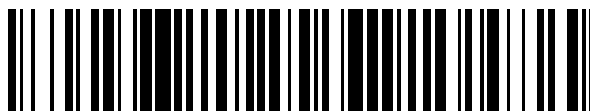


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 548**

51 Int. Cl.:

B01J 19/18 (2006.01)

C08F 10/00 (2006.01)

B01J 8/00 (2006.01)

B01J 4/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.02.2007** **PCT/EP2007/051660**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.08.2007** **WO07096381**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.02.2007** **E 07712265 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017** **EP 1988992**

54 Título: **Tubo de transferencia entre reactores de bucle**

30 Prioridad:

27.02.2006 EP 06110436

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.07.2017

73 Titular/es:

**TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY
(100.0%)
ZONE INDUSTRIELLE C
7181 SENEFFE, BE**

72 Inventor/es:

FOUARGE, LOUIS

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 621 548 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

Tubo de transferencia entre reactores de bucle

La presente invención se refiere al campo de la polimerización de olefinas en reactores de bucle dobles y, especialmente, a la polimerización de olefinas con sistemas catalíticos muy activos.

- 5 El polietileno de alta densidad (HDPE) fue producido inicialmente por polimerización de adición realizada en un líquido que era un disolvente del polímero resultante. Ese procedimiento fue reemplazado rápidamente por polimerización bajo condiciones de suspensión de acuerdo con Ziegler o Phillips. Más específicamente, la polimerización de suspensión se llevó a cabo continuamente en un reactor de bucle de tubo. Se formó un efluente de polimerización que es una suspensión de sólidos de polímero particulados suspendidos en un medio líquido, de ordinario el diluyente de reacción y el monómero no reaccionado (véase, por ejemplo el documento US - A - 2.285.721). Es deseable separar el polímero y el medio líquido que comprende un diluyente inerte y monómeros sin reaccionar, sin exponer el medio líquido a la contaminación para que el citado medio líquido pueda ser reciclado a la zona de polimerización con una purificación mínima o con ninguna. Como se describe en el documento US - A - 3.152.872, una suspensión de polímero y el medio líquido se recoge en una o más ramificaciones de decantación del reactor de bucle de suspensión desde el cual la suspensión se descarga periódicamente a una cámara de proyección que opera así en forma por lotes. La mezcla se vaporiza con el fin de eliminar el medio líquido del polímero. Es necesario después volver a comprimir el diluyente de polimerización vaporizado para condensarlo a una forma líquida antes de reciclarlo como diluyente líquido a la zona de polimerización después de la purificación, si es necesario.

- 15 Las ramificaciones de decantación típicamente se requieren para aumentar la concentración de polímero en la suspensión extraída del reactor; sin embargo presentan varios problemas puesto que imponen una técnica por lotes en un proceso continuo.

- 20 Los documentos EP - A - 0.891.990 y US - A - 6.204.344 revelan dos procedimientos para disminuir el comportamiento discontinuo del reactor y al mismo tiempo aumentar la concentración de sólidos. Un procedimiento consiste en reemplazar la operación discontinua de las ramificaciones de decantación por una recuperación continua de la suspensión enriquecida. Otro procedimiento consiste en utilizar una bomba de circulación más agresiva.

Más recientemente, el documento EP - A - 1410843 ha revelado un reactor de bucle de suspensión que comprende en uno de los bucles un conducto de derivación que conecta dos puntos del mismo bucle por una ruta alternativa que tiene un tiempo de tránsito diferente que el de la ruta principal, para mejorar la homogeneidad de la suspensión circulante.

- 30 El documento EP - A - 1611948 revela un reactor de bucle de suspensión que comprende al menos dos reactores de bucle conectados en serie y un conducto de derivación, para conectar dos puntos del mismo reactor de bucle mediante una ruta alternativa que tiene un tiempo de tránsito diferente que el de la ruta principal, recogiendo también el citado conducto de derivación el polímero en crecimiento que sale del primer reactor de bucle y lo envía a un punto de entrada en el segundo reactor.

- 35 Los sistemas de doble bucle son muy deseables puesto que ofrecen la posibilidad de preparar poliolefinas producidas a medida en gran medida, proporcionando diferentes condiciones de polimerización en cada reactor. El producto polímero se transfiere desde el primer al segundo bucle a través de uno o varios conductos de transferencia. Sin embargo, a menudo es difícil encontrar el espacio adecuado para construir estos reactores de doble bucle puesto que en la configuración actual necesitan estar cerca uno del otro con el fin de asegurar una transferencia adecuada de polímero en crecimiento de un bucle al otro. En una situación práctica, los conductos de transferencia son, por el contrario, generalmente bastante largos y la velocidad media del material que circula en los conductos es de menos de 1 m / s. Cuando se utiliza en el reactor de doble bucle un sistema catalítico muy activo, tal como, por ejemplo, un sistema catalítico de metalloceno, la longitud del conducto de transferencia se convierte en un problema. Debido a la alta reactividad de los sistemas catalíticos muy activos, hay un riesgo de polimerización en el conducto de transferencia y por lo tanto de obstrucción. Por tanto, estos conductos deben ser muy cortos con el fin de evitar la obstrucción producida por la polimerización en curso de los monómeros residuales.

Por tanto, existe una necesidad de proporcionar medios para conectar dos reactores existentes que puedan estar alejados uno del otro y asegurar un buen funcionamiento de la transferencia de producto polímero desde el primer al segundo reactor.

- 50 Un objetivo de la presente invención es conectar dos reactores de bucle alejados.

Otro objetivo de la presente invención es reducir el bloqueo o la obstrucción en los conductos de transferencia entre dos reactores de bucle.

Al menos uno de estos objetivos se logra, al menos en parte, con la presente invención.

Lista de figuras.

La figura 1 representa una configuración de reactor de bucle doble de la presente invención, en la que el conducto de transferencia del primer al segundo reactor de bucle está conectado al conducto de derivación que une dos puntos del segundo reactor.

- 5 La figura 2 representa el sistema de regulación establecido para generar un barrido equivalente en cada conducto de transferencia.

En consecuencia, la presente invención proporciona un sistema de transferencia que está representado en la figura 1 y que comprende :

- 10
- un conducto de derivación (11) en el segundo reactor de bucle (2) que tiene una longitud de aproximadamente el doble de la distancia entre los dos reactores de bucle con el fin de extenderse a la proximidad del primer reactor de bucle;
 - dos o más conductos de transferencia (14) que transfieren el producto del primer reactor de bucle en el citado conducto de derivación al punto más cercano al citado primer reactor de bucle;
 - un mecanismo de regulación que asegura el barrido equivalente en cada conducto de transferencia.

- 15 La configuración típica de un conducto de derivación se describe en el documento EP - A - 1542793 : conecta dos puntos del mismo bucle por una ruta alternativa que tiene un tiempo de tránsito diferente que el de la ruta principal. El reactor de bucle de suspensión, modificado de esta manera, proporciona una mejor mezcla en el interior del reactor.

- 20 En la presente descripción los bucles que forman el reactor de bucle de suspensión están en serie y, además, cada bucle puede ser doblado.

El mecanismo de regulación que asegura el barrido equivalente en cada conducto de transferencia se representa en la figura 2.

El mecanismo de regulación comprende :

- 25
- un conducto de barrido principal (30) que transporta isobutano y que conecta todos los conductos de transferencia y está equipado con un rotámetro;
 - conductos de barrido secundarios (40, 41, 42) conectando cada uno de los cuales el conducto de barrido principal a un conducto de transferencia (50, 51, 52);
 - en cada conducto de barrido secundario, un mecanismo de control (60, 61, 62) operado por la diferencia entre una presión de flujo ascendente de isobutano y la presión de flujo descendente del conducto de transferencia.
- 30

En una realización preferida de acuerdo con la presente invención, el mecanismo de control consiste en una placa de orificios dispuesta perpendicular al eje del conducto de barrido secundario.

- 35 Típicamente, el conducto de derivación transporta una fracción de la suspensión del 0,5 al 50% del caudal total, preferiblemente de 1 a 15% del caudal total. El tiempo de flujo a través del conducto de derivación es diferente del tiempo necesario para desplazarse a través del bucle principal puesto que las rutas tienen diferentes longitudes. Esta diferencia en el tiempo de desplazamiento resultan en mezcla longitudinal que mejora la homogeneidad de la suspensión en el interior del reactor.

- 40 Preferiblemente, el punto de entrada en el conducto de derivación se encuentra situado aguas arriba del punto de salida con el fin de beneficiarse de la diferencia de presión entre estos dos puntos y de esta manera producir una aceleración natural.

Preferiblemente, la suspensión se reinyecta al bucle principal con un ángulo de 1 a 90 grados, preferiblemente con un ángulo de 30 a 60 grados y más preferiblemente con un ángulo de aproximadamente 45 grados.

El diámetro de la derivación es menor que el del bucle principal y la relación DB / DL del diámetro de derivación DB al diámetro del bucle DL es de 1 : 12 a 1 : 2, preferiblemente de 1 : 6 a 1 : 3.

- 45 Típicamente, el diámetro del conducto de derivación es de 12 cm a 30 cm. Además, las curvas en el conducto de derivación son preferiblemente curvas de radio largo : típicamente tienen un radio de curvatura que es igual al me-

nos a 10 veces el diámetro del conducto de derivación . La velocidad típica de la suspensión dentro del conducto de derivación es superior a 10 m / s.

El conducto de derivación puede tener una camisa para un medio de enfriamiento.

5 La distancia entre los dos bucles que deben ser conectados puede ser de hasta 30 m, preferentemente de hasta 20 m, más preferiblemente de hasta 15 m, cuando se opera únicamente por la diferencia de presión entre el punto de entrada y el punto de salida del conducto de derivación.

10 El sistema de transferencia de la presente invención se puede operar con cualquier sistema catalítico conocido en la técnica, pero es más ventajoso para los sistemas catalíticos de metaloceno que son muy activos y por lo tanto puede inducir la polimerización dentro del conducto de transferencia produciendo de este modo la obstrucción del conducto. Se puede utilizar para la homopolimerización o copolimerización de olefinas. Preferiblemente, la olefina es etileno o una alfa - olefina, más preferiblemente etileno o propileno, y de la manera más preferible, etileno. La copolimerización se obtiene mediante la adición de un comonomero, seleccionado preferiblemente entre las alfa - olefinas C4 a C8, más preferiblemente hexeno.

15 En la presente invención, la longitud del conducto de derivación conectado al segundo reactor se incrementa con respecto a la configuración original de manera que pase cerca del primer reactor. El conducto de transferencia se descarga en el conducto de derivación añadido al segundo reactor en lugar de hacerlo directamente en el interior del segundo reactor. En esta configuración, el conducto de transferencia es mucho más corto que si estuviera conectado directamente al segundo reactor.

20 Preferiblemente, la salida de producto desde el primer reactor es operada por medio de una o más ramificaciones de decantación, cada una de las cuales tiene un conducto de transferencia descargado en el conducto de derivación . Por otra parte, varios o todos los conductos de transferencia se pueden unir en una descarga común antes de ser conectados a la derivación.

La presente invención produce las mismas ventajas que las obtenidas con el conducto de derivación que se ha descrito en el documento EP - A - 1410843 :

- 25
- Los productos polímeros obtenidos con el reactor de bucle modificado con la derivación tienen una densidad aparente que es de 1 a 5% más grande que la de los productos polímeros obtenidos con el reactor de bucle no modificado;
 - La productividad del catalizador se mejora sustancialmente sin ninguna pérdida en la producción. La productividad del catalizador típicamente es incrementada de un 10% a un 50%. Esta mejora en la productividad del catalizador se obtiene gracias a un aumento del tiempo de residencia en el reactor y a la extensión de la ventana de operación estable. Se ha observado que el contenido de sólidos, medido como la relación del caudal másico de partículas con respecto al caudal másico total, se incrementa en al menos el 1,5%, preferiblemente en al menos el 3%.
- 30

35 Además de estas ventajas proporcionadas por la derivación en un único reactor, los conductos de transferencia que conectan el primer punto de salida del reactor al conducto de derivación se pueden acortar. El riesgo de polimerizar la olefina sin reaccionar que sale del primer reactor en estos conductos de transferencia se disminuye de este modo. La concentración de olefina en el primer reactor se puede aumentar a una concentración de al menos el 6%, preferiblemente de aproximadamente el 8%. El riesgo de bloqueo se reduce aún más asegurando el barrido equivalente en todos los conductos de transferencia.

40 Ejemplos.

Se evaluaron varios diseños de transferencia. Un diseño esquemático del sistema de transferencia se representa en la figura 2. Para todos los diseños, la caída de presión entre el punto de entrada y el punto de salida del conducto de derivación controla por completo el flujo en el conducto.

Los parámetros del reactor fueron los siguientes.

45 Primer reactor

volumen : 19 m³

número de ramificaciones de decantación : 3

diámetro interno de las ramificaciones de decantación : 19,37 cm (tubo estándar de 8")

volumen de las ramificaciones de decantación : 30 litros cada una

diámetro interno del reactor: 45,56 cm (tubería estándar de 20")

producción de polietileno : 6,5 toneladas / hora

concentración de etileno : 6% en peso

concentración de sólidos : 42%

5 Segundo reactor

volumen : 19 m³

número de ramificaciones de decantación : 4

diámetro interno de las ramificaciones de decantación : 19,37 cm (tubo estándar de 8")

volumen de las ramificaciones de decantación : 30 litros cada una

10 diámetro interno del reactor : 45,56 cm (tubería estándar de 20")

producción de polietileno : 4,5 toneladas / hora

concentración de etileno : 7% en peso

concentración de sólidos : 42%.

Los parámetros del sistema de transferencia se seleccionaron como sigue.

15 Conducto de derivación.

- ángulo en la separación de flujo = 33 grados
- ángulo en el reencuentro de flujo = 45 grados
- longitud del conducto de derivación = 18 m
- diámetro interno del conducto de derivación = 14,64 cm (tubería estándar de 6")

- 20 — el conducto de derivación tiene 5 curvas: 3 curvas con un ángulo de 90 grados, 1 curva con un ángulo de deflexión de 33 grados y 1 curva con un ángulo de deflexión de 23 grados.

En la salida del primer reactor se recogió el producto polímero en tres ramificaciones de decantación, cada una con un diámetro de 19,37 cm (tubo estándar 6") y un volumen de 30 l. Cada ramificación de decantación estaba equipada con una válvula de rotación que se abría cíclicamente a un conducto de transferencia. Los conductos de transferencia tenían un diámetro de 7,37 cm (tubería estándar de 3") y una longitud de 2 a 3 metros. Se estableció un barrido de los conductos de transferencia con isobutano para mantener un caudal mínimo continuo en los conductos de transferencia

25

Todas los conductos de barrido, los conductos principal y secundarios, tenían un diámetro de 2,54 cm (1 pulgada) y transportaban un flujo de isobutano. Cada conducto de barrido secundario estaba equipado con una placa de orificios colocada perpendicular al flujo de isobutano y detectaba de este modo la presión del flujo ascendente de isobutano y la presión del flujo descendente del conducto de transferencia. Su papel era el de regular e igualar los caudales de barrido en los tres conductos de transferencia.

30

Este sistema suprimía con éxito la obstrucción en los conductos de transferencia.

REIVINDICACIONES

1. Un sistema de transferencia entre un primer y un segundo reactor en un reactor de bucle doble que comprende :
 - 5 – un conducto de derivación (11) en el segundo reactor de bucle (2) que tiene una longitud de por lo menos 1,5 veces la distancia entre los dos reactores de bucle con el fin de extenderse hasta la proximidad del primer reactor de bucle;
 - dos o más conductos de transferencia (14) dispuesto para transferir el producto desde el primer reactor de bucle al interior del citado conducto de derivación (11) en un punto próximo al citado primer reactor de bucle;
 - 10 – un mecanismo de regulación dispuesto para asegurar el barrido equivalente en cada conducto de transferencia, en el que el sistema de regulación comprende :
 - i) un conducto principal de barrido (30) dispuesto para transportar isobutano, que conecta todos los conductos de transferencia y que está equipado con un rotámetro;
 - ii) conductos secundarios de barrido (40, 41, 42) conectando cada uno el conducto principal de barrido a un conducto de transferencia (50, 51, 52);
 - 15 iii) en cada conducto secundario de barrido, un mecanismo de control (60, 61, 62) dispuesto para ser operado por la diferencia entre la presión de isobutano en flujo ascendente y la presión del conducto de transferencia en flujo descendente.
2. El sistema de transferencia de la reivindicación 1 en el que el conducto de derivación en el segundo reactor de bucle tiene una longitud de por lo menos el doble de la distancia entre los dos reactores de bucle.
- 20 3. El sistema de transferencia de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el producto polímero se recoge en dos o más ramificaciones de decantación antes de ser vertido en el interior de los dos o más conductos de transferencia.
4. El sistema de transferencia de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que dos o más conductos de transferencia se unen unos a los otros antes de ser conectados al conducto de derivación .
- 25 5. El sistema de transferencia de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el mecanismo de control es una placa de orificios colocada perpendicular a los conductos de flujo en los conductos secundarios de barrido.
6. El uso del sistema de transferencia de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los sistemas catalíticos de polimerización incluyen un componente catalítico muy activo, tal como un componente catalítico de metaloceno.
- 30 7. El uso del reactor de bucle de suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para homopolimerización o copolimerización de olefinas.
8. El uso de la reivindicación 7 para incrementar la concentración en olefina en el primer reactor a una concentración de al menos el 6%.
- 35 9. El uso de una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en el que la olefina es etileno.

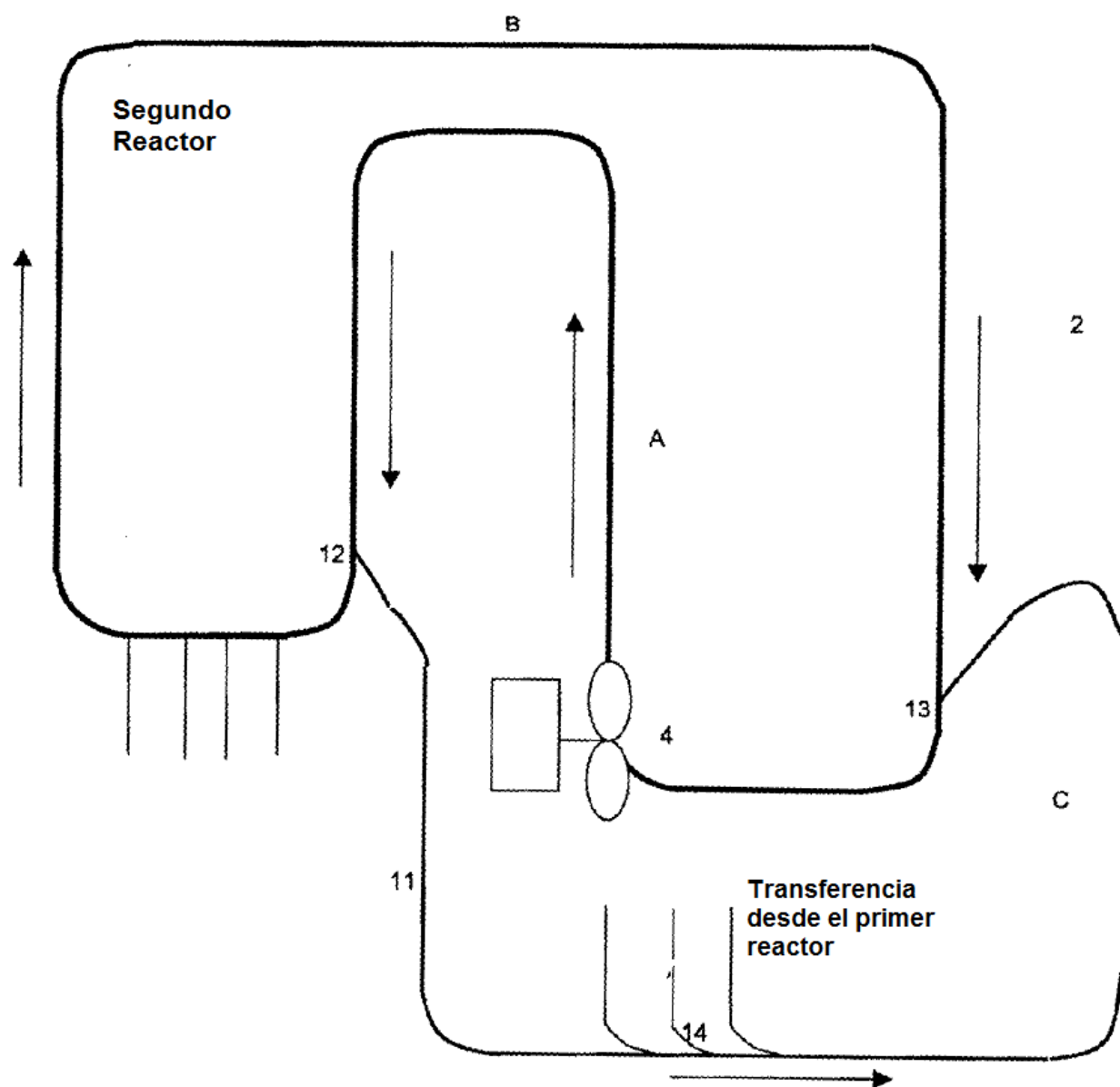
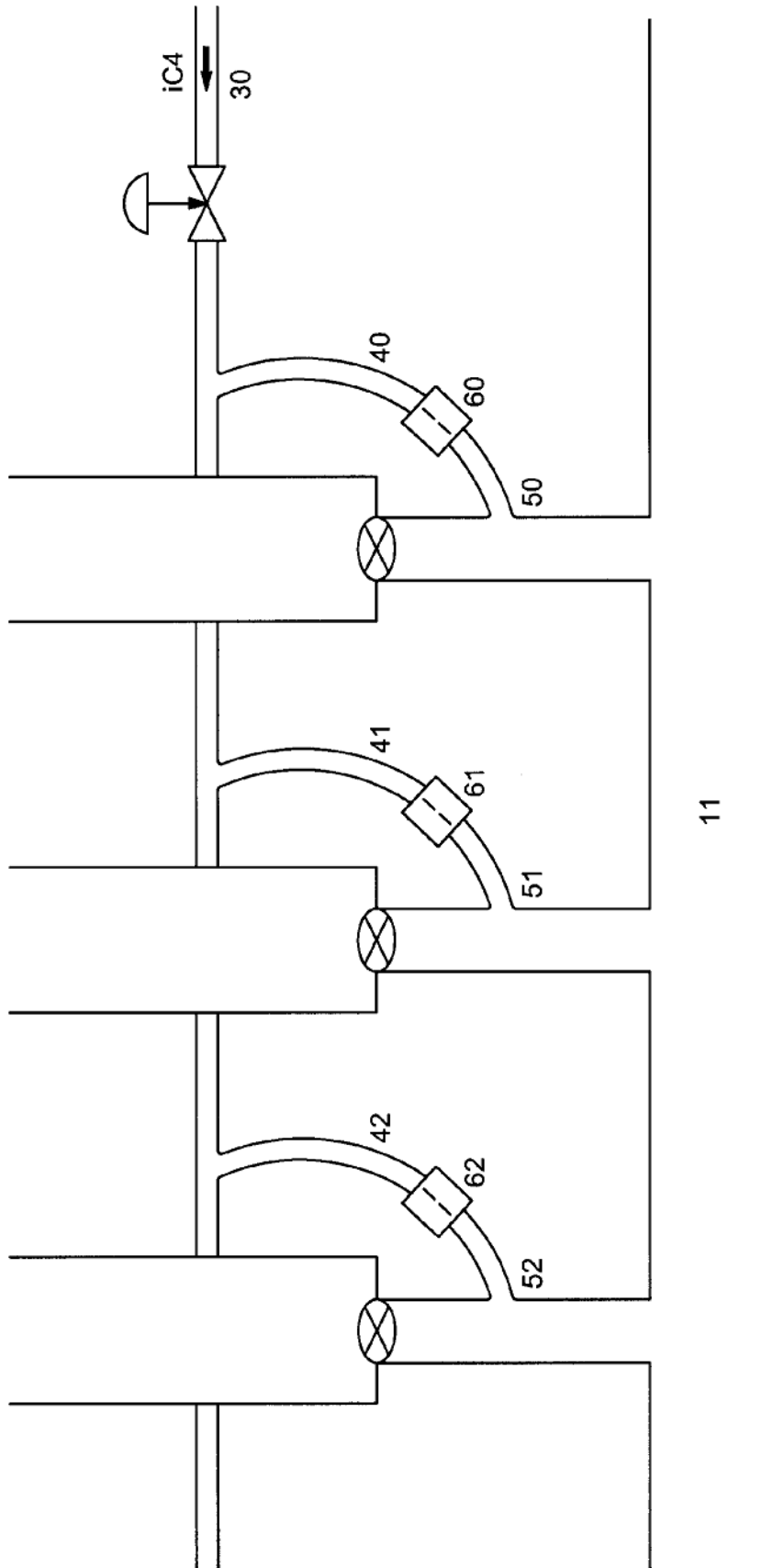


FIGURA 1



"Figura 2"