitador 117, que está provisto de al menos dos cubos 125, 225 de doble pala. La unidad agitadora 121 comprende el alojamiento del acoplamiento magnético 300 y el alojamiento inferior 400. El alojamiento del 15 acoplamiento magnético 300 está conectado al alojamiento inferior 400 por medio de la brida inferior 360 del alojamiento del acoplamiento magnético 300, que está conectado con los tornillos 440 a la brida superior 420 del alojamiento inferior 400. La unidad agitadora 121 está conectada al recipiente de mezcla 3 por medio de la brida inferior 410 del alojamiento inferior 400, que está conectado con los tornillos 430 a la brida superior 35 del recipiente de mezcla 3. El alojamiento del acoplamiento magnético 300 comprende un rotor interno 340, dispuesto 20 coaxialmente sobre el eje 117, y un rotor externo 350. El rotor externo 350 del alojamiento del acoplamiento 300 está conectado operativamente (no mostrado) al electromotor. El alojamiento del acoplamiento magnético 300 tiene unos conjuntos de imanes permanentes 320, 310 dispuestos circunferencialmente en sus rotores interno y externo 340 y 350, respectivamente. Los imanes del rotor interno 340 están alineados con los imanes del rotor externo 350, pero 25 están polarizados en sentido opuesto. El alojamiento del acoplamiento magnético 300 tiene una carcasa de confinamiento 330 (también conocida como separador, elemento de separación o carcasa de contención) que tiene una brida 370 que está atornillada en el conjunto mediante los tornillos 440. La carcasa de confinamiento 330 aísla el rotor interno 340 y evita las fugas del tanque de mezcla.
- En otro aspecto adicional, la invención se refiere a un método para preparar una suspensión de catalizador, en particular una suspensión de catalizador diluida, por medio del sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se describe en la presente memoria. En particular, la presente invención también se refiere a un método para preparar una suspensión de catalizador diluida, o a un método para diluir una suspensión de catalizador, en un sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se describe en la presente memoria, mediante las etapas de:
- 35 (a1) alimentar una suspensión de catalizador concentrada al recipiente de mezcla;
 - (a2) diluir la suspensión de catalizador concentrada en una cantidad adecuada de diluyente en el recipiente de mezcla, obteniendo de este modo una suspensión de catalizador diluida que tiene una concentración adecuada para su utilización en la reacción de polimerización de etileno; y
 - (a3) mezclar la suspensión de catalizador diluida en el recipiente de mezcla.
- 40 En una realización preferida, se proporciona un método para preparar una suspensión de catalizador en un sistema de preparación de una suspensión de catalizador que comprende un sistema de impulsor rotativo 25 como se describe en la presente memoria, en donde la suspensión de catalizador comprende un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente hidrocarbonado líquido, comprendiendo el método las etapas de:
 - (a1) preparar una suspensión de catalizador concentrada en una o más cubas de lodos 2;
- 45 (a2) transferir la suspensión de catalizador concentrada desde las una o más cubas de lodos 2 al recipiente de mezcla 3, a través de una o más tuberías 6, 7; y
 - (a3) diluir la suspensión de catalizador concentrada en una cantidad adecuada de diluyente en el recipiente de mezcla 3, obteniendo de este modo una suspensión de catalizador diluida que tiene una concentración adecuada para su utilización en la reacción de polimerización de etileno: v
- 50 (a4) mezclar la suspensión de catalizador diluida en el recipiente de mezcla 3 mediante la rotación del sistema de impulsor 25 de acuerdo con la invención.
 - Preferiblemente, se proporciona un método en donde la concentración del catalizador en forma de partículas sólidas en el diluyente hidrocarbonado líquido, en el recipiente de mezcla, es entre 0,1% y 10% en peso, preferiblemente entre 0,2% y 5% en peso, y lo más preferiblemente entre 0,3% y 3% en peso.
- 55 En otra realización, se proporciona un método en donde dicho catalizador en forma de partículas sólidas tiene un diámetro medio comprendido entre 1 μm y 100 μm, preferiblemente entre 5 μm y 100 μm, más preferiblemente entre

10 μ m y 100 μ m o entre 5 μ m y 50 μ m, incluso más preferiblemente entre 15 μ m y 50 μ m, y lo más preferiblemente aproximadamente 40 μ m.

En otra realización preferida, se proporciona un método en donde dicho sistema de impulsor gira entre 50 rpm (revoluciones por minuto) y 1.000 rpm, preferiblemente entre 150 rpm y 450 rpm, más preferiblemente entre 200 rpm y 350 rpm, e incluso más preferiblemente aproximadamente 320 rpm.

El sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se describe en la presente memoria se puede utilizar para la preparación de una suspensión de catalizador diluida, o para diluir una suspensión de catalizador, comprendiendo dicha suspensión de catalizador un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente hidrocarbonado líquido, en donde dicho catalizador en forma de partículas es un catalizador de metaloceno, un catalizador de cromo o un catalizador de Ziegler-Natta. En una realización, el catalizador en forma de partículas está inmovilizado sobre un soporte, preferiblemente un soporte de sílice.

En una realización adicional, el sistema de preparación de una suspensión de catalizador como se describe en la presente memoria se puede utilizar para poner en suspensión un catalizador sedimentado o precipitado.

En una realización preferida de la presente invención, dicho catalizador es un catalizador de metaloceno. En la presente memoria se utiliza el término "catalizador de metaloceno" para describir cualquier complejo de un metal de transición que consiste en átomos metálicos unidos a uno o más ligandos. Los catalizadores de metaloceno son compuestos de metales de transición del grupo IV de la tabla periódica, tales como el titanio, el circonio, el hafnio, etc., y tienen una estructura coordinada con un compuesto metálico y ligandos compuestos de uno o dos grupos de ciclopentadienilo, indenilo, fluorenilo o sus derivados. La utilización de catalizadores de metaloceno en la polimerización de olefinas tiene varias ventajas. Los catalizadores de metaloceno tienen actividades altas y son capaces de preparar polímeros con propiedades físicas mejoradas. La clave de los metalocenos es la estructura del complejo. Se puede variar la estructura y geometría del metaloceno para adaptarse a la necesidad específica del productor dependiendo del polímero deseado. Los metalocenos comprenden un único sitio metálico, lo que permite un mayor control de las ramificaciones y la distribución de pesos moleculares del polímero. Los monómeros se insertan entre el metal y la cadena en crecimiento del polímero.

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

5

10

15

20

25

30

35

40

 $(Ar)_2MQ_2$ (I); o

 $R''(Ar)_2MQ_2$ (II)

en donde los metalocenos de acuerdo con la fórmula (I) son metalocenos que no forman puentes y los metalocenos de acuerdo con la fórmula (II) son metalocenos que forman puentes;

en donde dicho metaloceno de acuerdo con la fórmula (I) o (II) tiene dos Ar unidos a M que pueden ser iguales o diferentes entre sí:

en donde Ar es un grupo o un resto de anillo aromático y en donde cada Ar se selecciona independientemente del grupo que consiste en ciclopentadienilo, indenilo, tetrahidroindenilo o fluorenilo, en donde cada uno de dichos grupos puede estar opcionalmente sustituido con uno o más sustituyentes seleccionados cada uno independientemente del grupo que consiste en un halógeno, un hidrosililo, un grupo SiR₃ en donde R es un hidrocarbilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, y un hidrocarbilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, y en donde dicho hidrocarbilo contiene opcionalmente uno o más átomos seleccionados del grupo que comprende B, Si, S, O, F, Cl y P;

en donde M es un metal de transición seleccionado del grupo que consiste en titanio, circonio, hafnio y vanadio; y preferiblemente es el circonio;

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

en donde R" es un grupo o un resto divalente que forma puente con los dos grupos Ar y se selecciona del grupo que consiste en un alquileno de C₁-C₂₀, un germanio, un silicio, un siloxano, una alquilfosfina y una amina, y en donde dicho R" está opcionalmente sustituido con uno o más sustituyentes seleccionados cada uno independientemente del grupo que consiste en un halógeno, un hidrosililo, un grupo SiR₃ en donde R es un hidrocarbilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, y un hidrocarbilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, y en donde dicho hidrocarbilo contiene opcionalmente uno o más átomos seleccionados del grupo que comprende B, Si, S, O, F, Cl y P.

El término "hidrocarbilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono", como se utiliza en la presente memoria, se refiere a un resto seleccionado del grupo que comprende un alquilo de C₁-C₂₀ lineal o ramificado; un cicloalquilo de C₃-C₂₀; un arilo C₆-C₂₀; un alquilarilo de C₇-C₂₀ y un arilalquilo de C₇-C₂₀, o cualquier combinación de los mismos. Los grupos hidrocarbilo ilustrativos son los grupos metilo, etilo, propilo, butilo, amilo, isoamilo, hexilo, isobutilo, heptilo, octilo,

nonilo, decilo, cetilo, 2-etilhexilo y fenilo. Los átomos de halógeno ilustrativos incluyen el cloro, el bromo, el flúor y el yodo, y de estos átomos de halógeno se prefiere el flúor y el cloro.

Los ejemplos ilustrativos de catalizadores de metaloceno comprenden, pero no se limitan a ellos, dicloruro de bis(ciclopentadienil)circonio (Cp_2ZrCl_2), dicloruro de bis(ciclopentadienil)titanio (Cp_2TiCl_2), dicloruro de bis(ciclopentadienil)hafnio (Cp_2HfCl_2); dicloruro de bis(tetrahidroindenil)circonio, dicloruro de bis(indenil)circonio y dicloruro de bis(n-butil-ciclopentadienil)circonio; dicloruro de etilenbis(4,5,6,7-tetrahidro-1-indenil)circonio, dicloruro de etilenbis(1-indenil)circonio, dicloruro de diffenilmetileno (ciclopentadienil)(fluoren-9-il)circonio y dicloruro de dimetilmetileno [1-(4-terc-butil-2-metil-ciclopentadienil)](fluoren-9-il)circonio.

Los catalizadores se pueden proporcionar sobre un soporte sólido. El soporte debe ser un sólido inerte que sea químicamente no reactivo con cualquiera de los componentes del catalizador de metaloceno convencional. Este soporte o vehículo es un sólido inerte orgánico o inorgánico, que es químicamente no reactivo con cualquiera de los componentes del catalizador de metaloceno convencional. Los materiales de soporte adecuados para el catalizador soportado de la presente invención incluyen óxidos inorgánicos sólidos, tales como sílice, alúmina, óxido de magnesio, óxido de titanio, óxido de torio, así como óxidos mixtos de sílice y uno o más óxidos de metales del grupo 2 ó 13, tales como como los óxidos mixtos de sílice-magnesia y de sílice-alúmina. Los materiales de soporte preferidos son la sílice, la alúmina y los óxidos mixtos de sílice y uno o más óxidos de metales del grupo 2 ó 13. Los ejemplos preferidos de tales óxidos mixtos son las sílice-alúminas. El más preferido es la sílice. La sílice puede estar en forma granular, aglomerada, ahumada u otra. Preferiblemente, el soporte es un compuesto de sílice. En una realización preferida, el catalizador de metaloceno se proporciona sobre un soporte sólido, preferiblemente un soporte de sílice.

En una realización preferida, el catalizador de polimerización que se aplica en el presente procedimiento de polimerización es un catalizador de metaloceno-alumoxano soportado, que consiste en un metaloceno y un alumoxano que están unidos sobre un soporte de sílice poroso.

En otra realización de la presente invención, dicho catalizador es un catalizador de cromo. El término "catalizadores de cromo" se refiere a catalizadores obtenidos mediante la deposición de óxido de cromo sobre un soporte, por ejemplo un soporte de sílice o de aluminio. Los ejemplos ilustrativos de catalizadores de cromo comprenden, pero no se limitan a ellos, el CrSiO₂ o el CrAl₂O₃.

En otra realización de la presente invención, dicho catalizador es un catalizador de Ziegler-Natta. El término
"catalizador de Ziegler-Natta" o "catalizador ZN" se refiere a unos catalizadores que tienen la fórmula general M¹X¹,
en donde M¹ es un compuesto de un metal de transición seleccionado del grupo IV a VII, en donde X es un halógeno
y en donde n es la valencia del metal. Preferiblemente, M¹ es un metal del grupo IV, grupo V o grupo VI, más
preferiblemente titanio, cromo o vanadio, y lo más preferiblemente titanio. Preferiblemente, X es cloro o bromo, y lo
más preferiblemente cloro. Los ejemplos ilustrativos de los compuestos de un metal de transición comprenden, pero
no se limitan a ellos, TiCl₃, TiCl₄. Los catalizadores ZN adecuados para su utilización en la invención se describen en
las patentes de EE.UU. 6.930.071 y 6.864.207, las cuales se incorporan en la presente memoria como referencia.

En un aspecto, la invención también se refiere a un procedimiento para preparar un producto de polietileno en forma de partículas en un reactor de bucle de polimerización, que comprende las etapas de:

- (a) alimentar un monómero de etileno, un diluyente hidrocarbonado líquido, opcionalmente hidrógeno, y opcionalmente un comonómero de olefina en dicho reactor de bucle;
 - (b) alimentar una suspensión de catalizador preparada de acuerdo con el método de la invención que se describe en la presente memoria en dicho reactor de bucle;
 - (c) polimerizar dicho monómero y dicho opcionalmente comonómero para producir en dicho reactor de bucle una suspensión de polietileno en dicho diluyente;
- 45 (d) permitir que dicha suspensión de polietileno se sedimente en uno o más ramales de sedimentación que están conectados a dicho reactor de bucle:
 - (e) descargar fuera de dicho reactor de bucle la suspensión de polietileno sedimentada procedente de dichos uno o más ramales de sedimentación.

Los siguientes ejemplos no limitativos ilustran la invención.

50 Ejemplos

40

5

Ejemplo 1

El presente ejemplo ilustra la utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador de acuerdo con una realización de la invención para preparar una suspensión de catalizador diluida. El catalizador de polimerización comprende un catalizador de metaloceno inmovilizado sobre un soporte de sílice poroso. El

metaloceno consiste, en particular, en dicloruro de etilenbis(4,5,6,7-tetrahidro-1-indenil)circonio. El diámetro medio de partículas del catalizador de polimerización es 40 µm. El catalizador de polimerización se puede utilizar para preparar una resina de polietileno en forma de partículas en un reactor de bucle.

En la Tabla 1 se proporcionan las características del recipiente de mezcla y las características del procedimiento del presente ejemplo para preparar una suspensión de catalizador diluida. El caudal es la cantidad de suspensión de catalizador que se produce, por hora, en el recipiente de mezcla, y por lo tanto es una medida del tiempo de residencia del catalizador en el recipiente de mezcla, así como del ciclo de utilización del catalizador en el recipiente de mezcla.

TABLA 1

Volumen del recipiente de mezcla (I)	500
Velocidad media de mezcla (rpm)	325
Caudal (I/h)	200
Concentración media de catalizador (% en peso)	0,42

La concentración de catalizador de polimerización (% en peso sobre las coordenadas Y) a la salida del recipiente de mezcla, es decir, antes de alimentar al reactor de polimerización, se midió durante un intervalo de tiempo de 2 días (sobre las coordenadas X). Los resultados se representan en la Figura 5. Como se puede observar, la concentración es relativamente constante a lo largo del tiempo, lo que indica una mezcla adecuada en el recipiente de mezcla, lo que da lugar a una suspensión de catalizador homogénea con una concentración de catalizador esencialmente estable que se puede alimentar al reactor de polimerización.

Ejemplo 2

20

5

Para preparar la suspensión de catalizador se utilizó un tanque de mezcla que comprendía un eje agitador accionado magnéticamente movido por un sistema de impulsor accionado magnéticamente, como se representa esquemáticamente en las Figuras 2 y 6. La suspensión de catalizador comprendía 0,5% en peso de un catalizador de metaloceno inmovilizado sobre un soporte de sílice poroso en un diluyente de isobutano. El metaloceno consistía, en particular, en dicloruro de etilenbis(4,5,6,7-tetrahidro-1-indenil)circonio. El tanque de mezcla se hizo funcionar lleno por completo de líquido. Debido al acoplamiento magnético, el recipiente que contenía el agitador se cerró herméticamente y se pudo preparar la suspensión de catalizador bajo las condiciones de lleno por completo de líquido sin ninguna fuga.

Comparativamente, un tanque de mezcla que comprende un agitador con un cierre mecánico no se puede utilizar lleno por completo de líquido sin que se observen fugas.

REIVINDICACIONES

1.- La utilización de un sistema de preparación de una suspensión de catalizador para la preparación de una suspensión de catalizador diluida, que comprende un catalizador en forma de partículas sólidas y un diluyente hidrocarbonado líquido, en donde dicho sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende un recipiente de mezcla cilíndrico (3) en el que dicho recipiente de mezcla (3) comprende una parte superior (118), una parte inferior (119) y un sistema de impulsor rotativo (25) que está accionado por un motor, comprendiendo dicho sistema de impulsor (25) un eje agitador accionado magnéticamente (117) que está situado a lo largo de un eje longitudinal de dicho recipiente de mezcla (3) y se prolonga a través de dicha parte superior de dicho recipiente de mezcla y comprende al menos dos cubos de doble pala (125, 225), que están fijados a dicho eje agitador (117).

5

20

25

35

40

- 2. La utilización de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho recipiente de mezcla comprende además uno o más deflectores (124, 224), en donde dichos uno o más deflectores están fijados longitudinalmente a lo largo de la pared interior de dicho recipiente de mezcla (3), en la que dichos uno o más deflectores se prolongan radialmente hacia dentro.
- 3.- La utilización de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en donde las palas (126, 226) de cada cubo de doble pala
 (125, 225) están situadas simétricamente alrededor de dicho cubo y tienen un ángulo de inclinación (α) comprendido entre 65° y 75°.
 - 4. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde cada pala (126, 226) de dicho cubo de doble pala es una superficie aerodinámica que comprende una parte de raíz (127, 227) unida al cubo y una parte de punta dispuesta radialmente hacia fuera (128, 228), teniendo entre ellas un borde lateral superior (129, 229) frente a la parte superior de dicho recipiente de mezcla y un borde lateral inferior (130, 230) frente a dicha parte inferior de dicho recipiente de mezcla.
 - 5. La utilización de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dicha parte de punta (128, 228) se inclina convexamente hacia dicha parte superior (118) de dicho recipiente de mezcla por encima de dicho borde lateral superior (129, 229), en donde dicho borde lateral superior se prolonga lateralmente desde dicha parte de raíz (127, 227) a dicha parte de punta y se inclina cóncavamente hacia dicha parte de punta, y en donde dicho borde lateral inferior (130, 230) es cóncavo.
 - 6. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el primer cubo de doble pala (125) está fijado a dicho eje agitador (120) en la mitad inferior de dicho recipiente de mezcla (3).
- 7.- La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el segundo cubo de doble pala (225) está fijado a dicho eje agitador (117) en el cuarto inferior de dicho recipiente de mezcla (3).
 - 8. La utilización de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la distancia entre dicho primero y dicho segundo cubo de doble pala está comprendida entre un medio y un tercio de la longitud de dicho eje agitador (117).
 - 9. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde dichos uno o más deflectores (124, 224) se prolongan radialmente hacia dentro en una distancia entre 10% y 20% del diámetro de dicho recipiente de mezcla (3).
 - 10. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde dicho cubo de doble pala (125, 225) tiene una envergadura de pala entre 30% y 50% del diámetro de dicho recipiente de mezcla (3).
 - 11. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde dicho sistema de preparación de una suspensión de catalizador comprende además una o más cubas de lodos (2) adecuadas para contener una suspensión de catalizador concentrada, en donde cada cuba de lodos está operativamente conectada a dicho recipiente de mezcla (3).
 - 12. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde dicho recipiente de mezcla (3) es un tanque lleno por completo de líquido.
- 13. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde la concentración de dicho catalizador en forma de partículas sólidas en dicho diluyente hidrocarbonado líquido es entre 0,1% y 10% en peso.
 - 14. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde dicho catalizador en forma de partículas sólidas tiene un diámetro medio comprendido entre 1 µm y 100 µm, y preferiblemente entre 5 y 50 µm.
 - 15. La utilización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde dicho sistema de impulsor es rotativo con una velocidad entre 50 y 1.000 rpm, y preferiblemente entre 150 y 450 rpm.

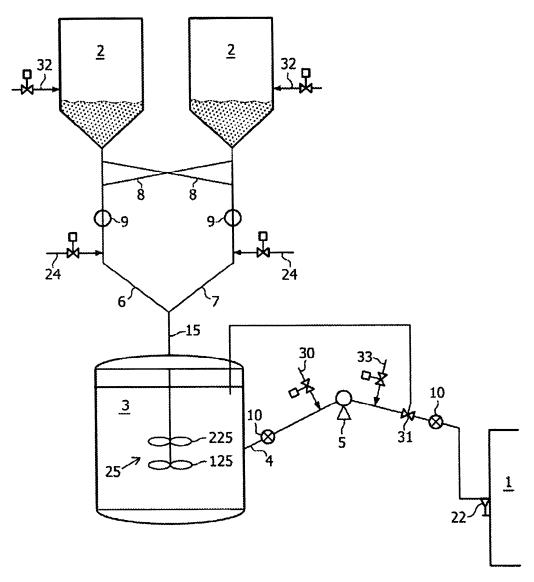
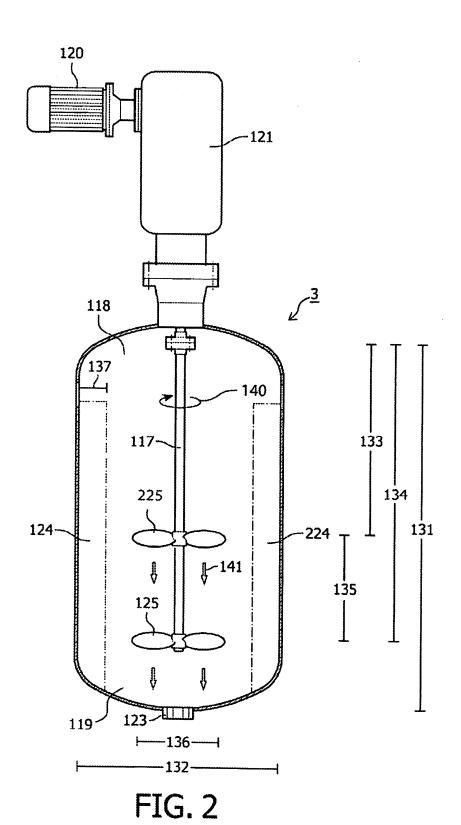


FIG. 1



17

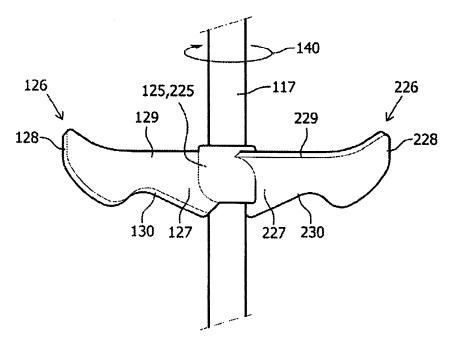
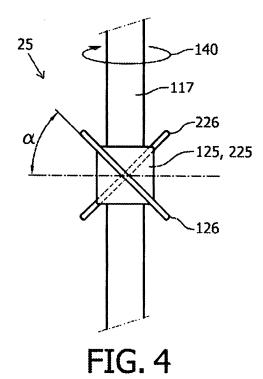


FIG. 3



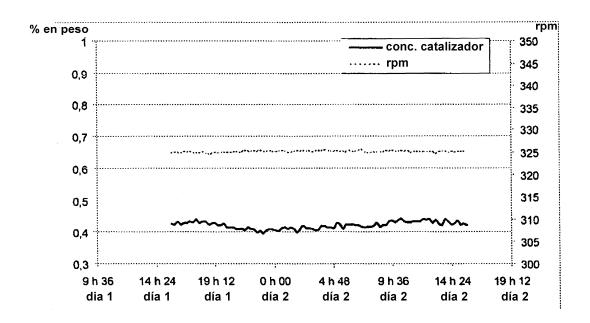


FIG. 5

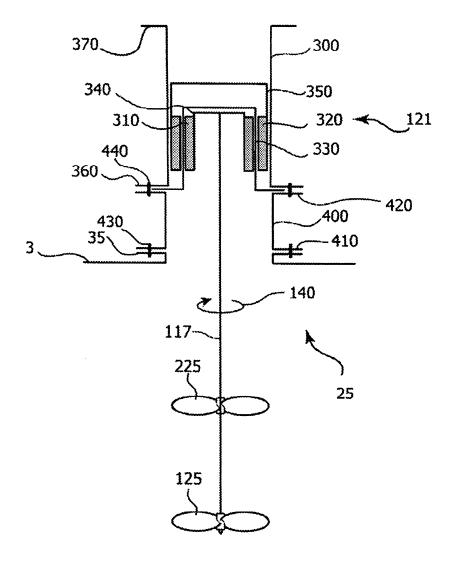


FIG. 6