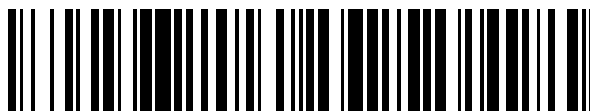


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 424**

51 Int. Cl.:

B01J 8/00 (2006.01)

B01J 8/10 (2006.01)

B01J 8/38 (2006.01)

C08F 10/00 (2006.01)

C08F 2/34 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.10.2011 PCT/EP2011/069128**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012 WO12056042**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.10.2011 E 11776209 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.03.2018 EP 2632582**

54 Título: **Alimentación de material sólido en un reactor de lecho fluidificado de alta densidad**

30 Prioridad:

29.10.2010 EP 10075723

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

29.06.2018

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)
Wagramerstrasse 17-19
1220 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**WEICKERT, GUNTER;
BERGSTRA, MICHEL y
ERIKSSON, ERIK**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 674 424 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

Alimentación de material sólido en un reactor de lecho fluidificado de alta densidad

Campo de la Invención

5 La invención se refiere a un método de funcionamiento de un sistema de reactor que comprende una primera unidad de reactor y una unidad de reactor de lecho fluidificado para la preparación de un producto de fase sólida, que comprende las etapas de operar la primera unidad de reactor para producir una corriente de producto que comprende un producto de fase sólida en forma de partículas; y operar la unidad de reactor de lecho fluidificado para un crecimiento adicional en dicho producto de fase sólida en forma de partículas.

Antecedentes de la Invención

10 La polimerización catalítica de las olefinas utiliza entre otras cosas, un catalizador del tipo Ziegler-Natta. Han sido desarrolladas nuevas generaciones de catalizador para la polimerización de olefinas que incluyen catalizadores de único emplazamiento en vista de una estructura de polímero más regular. Durante la polimerización catalítica, la composición de olefina es sustancialmente constante alrededor de la partícula. Como resultado de ello, las poliolefinas producidas resultan tener una distribución de peso molecular y distribución de composición relativamente limitada. La amplitud de la distribución de peso molecular influye en el comportamiento reológico y, junto con la
15 distribución de composición final, en las propiedades mecánicas de las poliolefinas producidas.

Para obtener una distribución de peso molecular bimodal más amplia, o una distribución de composición más amplia, o ambas, se hace uso de diferentes condiciones del reactor, tales como diferentes concentraciones de monómero, comonómero y/o hidrógeno, el uso de catalizadores específicos y/o combinados. Las diferentes
20 condiciones de reacción son típicamente aplicadas en diferentes unidades de reactor, tales como reactores en cascada y/o una combinación de diferentes unidades de reactor dentro de un único reactor.

Un ejemplo de combinación de diferentes unidades de reactor dentro de un único sistema de reactor se conoce del documento EP2090357-A1. Aquí, una unidad de reactor de lecho móvil está combinada con una unidad de reactor de lecho fluidificado. La unidad de reactor de lecho móvil es gobernada por un régimen de flujo diferente de la
25 unidad de reactor de lecho fluidificado. Típicamente, un lecho móvil está caracterizado como un lecho de partículas (poliméricas) que se mueven hacia abajo en un modo de flujo sustancialmente de pistón, mientras que el reactor de lecho fluidificado está caracterizado por un lecho de partículas de polímero que están soportadas por una corriente de gas que se mueve hacia arriba.

Para una mayor claridad se observa que tanto el reactor de lecho móvil (el cual está denominado como MBR) como el reactor de lecho fluidificado (también denominado como FBR) el gas fluye generalmente hacia arriba. La principal diferencia está en el flujo de las partículas de polímero. Un término alternativo para denominar a más partículas de polímero es "polvo", que se utilizará también más adelante.

En el FBR, las partículas de polímero son fluidificadas por el gas de fluidificación. La velocidad de gas de superficie es mayor que la velocidad de fluidificación mínima pero menor que la velocidad de inicio para el transporte neumático. En consecuencia, las partículas son fluidificadas en el lecho que sustancialmente será mezclado de forma adecuada con respecto a las partículas. El gas fluye hacia arriba en el modo de flujo de pistón. En el MBR, la velocidad de gas (es decir, la del flujo de gas de barrera) es menor que la velocidad de fluidificación mínima. Las partículas de este modo típicamente formarán un lecho asentado que se mueve hacia abajo en el modo de flujo esencialmente de tipo pistón. El gas normalmente fluye hacia arriba también en el modo de flujo de pistón. Por
40 "modo de flujo de pistón" se quiere decir que hay poco o preferiblemente nada de retromezcla. El reactor de lecho móvil puede estar situado dentro, alrededor o adyacente a la unidad de reactor de lecho fluidificado.

Un tipo de reactor más es un reactor de lecho fluidificado rápido (FFBR). En el FFBR la velocidad de gas superficial es mayor que la velocidad de inicio para el transporte neumático. Las partículas son introducidas en el flujo de gas fuera del reactor. El documento US5.698.642 describe un FFBR, en el que las partículas introducidas son dirigidas al MBR y en el mismo comprimidas juntas hasta una densidad mayor bajo la influencia de la gravedad. Un FFBR y un MBR forman un reactor de circulación, es decir sustancialmente todas las partículas de polímero circulan desde el FFBR al MBR y de nuevo al FFBR. Esta circulación necesaria reduce la libertad de funcionamiento de los tiempos de residencia de puesta a punto.

Dado que los tiempos de residencia tienen un impacto en las propiedades del polímero resultante, se prefiere el control independiente de los tiempos de residencia en el MBR y el FBR. Una forma relevante de controlar el tiempo de residencia en el MBR reside en el uso de medios para controlar el flujo de salida del MBR. El documento EP2090357 describe medios para desplazar las cantidades medidas de las partículas polimerizadas procedentes de la unidad de lecho móvil en la unidad de lecho fluidificado en la salida del reactor de lecho móvil. Estos medios proporcionan un volumen bien definido por unidad de tiempo para el flujo de salida de las partículas desde la unidad de reactor de lecho móvil. Ejemplos de tales medios que están conectados a la salida de la unidad de lecho móvil, incluyen, un tornillo, una pala giratoria y medios de pistón. La Fig. 4 del documento EP2090357 ilustra el uso de una pala giratoria en una configuración en la que el MBR está situado externamente respecto al FBR. Una tubería de
55

transferencia orientada hacia abajo está conectada la pala. Esta tubería de transferencia transfiere las partículas de polímero al FBR. Las Figs. 1, 3, 5 y 6 del documento EP2090357 ilustran el uso de un tornillo vertical en una configuración en la que el MBR está situado dentro de FBR. La Fig. 3 describe una realización específica de un tornillo vertical que está provista de una salida horizontal. El tornillo dentro de su alojamiento define una zona hacia la salida en donde las partículas de polímero son mutuamente comprimidas durante su transferencia hacia la salida. Forman una obturación contra el flujo de entrada del gas de fluidificación a través de la salida a la unidad de lecho móvil.

Parece que las dos realizaciones descritas del documento EP2090357 - pala giratoria y tornillo vertical - conducen a un funcionamiento diferente y a problemas de industrialización diferentes. Un tornillo nunca está completamente relleno. Esto da lugar al riesgo de entrada de flujo de gas de fluidificación en el reactor de lecho móvil a través de su salida. Se ha encontrado en particular que a frecuencias de funcionamiento más elevadas del tornillo, por ejemplo a 20 Hz o mayores, la transmisión de fuerzas desde el motor al tornillo falla. Esta transmisión fallida aparece debido a una detención de las partículas polimerizadas en y/o cerca de la salida. La resolución de este problema resulta ser todo menos simple. Cuando meramente se incrementa el tamaño de la salida, la obturación en la salida es destrozada. Esta obturación, creada por la densificación de la corriente de flujo de salida evita que el gas de fluidificación entre en la tubería de transferencia. Este flujo hacia atrás del gas de fluidificación tiene una influencia negativa sobre el control del tiempo de residencia en el reactor de lecho móvil. Cuando es muy grande, puede incluso fluidificar todo o parte de las partículas en el reactor de lecho móvil perturbando de este modo el flujo de partículas en el reactor de lecho móvil. Debido a la correlación entre los tiempos de residencia en los dos reactores, por una parte, y con las propiedades del producto por otra parte, esto puede conducir a pérdida de calidad del producto resultante.

El movimiento giratorio de la pala giratoria no tiene los mismos problemas. El diseño de la pala no incluye una trayectoria continua a través de la cual el gas de fluidificación puede alcanzar el reactor de lecho móvil. Sin embargo, la pala giratoria tiene el problema de que la re-fluidificación de las partículas de polímero en el FBR es más difícil. La velocidad de las partículas de polímero resultantes de una pala tiende a ser menor que la que el resulta de un tornillo, de manera que las partículas de polímero no son distribuidas bien cuando se introducen en el FBR. Además, una pala giratoria es comparativamente grande. La tubería de transferencia después entra en el FBR a una altura baja, es decir cerca de una rejilla de fluidificación típicamente aplicada para la generación de la fluidificación.

Tanto la entrada de nivel baja como la velocidad baja de las partículas de polímero tienen un impacto negativo en la re-fluidificación. La re-fluidificación podría ser mejorada utilizando más gas de fluidificación y/o una velocidad de gas más elevada. Pero esto tiene un impacto en las condiciones de reacción totales en el FBR. Además, cuando se aumenta la cantidad de gas de fluidificación y/o su velocidad, más gas de fluidificación entrará en el reactor de lecho móvil, a través de la entrada o la salida del mismo. Es necesario gas de barrera para la retirada de, por ejemplo, el gas de fluidificación en el reactor de lecho móvil. Más gas de barrera podría ser alimentado en el reactor de lecho móvil, pero cualquier gas de barrera en exceso necesitará ser expulsado y recuperado, o incluso quemado. Esto desperdiciará mucha materia prima útil lo que conduce a un proceso económicamente inviable.

Resumen de la Invención

Es por tanto un objetivo de la presente invención proporcionar un método de funcionamiento de un sistema de reactor del tipo mencionado en el párrafo inicial, que permita un funcionamiento estable en una amplia gama de producción a la vez que se minimice el uso de gas de barrera, y se haga posible un buen control sobre los tiempos de residencia de las partículas de polímero en la primera unidad de reactor dentro del sistema de reactor.

La invención se refiere a un método de funcionamiento de un sistema de reactor como el reivindicado en la Reivindicación 1. El sistema de reactor comprende una primera unidad de reactor y una unidad de reactor de lecho fluidificado para la preparación de un producto de fase sólida.

El método comprende las etapas de: (1) operar la primera unidad de reactor para producir una corriente de producto que comprende un producto de fase sólida en forma de partículas, comprendiendo dicha operación de la primera unidad de reactor suministrar gas de barrera con un caudal de gas barrera a la primera unidad de reactor de manera que se obtengan condiciones de reacción en la primera unidad de reactor diferentes de las condiciones de reacción en la unidad de reactor de lecho fluidificado; (2) mantener un lecho fluidificado en la unidad de reactor de lecho fluidificado mediante el gas de fluidificación desde la base de dicho lecho fluidificado para un crecimiento adicional sobre dicho producto de fase salida en forma de partículas (3) transportar activamente dicha corriente de producto en la unidad de reactor de lecho fluidificado. Este transporte activo comprende las etapas de:

a) utilizar medios de desplazamiento mecánicos encarnados como un tornillo y accionados para girar a una velocidad de rotación predefinida, de manera que la corriente de producto inicie el flujo;

b) pasar dicha corriente de producto que fluye a través de una zona de densificación aguas abajo de dichos medios de desplazamiento mecánicos, en donde la densidad de dicha corriente de producto es incrementada en dicha zona de densificación, y en donde dicha zona de densificación define una dirección de flujo de la corriente de producto;

c) descargar dicha corriente de producto que fluye en un espacio no obstruido en dicha unidad de reactor de lecho

fluidificado a través de dicha entrada de partículas a lo largo de dicha dirección de flujo, cuyo espacio no obstruido se extiende desde dicha entrada de partículas en una distancia de al menos $0,4.D$ en dicha dirección de flujo en donde D es el diámetro interno de dicha unidad de reactor de lecho fluidificado en el nivel de dicha entrada de partículas, y

- 5 d) refluidificar dicha corriente de producto distribuida en dicho espacio no obstruido en el lecho fluidificado.

Así mismo, comprendiendo el sistema de reactor:

- una primera unidad de reactor con una salida para una corriente de producto que comprende un producto de fase sólida en forma de partículas, y

- 10 - una unidad de reactor de lecho fluidificado provista de una entrada de partículas conectada a la salida de la primera unidad de reactor, con una alimentación de gas de fluidificación en una base de la unidad de reactor de lecho de fluidificación y con una salida de producto,

- 15 - una tubería de transporte que conecta la salida de la primera unidad de reactor a la entrada de partículas de la unidad de reactor de lecho fluidificado, y que comprende medios de desplazamiento mecánico encarnados como un tornillo y accionados para girar a una velocidad de rotación predefinida, y una zona de densificación definida entre dichos medios de desplazamiento mecánicos y dicha entrada de partículas, en cuya zona de densificación, durante el funcionamiento, es aumentada una densidad de la corriente de producto, definiendo dicha zona de densificación una dirección de flujo de la corriente de producto al interior de dicha unidad de reactor de lecho fluidificado,

- 20 en donde está definido un espacio no obstruido en dicha unidad de reactor de lecho fluidificado, extendiéndose el espacio desde dicha entrada de partículas en una distancia de al menos $0,4.D$ en dicha dirección de flujo, en donde D es el diámetro interno de dicha unidad de reactor de lecho fluidificado en el nivel de dicha entrada de partículas.

- 25 La construcción de la presente invención refuerza de manera efectiva la velocidad de flujo de salida desde la primera unidad de reactor. El aumento de la velocidad de flujo de salida da lugar a una resistencia incrementada contra la presión del gas de fluidificación para introducirse en la primera unidad de reactor a través de su salida. Aumentando la densidad de la corriente por volumen en la zona de densificación, la densidad más elevada actúa como un pistón de gas y detiene el gas procedente del segundo reactor para que no entre en la tubería de transferencia y en el primer reactor. Y la velocidad de flujo de salida más elevada hace más difícil que el gas de fluidificación se desplace en la dirección contraria contra este flujo.

- 30 El polímero entra en la unidad de reactor de lecho fluidificado a través de la entrada de partículas, que está presente en una ubicación en la que no hay obstrucciones dentro del rango de aproximadamente $0,4.D$, preferiblemente $0,5.D$, desde la entrada de partículas, en donde D es el diámetro interno del reactor de lecho fluidificado. Por obstrucciones se refiere aquí a paredes del reactor, paredes de insertos dentro del reactor y similares. Con ello tiene lugar una distribución de polvo, y de este modo la corriente de producto distribuida puede ser refluidificada con el gas de fluidificación. Preferiblemente, el diámetro interno D del reactor de lecho fluidificado al menos $0,5$ metros, más preferiblemente, al menos $0,6$ m, y en algunas realizaciones al menos $0,75$ metros, o al menos $1,0$ metros.

- 40 La dirección de flujo está definida en la zona de densificación; como la corriente de producto fluye con un caudal que tiene una magnitud y dirección, la corriente de producto continúa fluyendo con este caudal, en la dirección de flujo, después de salida de la zona de densificación y de entrada en la unidad de reactor de lecho fluidificado. En alguna realización preferida, la dirección de flujo definida en la zona de densificación está orientada hacia arriba o lateralmente. Esto parece reducir la aglomeración y los problemas de refluidificación. Se ha encontrado que el flujo de gas de barrera puede ser sustancialmente reducido, por ejemplo, con al menos el 20%, más preferiblemente al menos el 40%, y por ejemplo alrededor del 50%.

- 45 De acuerdo con la invención, la orientación de la zona de densificación es hacia arriba, con un ángulo comprendido entre 0 y 60 grados con respecto a un plano horizontal. Es ángulo es adecuadamente menor que 45 grados, por ejemplo entre 15 y 45 grados.

Esta orientación puede conducir a un mejor mezclado de ambos componentes de la corriente de producto - partículas de polímero y gas de fluidificación - a través del reactor de lecho fluidificado.

- 50 En una realización, la zona de densificación comprende una sección con forma de tubería entre la primera unidad de reactor y la unidad de reactor de lecho fluidificado. La sección con forma de tubería es para actuar como una zona neutra con un régimen de flujo que puede ser diferente del de la primera unidad de reactor y la unidad de reactor de lecho fluidificado. Con ello también se separa el lecho fluidificado, y particularmente el gas de fluidificación, de la primera unidad de reactor, particularmente el reactor de lecho móvil. Con ello, la sección con forma de tubería forma una barrera adicional contra el flujo entrante del gas de fluidificación en la primera unidad de reactor a través de su salida. Se entenderá que la expresión "con forma de tubería" está destinada de manera amplia y no impone limitaciones en diámetro, longitud y relación entre el diámetro y longitud y en la variación de diámetro.

- Se observa, para una mayor claridad, que la zona de densificación es la sección de la tubería de transporte que está limitada por el extremo de los medios de desplazamiento mecánicos por una parte y la entrada de partículas al reactor de lecho fluidificado, por otra parte. Si la zona de densificación está ausente, entonces la salida es inmediatamente después de los medios de desplazamiento mecánicos (es decir, el tornillo). Cuanto mayor es la relación longitud/diámetro de la zona de densificación (es decir más larga es la zona) mejor es el efecto de barrera, al menos hasta cierto límite. Preferiblemente, la zona de densificación tiene una relación entre la longitud y el diámetro de al menos 0,2, más preferiblemente al menos 0,75, más preferiblemente de al menos 1 y en particular de al menos 1,2. Aunque la longitud de la zona de densificación más corta puede ser suficiente para producir un flujo de polvo estable, puede no ser suficiente para conseguir el efecto de barrera de gas deseado. Más preferiblemente, la zona de densificación tiene una longitud mínima de $0,2D$, en donde D es el diámetro del reactor de lecho fluidificado. Una longitud más adecuada es $0,3 - 0,5D$. Evidentemente la zona de densificación podría ser más larga, si por razones prácticas la distancia entre la primera unidad de reactor y la unidad de reactor de lecho fluidificado es más larga. El diámetro de la zona de densificación es aquí interpretado como el diámetro interno de la tubería de transporte. Cuando la zona de densificación tiene un diámetro variable, el diámetro interno es el máximo del mismo.
- En una realización alternativa, la zona de densificación comprende una parte que se estrecha. Tal parte que se estrecha actúa más fuertemente como una obturación contra el flujo de entrada. Pueden estar presentes medios electromecánicos, de manera que varía la forma de la zona de densificación, es decir entre una parte con forma de tubería y una parte que se estrecha, y mediante la variación del ángulo interno de la parte que se estrecha.
- En una realización adicional, la tubería de transporte tiene una salida que está provista de un área de superficie mayor que un área de superficie normal hasta un eje a través de la tubería de transporte. Esta área de superficie más larga es por ejemplo implementada omitiendo una parte del alojamiento de tubería. La salida es entonces una cara que incluye un ángulo menor de 90 grados con respecto al eje a través de la tubería de transporte.
- De acuerdo con la invención, el primer reactor es un reactor de lecho móvil. Es una ventaja de la invención que la carga de las partículas de polímero en el sistema de reactor puede ser incrementada. El reactor de lecho fluidificado es entonces operado como un reactor de lecho fluidificado denso. Tal carga aumentada produce eficiencia de proceso.
- Preferiblemente, el reactor de lecho móvil y el reactor de lecho fluidificado son controlados de forma independiente. Una primera implementación de tal control independiente es la provisión de un control de la velocidad de flujo de salida del reactor de lecho móvil. Una implementación adicional de tal control independiente es la localización de una entrada del reactor de lecho móvil en el reactor de lecho fluidificado, de manera que parte del material procedente de el reactor de lecho fluidificado puede ser transferida al reactor de lecho móvil, mientras que la otra parte permanece en el reactor de lecho fluidificado. Por lo tanto, el número de ciclos que las partículas de polímero residen en el primer y segundo reactores no necesita ser idéntico. Como se ha descrito en EP1636277, el control independiente hace posible la variación de la distribución de peso molecular del producto de polímero. En particular, han sido obtenidas distribuciones bimodales del peso molecular, mientras que sin embargo se obtiene un peso molecular medio suficientemente elevado. Lo que es importante aquí es el material hecho en el reactor de lecho móvil. En el reactor de lecho móvil, está hecho el peso molecular más elevado. Si el material no es mezclado adecuadamente en partículas individuales, se puede producir la ausencia de homogeneidad en el material final. Teniendo un tiempo de residencia controlado en el reactor de lecho móvil y forzando las partículas también a través del lecho fluidificación, ninguna partícula constará solo de material hecho en el lecho móvil. Es decir, comparando este sistema con dos reactores en serie (que podría hacer las mismas distribuciones de peso molecular), la homogeneidad de material superior es la mejora clave.
- En una realización adicional, los medios de desplazamiento mecánico son controlados dependiendo de la velocidad de fluido de salida del reactor de lecho móvil. Con ello, se puede conseguir que la presión resultante acumulada en la tubería de transporte sea suficiente para evitar que el gas de fluidificación entre en el reactor de lecho móvil.
- La primera unidad de reactor es una unidad de reactor de lecho móvil que es operada a una densidad de lecho mayor que la unidad de reactor de lecho fluidificado. Más preferiblemente, el reactor de lecho fluidificado es operado a una densidad de aproximadamente la Densidad de Volumen Fluidificado. La operación del sistema de reactor a elevadas densidades, particularmente densidades de aproximadamente la Densidad de Volumen Fluidificado es comercialmente atractiva, pero soporta un mayor riesgo de aglomeración, o alternativamente, refluidificación insuficiente. Se ha de tener en cuenta que la fluidificación produce una expansión del orden de 10 - 40%, típicamente aproximadamente el 30%. Cuando de este modo una corriente de producto densa procedente del reactor de lecho móvil entra en el reactor de lecho fluidificado, que ya tiene un densidad de lecho relativamente alta de las partículas de polímero, esto tiende fácilmente a producir problemas.
- Específicamente, se usa un flujo de gas de barrera que tenga un caudal de como mucho un 50% más elevado que el caudal de polvo que entra en la unidad de reactor de lecho fluidificado. La reducción del flujo de gas de barrera conduce a una reducción de coste directa. Además, se puede evitar el reciclado o quemado del exceso de gas de barrera. Sin embargo, de acuerdo con la invención, tal reducción en el flujo de gas de barrera no conduce a un peor resultado. Como se explicará en los ejemplos, se puede, sin embargo conseguir una eficiencia de barrera requerida o deseada. La eficiencia de barrera es un parámetro que especifica una diferencia de concentración de un cierto

componente entre el reactor de lecho móvil y el reactor de lecho fluidificado. Típicamente, este componente es sustancialmente no deseado en uno de los reactores, por ejemplo en el reactor de lecho móvil (en lo que sigue también denominado como "componente no deseado"). El control de la eficiencia de barrera es típicamente gobernado por el flujo de gas de barrera. Más preferiblemente, el flujo de gas de barrera es incluso más bajo que el caudal de polvo.

Preferiblemente, un flujo de gas de barrera es introducido en la primera unidad de reactor en una ubicación no más elevada que el 75 % de la altura del lecho móvil. Más preferiblemente, esta introducción se produce en una ubicación no más elevada del 50% de la altura del lecho móvil. El lecho móvil se refiere aquí al régimen de flujo de pistón realmente creado. La altura del lecho móvil es típicamente entre 15 - 40% inferior a la altura de la unidad de reactor de lecho móvil.

De manera adecuada, la caudal de gas de barrera es como mucho el 150% del caudal de producto. Se ha encontrado sorprendentemente que una reducción del caudal de gas de barrera se puede conseguir cuando se transporta de forma activa y se refluidifica adecuadamente la corriente de producto, mientras que sin embargo se mantiene una eficiencia de barrera apropiada en la primera unidad de reactor. De acuerdo con la invención, la primera unidad de reactor es operada a una eficiencia de barrera de al menos el 80 % en al menos el 65 % del volumen de la primera unidad de reactor, y más particularmente a una eficiencia de barrera de al menos el 70% en la menos el 75% del volumen de la primera unidad de reactor. Tal eficiencia de barrera ha resultado suficiente para conseguir las condiciones de reacción diferentes requeridas.

De acuerdo con la invención, la re-fluidificación de la corriente de producto está habilitada ya que un espacio no obstruido está presente con una extensión de al menos 0,4D, en donde D representa el diámetro del reactor de lecho fluidificado en la altura de dicha entrada en el reactor de lecho fluidificado. Más preferiblemente, la entrada en el reactor de lecho fluidificado está presente a una altura que es al menos 0,5D por encima de la rejilla de fluidificación, tal como entre 0,5D y 1,5D, o lo más preferible entre 0,7D y 1,2D por encima de la rejilla de fluidificación. La introducción de la corriente de producto a una altura mayor por encima de la rejilla de fluidificación permite que la corriente de producto sea distribuida más en una dirección lateral, en lugar de ser conducida hacia arriba por medio del gas de fluidificación de forma inmediata. Tal distribución lateral ampliada minimiza además el riesgo de que el polvo que salida de la primera unidad de reactor tenga una oportunidad mayor de ser inmediatamente recirculado en la primera unidad de reactor. Tal recirculación inmediata tiene la desventaja de que la homogeneidad del producto de polímero resultante disminuye.

Breve descripción de las figuras

Estos y otros aspectos del método de acuerdo con la invención se aclararán más con referencia a las Figuras, en las que:

la Fig. 1 muestra una vista en diagrama de un sistema de reactor de acuerdo con la técnica anterior;

la Fig. 2 muestra una vista en diagrama de la primera realización de un sistema de reactor para utilizar en el método de la invención, y;

la Fig. 3 muestra una vista en diagrama, de un sistema de reactor adicional no de acuerdo con la invención.

Descripción detallada de las realizaciones ilustrativas

Las Figuras son de naturaleza esquemática y están destinadas sólo a fines ilustrativos. Las Figuras no están dibujadas a escala y los números de referencia iguales en las diferentes figuras se refieren a las mismas características, idénticas o similares.

La Figura 1 muestra un sistema de reactor 1 de la técnica anterior para la polimerización catalítica de olefinas, como se conoce del documento EP-A-2090357. Las α -olefinas utilizadas en el proceso de acuerdo con la invención comprenden C_2 - C_{12} -olefinas, preferiblemente C_2 - C_8 -olefinas, etileno, propileno, butano-1, pentano-1, hexano-1, 4-metil-1-pentano y 1-octano. Estas 1-olefinas pueden ser utilizadas para la producción de homopolímeros. Los copolímeros pueden ser producidos utilizando por ejemplo etileno y/o propileno en combinación con otras C_2 - C_8 - α -olefinas. 1-olefinas más elevadas o polienos pueden ser utilizados para la copolimerización, tal como, dienos, por ejemplo, 1,4-butadieno, 1,6-hexadieno, dicitropentadieno, etileno norborneno, y vinilo norborneno. Los catalizadores Ziegler-Natta están descritos entre otros, en los documentos EP-A-688794, WO-A-99/51646, WO-A-01/55230, WO-A-2005/118655 y EP-A-810235.

El sistema de reactor 1 de esta primera realización comprende un reactor de lecho fluidificado 2 dentro del cual está dispuesto centralmente un reactor de lecho móvil 3. El monómero es proporcionado al reactor de lecho fluidificado 2 a través de una línea 4. El gas inerte, el comonómero y/o el hidrógeno pueden ser añadidos opcionalmente a través de la línea 5. El monómero y otros gases opcionales entran en la cámara de entrada 6 del reactor de lecho fluidificado 2 a través de la entrada 18 junto con el gas de fluidificación que ha sido recirculado. Para asegurar que el flujo de gas es distribuido de forma uniforme sobre el área de superficie de sección transversal de la cámara de entrada 6, la tubería de entrada puede estar equipada con un elemento de división de flujo como se conoce en la

técnica, por ejemplo en el documento EP-A 684871. Una rejilla de fluidificación 7 está dispuesta en la parte superior de la cámara de entrada 6. Los reactivos entran en el reactor 2 a través de la rejilla de fluidificación 7 como el gas de fluidificación. La finalidad de la rejilla de fluidificación 7 es dividir el flujo de gas uniformemente a través del área de sección transversal del lecho. En esta realización con el lecho móvil 3 situado dentro del reactor de lecho fluidificado 2, se prefiere disponer la rejilla de fluidificación de manera que se establezca una corriente de gas para barrera a lo largo de las paredes del reactor.

El gas de fluidificación pasa a través del lecho fluidificado. La velocidad superficies del gas de fluidificación debe ser mayor que una velocidad de fluidificación mínima de las partículas contenidas en el lecho fluidificado, ya que de otro modo no se produciría la fluidificación. Por otra parte, la velocidad es más adecuadamente inferior a la velocidad de inicio del transporte neumático, ya que de otro modo el lecho completo podría ser introducido en el gas de fluidificación. El catalizador o el catalizador polimerizado [por ejemplo, el catalizador sobre el cual el polímero crece ya de manera que forma una composición de polímero y catalizador] son añadidos a través de la línea 8 desde una unidad 9 suministrada a través de las líneas 10 y 11. Puede ser introducido en el reactor de diversas formas, o bien de forma continua o bien de forma intermitente. El polímero es formado en una reacción de polimerización en el sistema de reactor 1 en las partículas catalíticas, dando lugar a partículas de polímero y el calentamiento del gas por el calor de reacción. La composición del polímero formado depende de las condiciones de reacción, tales como, las concentraciones del monómero, comonómero e hidrógeno y la temperatura de reacción. Las partículas de polímero se convierten en parte de un lecho fluidificado que es generado y mantenido lateralmente alrededor del reactor de lecho móvil 3. El lecho fluidificado mantenido es visualizado por las flechas 12. Las partículas de polímero son separadas del gas en una sección de separación en la parte superior del lecho fluidificado. El lecho fluidificado es mantenido a través de la corriente de gas que fluye hacia arriba. Para establecer esta corriente el gas es extraído de la parte superior del reactor de lecho fluidificado a través de medios de recirculación 14. Estos medios 14 incluyen una línea de recirculación 14, opcionalmente un intercambiador de calor 15 para enfriar, y un compresor 16 y opcionalmente un intercambiador de calor adicional 17. El gas es adecuadamente enfriado hasta una temperatura que es menor que la del lecho para evitar que el lecho se caliente debido a la reacción. También es posible añadir agentes de condensación en la corriente de gas de reciclado. Tales agentes de condensación son típicamente componentes no polimerizables, tales como propano, n-butano, isobutano, n-pentano o isopentano que son al menos parcialmente condensados en el refrigerador.

La entrada del reactor de lecho móvil está dispuesta en esta realización dentro del reactor de lecho fluidificado. Por lo tanto, parte del material procedente del reactor de lecho fluidificado - visualizado por las flechas 19 - puede ser transferido en el reactor de lecho móvil, mientras que la otra parte restante es fluidificada y mezclada más en el reactor de lecho fluidificado. Esto permite que el número de ciclos que las partículas de polímero han realizado a través del reactor de lecho fluidificado 2 y el reactor de lecho móvil 3 pueda ser diferente. Esto es adecuado para obtener una distribución de peso molecular deseada en combinación con un peso molecular medio deseado. Una distribución de peso más preferida es una distribución bimodal. El material de partículas que entra en el reactor de lecho móvil 3 formará un lecho de partículas poliméricas asentadas que se mueve lentamente hacia abajo en una corriente de más o menos de pistón hacia la salida del lecho móvil que está parcialmente cerrada por la válvula 22 controlada a través de una línea de control. Un colchón de gas barrera se forma en el lecho móvil hacia abajo de partículas poliméricas. Ejemplos de gas barrera cualquier componente en forma de vapor que no perturbe y/o inhiba la reacción deseada, por ejemplo etileno, propano, propileno, pentano, butano, nitrógeno. Compuesto polares son típicamente no deseados para el uso en o como gas barrera. El gas barrera es añadido a través de la línea 24 y las boquillas 25. El gas barrera es añadido con el fin de aplicar diferentes condiciones de polimerización en el lecho móvil que en el lecho fluidificado y es adecuadamente añadido a la parte inferior del reactor de lecho móvil, esto es, en una ubicación dentro de la mitad inferior del lecho asentado. Por ejemplo, una polimerización es realizada en el reactor de lecho móvil en una concentración inferior de un agente de transferencia de cadena tal como hidrógeno. El gas de barrera puede ser un gas o un líquido o una combinación de los mismos. Puede ser inerte a la polimerización catalítica, tal como nitrógeno y C₁-C₁₂-alcano.

Alternativamente o adicionalmente, el gas de barrera puede comprender componentes reactivos, tales como monómero y/o comonómero. Preferiblemente, se hace uso de un gas de barrera líquido que se evapora bajo las condiciones residentes en el reactor de lecho móvil 3. De esta manera, el colchón de gas de barrera es formado durante la evaporación y se produce el enfriamiento de la reacción de polimerización exotérmica. La adición de gas de barrera puede ser tal que se produzca una polimerización de modo consensado. Después de un tiempo de residencia total suficiente tanto en el reactor de lecho fluidificado 2 como en el reactor de lecho móvil 3, una corriente de polímero y gas (es decir, el producto final) es retirada a través de la salida 59 provista de una válvula 26. El polímero es separado del gas en un separador 27 y retirado a través de la salida 28, mientras que el material gaseoso es reciclado a través de la línea 29 y la línea de recirculación 14. El producto polimérico puede ser retirado del reactor de fase de gas (es decir, el reactor de lecho fluidificado) o bien de forma continua o bien de forma intermitente. También se pueden utilizar combinaciones de estos métodos. La extracción continua se describe, entre otros, en los documentos US-A-4621952, EP-A-188125, EP-A-250169 y EP-A-579426. El sistema de reactor 2 está provisto de una tubería de transporte 60 de acuerdo con la invención. La tubería de transporte 60 conecta la salida 21 del reactor de lecho móvil 3 con la entrada de partículas 64 del reactor de lecho fluidificado 2, y transporta de este modo una corriente de producto del reactor de lecho móvil 3 en el reactor de lecho fluidificado 2. En esta realización, la tubería de transporte comprende medios de desplazamiento 62, que son accionados por un motor 61. Los medios

de desplazamiento son en este ejemplo un tornillo transportador. La corriente de producto procedente del lecho móvil 3 entra a través de los medios de desplazamiento 62 en una sección adicional. Esto está típicamente dispuesto para conseguir la densificación, y de este modo es la zona de densificación 65. La densificación principalmente llega del hecho de que el tornillo transporta el polímero hacia delante hasta la zona de densificación. Después el movimiento solo se consigue por la presión generada por el polvo que entra en la zona de densificación procedente del tornillo. Esto también conduce a un empaquetamiento más compacto del polvo en la zona de densificación.

La Fig. 2 muestra una vista en diagrama de un sistema de reactor 40 para utilizar en la invención. Para una mayor claridad, los medios para mantener el lecho fluidificado y los componentes para introducir el catalizador no están mostrados con todo detalle aquí. La rejilla de fluidificación está referida con el número de referencia 42, la salida de la primera unidad de reactor está referida con el número de referencia 50. También se entiende que están presentes de la misma manera que la mostrada en la Fig. 1. Esta Fig. 2 muestra una realización en la que la primera unidad de reactor 47 está dispuesto adyacente al lecho fluidificado 41. Debido a la entrada 49 de la primera unidad de reacción 47 que reside en el lecho fluidificado 41, esta realización permite también que parte del material de partículas entre en el primer reactor mientras que la otra parte permanezca en el reactor de lecho fluidificado.

La primera unidad de reactor 47 de esta realización es preferiblemente un reactor de lecho móvil. No se excluye que más de un reactor de lecho móvil sea combinado con un único reactor de lecho fluidificado. Preferiblemente cada reactor de lecho móvil está dispuesto a una distancia sustancialmente igual desde el reactor de lecho fluidificado 41. Una relación de volumen entre 1 y 10 entre los reactores de lecho móvil es considerada beneficiosa. El uso de más de un reactor de lecho móvil en combinación con un único reactor de lecho fluidificado puede ser ventajoso desde el punto de vista del funcionamiento (es decir, mejor control y mantenimiento más fácil del lecho móvil). Adicionalmente, se puede utilizar de manera que se creen diferentes condiciones en la unidad de reactor de lecho móvil, y/o para crear copolímeros de una manera altamente controlada.

La tubería de transporte 60 de esta realización se extiende desde la salida 50 del reactor de lecho móvil 47 al reactor de lecho fluidificado 41. Tal extensión en el reactor de lecho fluidificado 41 es adecuada para la distribución homogénea de las partículas. La entrada de partículas 64 en el lecho fluidificado 41 puede estar provista de medios de manera que se optimiza la distribución. La tubería de transporte mostrada aquí está sin embargo provista de una zona de densificación 65 con el fin de hacer posible la densificación suficiente de la corriente de producto. La zona de densificación 65 puede estar configurada como una sección de tubería con diámetro decreciente pero ello no es necesario para obtener el efecto de densificación. La salida 50 del reactor de lecho móvil 47 puede estar provista de un control de salida, tal como una válvula. Alternativamente, los medios de desplazamiento 62 pueden ser operados de manera que se defina una velocidad de fluido de salida. De acuerdo con la invención, un espacio no obstruido A está definido en dicha unidad de reactor de lecho fluidificado, extendiéndose el espacio desde dicha entrada de partícula en una distancia de al menos $0,4D$ en dicha dirección de flujo, en donde D es el diámetro interno de dicha unidad de reactor de lecho fluidificado en el nivel de dicha entrada de partícula, y en particular en la dirección de flujo. La distancia es preferiblemente al menos $0,5D$. Para un reactor de lecho móvil que esté situado externamente la distancia puede ser mucho más grande, hasta $1D$. Sin embargo, también en tal caso, puede ser adecuado situar la entrada de partículas más hacia, o incluso en el centro, del reactor de lecho fluidificado. Para un reactor de lecho móvil que esté situado dentro de la unidad de reactor de lecho fluidificado, la entrada de partículas está dispuesta adecuadamente hacia arriba, y a una distancia suficiente desde la salida del reactor de lecho móvil. Debido a la dirección de flujo así dispuesta, se crea un espacio no obstruido adicional. La expresión "espacio no obstruido" se refiere a un espacio sustancialmente libre de objetos o caras que puedan dificultar el flujo turbulento de las partículas y el gas de fluidificación. De manera adecuada, el espacio no obstruido está libre de cualesquiera objetos. El espacio no obstruido preferiblemente tiene una dimensión de al menos $0,4D$ normal a la dirección de flujo. Más preferiblemente tal extensión está presente sobre al menos el 50% de dicha distancia en la dirección de flujo, más preferiblemente, sobre la menos el 70 %, lo más preferible sobre al menos el 80%.

Durante el funcionamiento, los medios de desplazamiento 62 sustancialmente aumentarán un caudal de la corriente de producto del reactor de lecho móvil. El particular, la cantidad de partículas de polímero por unidad de volumen es aumentada. La densidad del material polímero como tal aquí no cambia, pero la densidad de corriente aumenta dado que las partículas de polímero están empaquetadas más próximamente. De manera adecuada, la densidad de lecho en el reactor de lecho fluidificado 41 se iguala a la densidad de volumen fluidificado de las partículas, que está típicamente en el orden de 200 a 400 kg/m^3 , y tiende a ser mayor para el polipropileno (300 - 400 kg/m^3) que para el polietileno (200 - 300 kg/m^3). La densidad de lecho es de cualquier modo mayor que en los reactores de lecho fluidificado y es de este modo un Reactor de Lecho Fluidificado (FBR) "denso". La densidad de lecho en el reactor de lecho móvil 47 está adecuadamente en el orden de la Densidad de Volumen Asentado, que está típicamente en el orden de 350 - 500 kg/m^3 , de nuevo más elevada para el polipropileno (400 - 500 kg/m^3) que para el polietileno (350 - 450 kg/m^3). Lo más adecuado, la densidad del lecho de polvo en el FBR está en el rango de 50 a 85 % para la densidad de volumen asentado, más preferiblemente de 65 a 75 %, por ejemplo 70 % de la densidad de volumen asentado. La densidad del lecho de polvo en el reactor de lecho móvil (MBR) es del 70 - 100 % de la densidad de volumen asentado. La densidad de lecho de polvo en la zona de densificación es de 100 - 120 % de la densidad de volumen asentado. Para evitar dudas, la expresión "lecho de polvo" se utiliza aquí para describir el lecho formado por las partículas polimerizadas.

El diseño de la tubería de transporte puede además ser configurada para llegar al rendimiento óptimo. El ángulo entre los medios de desplazamiento mecánicos 62 y la zona de densificación está preferiblemente entre 150 y 210 grados de acuerdo con la invención, y más preferiblemente alrededor de 180 grados (recto). En la implementación mostrada, la salida 64 de la tubería de transporte 60 tiene un área de superficie extendida resultante de su orientación oblicua con respecto a la zona de densificación. En otra implementación, la tubería de transporte 60 puede estar provista de más de una salida 64, de manera que se distribuyen las partículas homogéneamente en todo el reactor de lecho fluidificado 2. Se prefiere que la entrada de partículas 64 al lecho fluidificado 2 esté presente por encima de la rejilla de fluidificación 42. La primera unidad de reactor 47 tiene en este ejemplo un flujo de salida que está controlado, de manera que su abertura es más estrecha que el diámetro de la unidad de reactor 47. Preferiblemente, la relación entre el diámetro de la tercera unidad de reactor 48 y la salida 50 está por encima de 10, preferiblemente por encima de 25 y preferiblemente menor que 100. Alternativamente, la unidad de reactor 47 puede estar provista de una válvula.

La Fig. 3 muestra un sistema reactor adicional no acorde con la invención. La primera unidad de reactor 2 es aquí un sistema de reactor que comprende una unidad de reactor de lecho fluidificado y una unidad de reactor de lecho móvil 38. La unidad de reactor de lecho móvil 38 está aquí situada dentro del reactor de lecho fluidificado. Esta es sin embargo una realización y una configuración alternativa tal como se muestra en la Fig. 2 no excluida. Una corriente de producto sale de este reactor a través de la salida 49. Alcanza un reactor de lecho fluidificado adicional 48 a través de la tubería de transporte 60. El reactor de lecho fluidificado adicional 48 está en el ejemplo provisto de medios 74 para mantener el lecho fluidificado, lo que permite la recirculación del gas de fluidificación. Tales medios 74 son funcionalmente y preferiblemente, idénticos estructuralmente a los medios 14. Las variaciones respecto a la configuración base de tales medios 14, 74 son conocidas per se y no necesitan elaboración adicional en este punto. Se entenderá que el reactor de lecho de fluidificación adicional 48 está además provista de una entrada de partículas 78 y una salida de producto 59. La ventaja del presente acoplamiento de los reactores 2, 48 a través de una tubería de transporte que comprende medios de desplazamiento mecánicos es que las condiciones de funcionamiento en la primera unidad de reactor 2 se pueden mantener diferentes de aquellas en el reactor de lecho fluidificado 48.

Ejemplos

La densidad de volumen asentado fue medida de acuerdo con la norma ASTM D1895-96, método A.

En los ejemplos siguientes, se utiliza dióxido de carbono como marcador para un componente no deseado.

Ejemplo 1 (Comparativo)

El equipo de acuerdo con el Ejemplo 1 del documento EP-A-2090357 fue operado a diferentes frecuencias del motor del alimentador de tornillo. El reactor de lecho móvil (MBR) fue instalado concéntricamente dentro del reactor de lecho fluidificado (FBR) como se muestra en la Figura 3 del documento EP-A-2090357. El diámetro del lecho fluidificado era de 630 mm y el diámetro del MBR era de 158 mm. El transportador de tornillo era de orientación vertical empujando el polímero hacia abajo. La tubería de transporte con un diámetro de 154 mm estaba dirigida hacia la pared del FBR, de manera que la distancia del extremo de la tubería de transporte y la pared de reactor era de aproximadamente 0,12 veces el diámetro del FBR. El flujo de gas de fluidificación era de 135 kg/h. El polvo de polietileno tenía una densidad de volumen asentado de 410 kg/m³. El flujo de polvo a diferentes frecuencias del motor del tornillo se muestra a continuación en la Tabla 1 (la frecuencia más elevada corresponde a la rotación más elevada del tornillo).

Tabla 1: Flujo de polvo a frecuencias de 5 a 20 Hz

Frecuencia, Hz	Flujo de polvo, m ³ /h
5	2,2
10	4,0
15	6,3
20	8,3

En el rango de 20 ... 50 Hz, la transmisión de fuerzas del motor al tornillo falló. Esto se considera que es debido a la insuficiente refluidificación cerca de la salida de la zona de densificación.

Ejemplo 2 (Comparativo)

El proceso del Ejemplo 1 fue repetido pero sin la zona de densificación. La salida era hacia abajo inmediatamente después del tornillo. Ningún polímero podría ser retirado del MBR.

Ejemplo 3 (Comparativo)

En este experimento, se utilizó un FBR que tenía un diámetro interno de 630 mm. El FBR fue conectado a un MBR instalado externamente que tenía un diámetro interno de 292 mm. El lecho fluidificado tenía una altura de aproximadamente 2200 mm y el polímero procedente del MBR era introducido en el FBR utilizando una tubería de transferencia, es decir, una tubería alrededor de los medios de desplazamiento en forma de tornillo. El centro de la tubería de transferencia estaba a un nivel de aproximadamente 200 mm por encima de la rejilla de fluidificación. La tubería de transferencia que tenía un diámetro de 154 mm finalizaba en la pared del FBR. El tornillo estaba en una posición horizontal. No había zona de densificación en el extremo de la tubería de transferencia. El lecho fluidificado y el lecho móvil consistían en polvo de polietileno como en el Ejemplo 1 junto con el gas de fluidificación (en el FBR) o el gas de barrera (en el MBR). La densidad del lecho fluidificado era de 285 kg/m³. El flujo del gas de fluidificación era de 110 m³/h. La densidad del lecho móvil era de 410 kg/m³. El polímero podría ser alimentado al lecho fluidificado sin problemas. El flujo de polvo en función de la frecuencia del motor se muestra a continuación en la Tabla 3.

Tabla 3

Frecuencia, Hz	Flujo de polvo, m ³ /h
7	2,2
8	2,4
9	3
10	3,8
12	5,3
15	7,8
20	12

La eficiencia de barrera en el nivel de 270 mm por encima de la base del MBR (o a la profundidad del lecho de 1600 mm) fue del 100% a una frecuencia de 10 Hz y un flujo de gas barrera de entre 5,6 y 9,7 m³/h. Esto significa que la concentración del componente no deseado es de aproximadamente cero en aproximadamente un 14% del MBR.

La eficiencia de barrera en un punto dado en el reactor de lecho móvil (MBR) podría ser definida como $(C_0 - C)/C_0 \cdot 100\%$, en donde C es la concentración de un componente en un punto dado en el MBR y C₀ es la concentración de este componente en el gas de fluidificación. El componente es típicamente no deseado en el reactor de lecho móvil. La eficiencia de barrera se mide midiendo la composición del gas de fluidificación por una parte y la composición de gas en el MBR por otra parte. La composición es medida convenientemente utilizando cromatografía de gas en línea de acuerdo con los métodos estándar utilizados para detectar tales componentes. En los presentes ejemplos el CO₂ fue utilizado como marcador de un componente no deseado.

La profundidad se refiere al MBR y es el nivel que está 1600 mm debajo del nivel de superficie del lecho móvil. El FBR permanece junto al MBR pero el nivel superior del lecho fluidificado no es necesariamente el mismo que el nivel superior del lecho móvil. En este ejemplo 3, la altura del lecho en el FBR era de 2200 mm. La altura del lecho móvil en este ejemplo es de aproximadamente 1870 mm (270 mm + 1600 mm). Un espacio de gas está presente encima de la parte superior del lecho móvil (así como encima de la parte superior del lecho fluidificado). La base del MBR se refiere al nivel en el que la salida del MBR está presente en la tubería.

Ejemplo 4

El procedimiento del Ejemplo 3 se repitió excepto en que en el extremo de la tubería de transporte había una zona de densificación que tenía una longitud de 275 mm. La tubería de transporte terminaba en la pared del reactor de lecho fluidificado. Las densidades de lecho fluidificado y del lecho móvil eran como en el Ejemplo 3. La densidad en la zona de densificación era de 450 kg/m³. El flujo de polvo en función de la frecuencia del motor se muestra a continuación en la Tabla 4.

Tabla 4

Frecuencia, Hz	Flujo de gas barrera, m ³ /h	Flujo de polvo m ³ /h
10	0	2,3

10	2,1	3,0
10	6,5	3,2
10	10,8	3,8
20	0	4,3
20	2,1	5,7
20	6,5	7,0
20	10	7,5
30	0	7,2
30	2,1	9,0
30	6,5	9,5
30	10,8	9,8

La eficiencia de barrera en el nivel de 270 mm por encima de la base del MBR (o en la profundidad de la base de 1600 mm) era de 100 % a una frecuencia de = 10 Hz y un flujo de gas de barrera de 2,5 m³/h.

5 Por lo tanto, cuando se comparan los Ejemplos 3 y 4, el flujo de gas barrera en la misma frecuencia de tornillo y la misma profundidad en el reactor es inferior en el Ejemplo 4 que en el Ejemplo 3. El efecto de la zona de densificación es de este modo que un flujo menor de gas barrera es suficiente para alcanzar una eficiencia de barrera dada. Esto es beneficioso ya que mejora la economía de producción: menor flujo de gas significa menor coste de materia prima. Especialmente, si la velocidad de alimentación de gas total es más elevada del que es consumido en el proceso el exceso de gas necesita ser recuperado o quemado. Esto desperdiciará una gran cantidad de energía o de materia prima útil y conducirá a un proceso económicamente no viable.

Ejemplo 5

15 El procedimiento del Ejemplo 4 fue repetido de otro modo pero el tornillo y la tubería de transporte de polvo estaban en una posición inclinada hacia arriba son una inclinación de 30°. El punto de alimentación estaba aproximadamente 500 mm por encima de la rejilla de fluidificación. La longitud de la zona de densificación era de 240 mm. Las Tablas 5 y 6 muestran los resultados del mismo. La eficiencia de barrera se reduce en pequeñas profundidades debajo del nivel de lecho (comparar experimentos 295 y 298) a la vez que se reduce el flujo de gas de barrera. Sin embargo, la eficiencia de barrera en el flujo de gas inferior es sin embargo suficientemente grande, y por tanto la concentración de componente no deseado suficientemente baja. Esto es en particular en comparación con el Ejemplo 3, en donde la eficiencia de barrera es del 100% solo en el 14% de volumen del reactor. En el ejemplo actual, la eficiencia de barrera es del 100% en el 40% del volumen del reactor y del 85% o más en el 67% el reactor, incluso cuando se reduce el flujo de gas de barrera a aproximadamente la mitad del flujo utilizado en el Ejemplo 3.

Tabla 5

Exp	Eg	Frecuencia	BG, inferior	Flujo de polvo		Eficiencia de barrera en el punto específico debajo del nivel de lecho					
				l/s	m ³ /h	3 cm	13 cm	23 cm	30 cm	33 cm	60 cm
	m ³ /h	Hz	m ³ /h								
29	130	10	6	0,9	3,2				90%		100%
4				1	6						
29	130	10	6	0,8	3,1	50%	88%	90%		90%	
5				8	8						
				1,0	3,6						
				2	7						

ES 2 674 424 T3

29	125	10	3,6	0,9	3,2	8%	46%	73%		85%	
8				1	6						
				0,8	3,1						
				8	8						

FG = flujo de gas de fluidificación

BG = flujo de gas barrera

Frecuencia = Frecuencia del motor de tornillo

5 Tabla 6

Componente	BG inferior (m ³ /h)	Punto específico debajo del nivel de lecho	% de volumen correspondiente del MBR con al menos la eficiencia de barrera	Eficiencia de barrera
294	6	30 cm	70 % vol	90 %
294	6	60 cm	40 % vol	100 %
295	6	3 cm	97 % vol	50 %
295	6	13 cm	87 % vol	88 %
295	6	23 cm	77 % vol	90 %
295	6	33 cm	67 % vol	90 %
298	3,6	3 cm	97 % vol	8 %
298	3,6	13 cm	87 % vol	46 %
298	3,6	23 cm	77 % vol	73 %
298	3,6	33 cm	67 % vol	85 %

REIVINDICACIONES

1. Un método para operar un sistema de reactor (1) que comprende una primera unidad de reactor (47) y una unidad de reactor de lecho fluidificado (41) con una entrada de partículas para la preparación de un producto de fase sólida, cuyo producto de fase sólida es un polímero obtenido por polimerización catalítica de olefinas con una distribución de peso molecular bimodal, cuya primera unidad de reactor es una unidad de reactor de lecho móvil (47) en el que está formado un lecho asentado de polímero que se mueve hacia abajo en modo de flujo de pistón, comprendiendo las etapas de:
- a. operar la primera unidad de reactor (47) para producir una corriente de producto que comprende el producto de fase sólida en forma de partículas, comprendiendo dicha operación de la primera unidad de reactor alimentar de gas de barrera con un caudal de gas de barrera a dicha primera unidad de reactor de manera que se obtienen condiciones de reacción en la primera unidad de reactor (47) diferentes de las condiciones de reacción de la unidad de reactor de lecho fluidificado (2, 41);
- b. mantener un lecho fluidificado en la unidad de reactor de lecho fluidificado (41) alimentando gas de fluidificación desde la base del lecho fluidificado para el crecimiento adicional sobre dicho producto de fase sólida en forma de partículas,
- c. transportar activamente dicha corriente de producto a dicho lecho fluidificado de la unidad de reactor de lecho fluidificado (41) mediante:
- i. la utilización de medios de desplazamiento mecánicos (62) encarnados como un tornillo y accionados para girar a una velocidad de rotación predefinida, de manera que la corriente de producto empieza a fluir;
- ii. hacer pasar dicha corriente de producto que fluye a través de una zona de densificación (65) aguas abajo de dichos medios de desplazamiento mecánicos (62), en donde la densidad de dicha corriente de producto es aumentada en dicha zona de densificación (65), y en donde dicha zona de densificación (65) define una dirección de flujo de la corriente de producto, y:
- iii. descargar dicha corriente de producto que fluye a un espacio no obstruido en dicha unidad de reactor de lecho fluidificado (41) a través de dicha entrada de partículas (64) a lo largo de dicha dirección de flujo;
- iv. refluidificar dicha corriente de producto distribuida en dicho espacio no obstruido en el lecho fluidificado. y
- d. retirar un producto final a través de una salida (59) del reactor de lecho fluidificado (2, 41) después de un tiempo de residencia total suficiente tanto en el reactor de lecho fluidificado (41) como en la primera unidad de reactor (47),
- caracterizado por que:
- la primera unidad de reactor (47) es operada a una eficiencia de barrera de al menos el 80% en al menos el 65% del volumen de la primera unidad de reactor (47);
 - la corriente de producto es descargada en un espacio no obstruido en dicha unidad de reactor de lecho fluidificado (41), cuyo espacio no obstruido se extiende desde dicha entrada de partículas (64) en una distancia de al menos $0,4 \cdot D$ en dicha dirección de flujo, en donde D es el diámetro interno de dicha unidad de reactor de lecho fluidificado (41) en el nivel de dicha entrada de partículas (64), en donde la orientación de la zona de densificación (65) es hacia arriba con un ángulo comprendido entre 0 y 60 grados con respecto a un plano horizontal.
2. El método como el reivindicado en la Reivindicación 1, en el que la unidad de lecho móvil es operada a una densidad de lecho mayor que la unidad de reactor de lecho fluidificado.
3. El método como el reivindicado en cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 2, en el que un flujo de gas de barrera es introducido en la primera unidad de reactor en una ubicación no más alta del 75% de la altura del lecho móvil, preferiblemente no más alta que el 50% de la altura del lecho móvil.
4. El método de acuerdo con una cualquiera de las Reivindicaciones 1 - 3, en el que la zona de densificación (65) tiene una relación entre la longitud y el diámetro de al menos 0,75, preferiblemente de al menos 1.
5. El método como el reivindicado en la Reivindicación 1, en el que el caudal de producto es establecido por una frecuencia de los medios de transporte y el caudal del gas de barrera.
6. El método como el reivindicado en cualquiera de las Reivindicaciones 1 - 5, en el que la primera unidad de reactor es operada a una eficiencia de barrera de al menos el 70% en al menos el 75% del volumen de la primera unidad de reactor.

- 5
7. El método como el reivindicado en cualquiera de las Reivindicaciones 1 - 6, en el que la corriente de producto es introducida en el reactor de lecho fluidificado a una altura de al menos 0,5 veces el diámetro del reactor de lecho fluidificado por encima de la rejilla de fluidificación (42), más preferiblemente a una altura entre 0,5 y 1,5 veces el diámetro del reactor de lecho fluidificado por encima de la rejilla de fluidificación (42).
8. El método como el reivindicado en una cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en el que la primera unidad de reactor está situada externamente respecto a la unidad de lecho fluidificado.
- 10
9. El método como el reivindicado en una cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en el que la zona de densificación tiene una relación entre la longitud y el diámetro de al menos 0,75, preferiblemente al menos 1.
10. Un método para producir un polímero en un reactor de bucle con una primera unidad de reactor y una unidad de reactor de lecho fluidificado, que es operada de acuerdo con el método reivindicado en cualquiera de las Reivindicaciones 1 - 9.
- 15
11. El método como en reivindicado en la Reivindicación 10, en el que el polímero es un homopolímero o un copolímero de polietileno o de polipropeno.

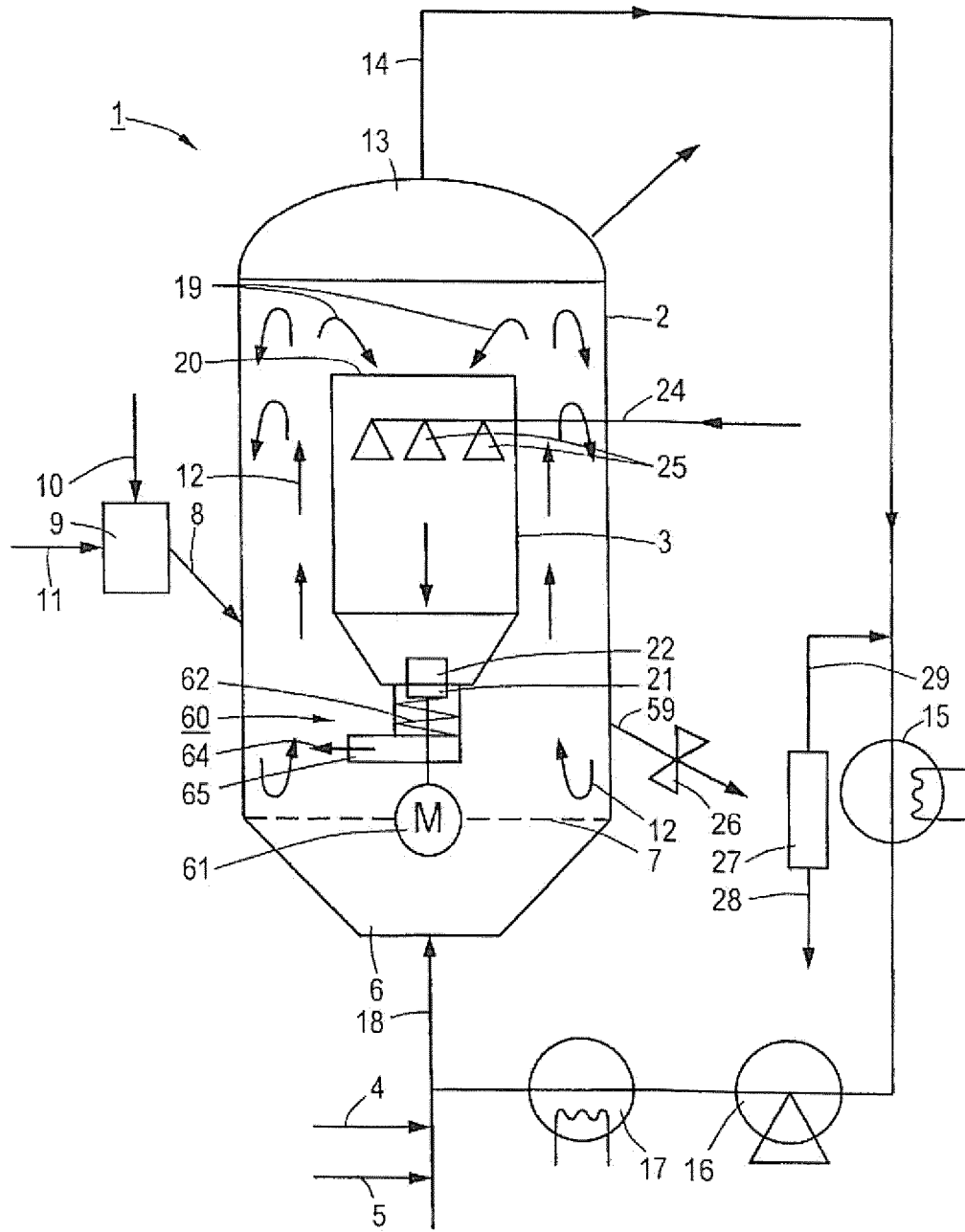


Fig.1

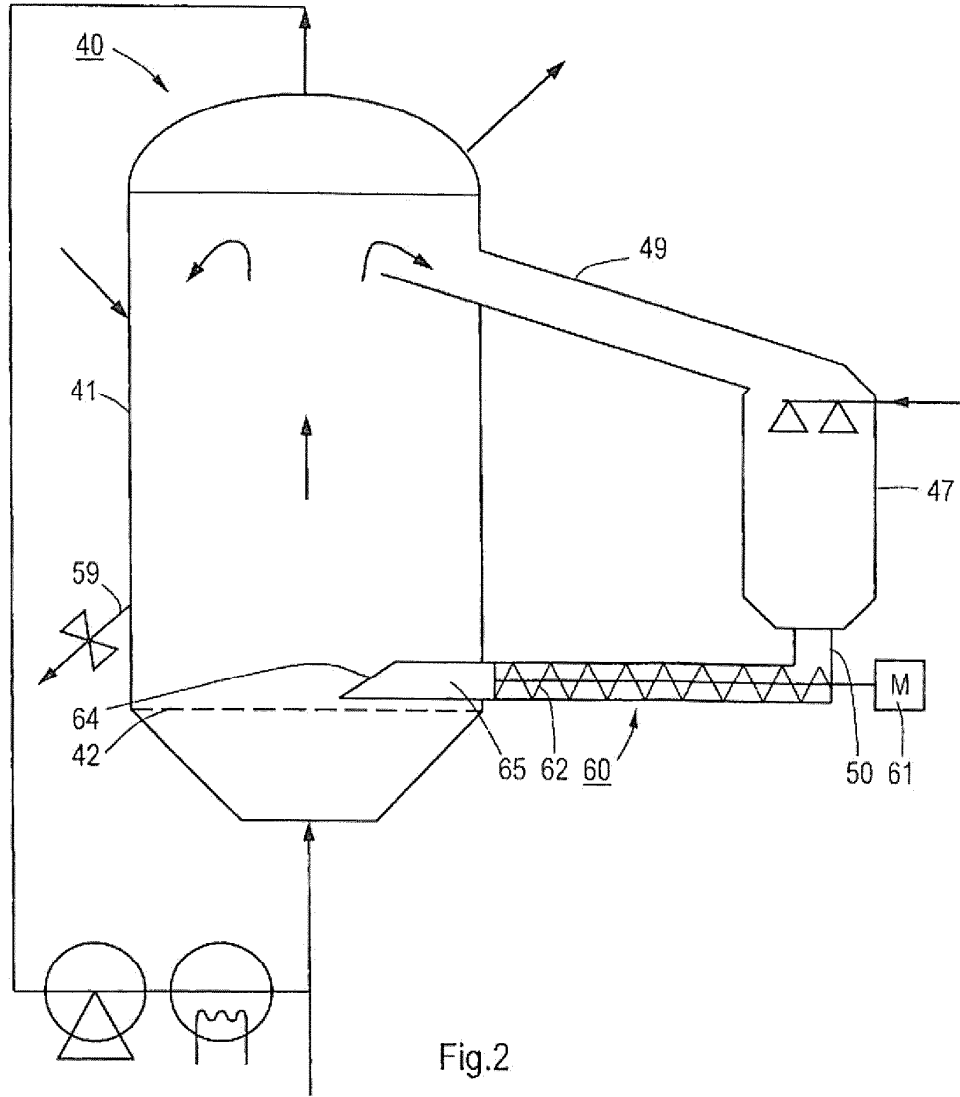


Fig.2

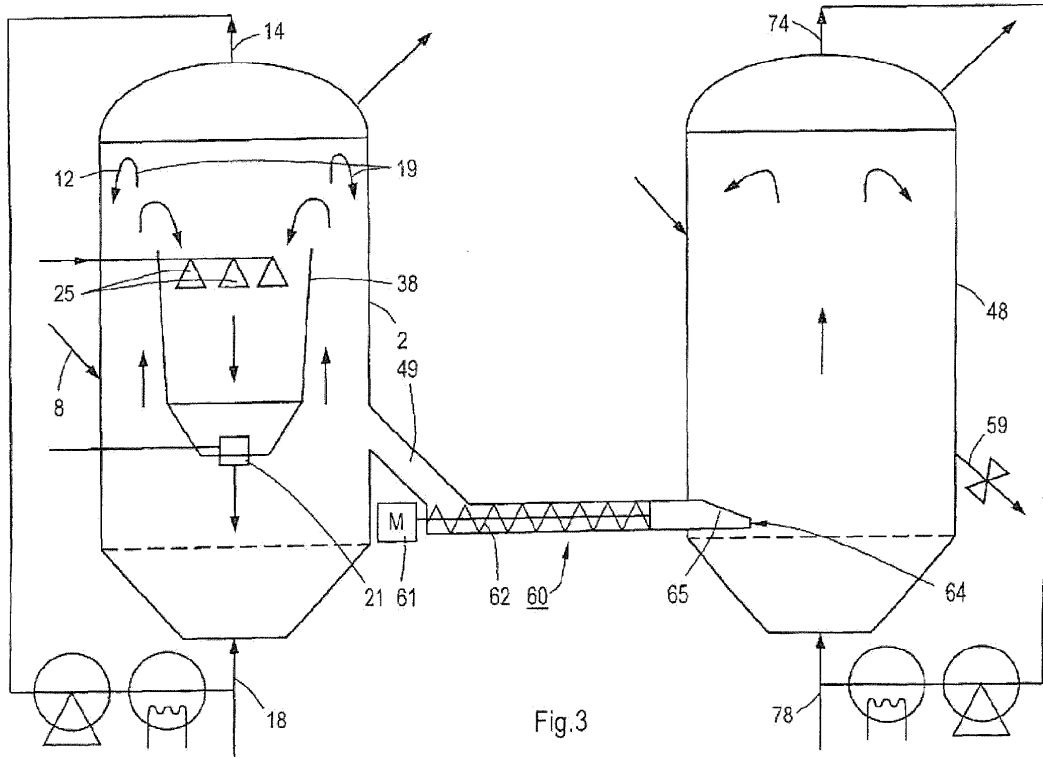


Fig.3