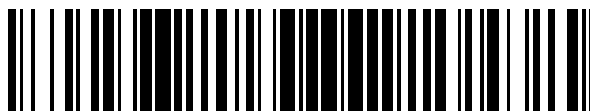


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 694 998**

51 Int. Cl.:

**B29B 7/60** (2006.01)

**B29C 31/10** (2006.01)

**B29B 9/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2001 E 04012078 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.09.2018 EP 1464462**

54 Título: **Producción mejorada de resinas dentro de especificaciones**

30 Prioridad:

**26.04.2000 US 558730**

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

**28.12.2018**

73 Titular/es:

**UNION CARBIDE CHEMICALS & PLASTICS  
TECHNOLOGY LLC (100.0%)  
39 Old Ridgebury Road  
Danbury, CT 06817-0001, US**

72 Inventor/es:

**POWERS, KIM DWIGHT;  
LEVIN, JEFF SCOTT;  
NELSON, MARK LOUIS;  
JAEN, JOSE CAVETANO y  
MORRIS, CARLOS RAY**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 694 998 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**

Producción mejorada de resinas dentro de especificaciones

5 Esta invención se refiere a la optimización de propiedades de resinas poliméricas, particularmente poliolefinas, obtenidas en ciclos continuos de producción, incluyendo las transiciones de la fabricación de un producto polimérico a otro. Se refiere a un método según la reivindicación 1 para utilizar cantidades máximas de productos que tienen propiedades que varían dentro y/o fuera de un conjunto de especificaciones.

10 WO-A-99/43716 revela un método de regulación de (circuito cerrado), de polimerización (catalítica) de (formación de longitud de cadena), en un reactor, usando un agente de transferencia de cadena (CTA), para determinar la longitud media de la cadena polimérica, que comprende las etapas de: selección periódica, aislamiento y acondicionamiento de muestras discretas del reactor polimérico de salida, para la determinación del índice de flujo fundido (MFI) para muestras individuales; suministra un ajuste periódico del agente de transferencia de cadena (CTA) al reactor, de acuerdo con la determinación de MFI de la muestra repetida.

15 En muchos procedimientos de fabricación de polímeros, pueden producirse resinas no conformes a especificaciones cuando se produce la transición de una calidad de resina a otra e incluso durante una operación en estado estacionario. Este problema es especialmente notable en una polimerización en fase gaseosa debido a que el gran reactor de polimerización de lecho fluidizado se comporta como un reactor de tanque agitado de forma continua. Una vez que se cambian las condiciones del reactor para la nueva calidad de resina en un reactor de fase gaseosa, puede ser necesario producir como mucho tres veces el peso del lecho de la resina antes de que las nuevas propiedades de la resina alcancen un estado estacionario aceptable. Debido a que las propiedades del producto cambian lentamente en los reactores de gran volumen, y dependiendo de las similitudes y diferencias entre los dos productos, no es infrecuente que hasta el 15 por ciento de la resina total obtenida en la campaña del reactor sea no conforme a especificaciones (no conforme a especificaciones en al menos un aspecto), principalmente debido al producto obtenido durante la transición de un conjunto de especificaciones a otro. La resina producida durante tales transiciones se vende normalmente a un precio significativamente menor que la resina que cumple las especificaciones (a veces denominada resina de calidad AIM en la presente memoria). Es deseable reducir la cantidad de resina no conforme a especificaciones durante los períodos de transición entre los conjuntos de especificaciones y cualquier otro período.

20 En las operaciones de polimerización en fase gaseosa, es común peletizar la resina granular no conforme a especificaciones y a continuación reciclar estos pelets no conformes a especificaciones en el peletizador a concentraciones que no causen desviación de las especificaciones en la producción de la calidad AIM. La peletización repetida puede proporcionar una historia térmica indeseable, y el contenido de aditivos del producto debe recalcularse y ajustarse continuamente. Además, la capacidad del peletizador está infrautilizada debido a que una porción significativa del producto granular se hace pasar por el peletizador más de una vez. Es indeseable el reciclado de pelets al peletizador.

35 Otro problema en una polimerización en fase gaseosa en la provisión de una capacidad de avance adecuada entre el reactor y el peletizador. Una capacidad de avance adecuada es importante para permitir fijar los problemas comunes del peletizador sin tener que parar o perder el control del reactor, lo que normalmente produce producto más o menos de forma continua. Paradas o pérdidas de control repentinas del reactor debidas a la incapacidad del peletizador de manejar el producto en forma de partículas puede dar como resultado una resina no conforme a especificaciones y procedimientos de reiniciación largos. En el estado de la técnica presente, la tolva de purga localizada entre el reactor y el peletizador se diseña con frecuencia más grande que lo que se requiere para purgar únicamente para permitir un tiempo de avance extra para el peletizador.

40 También en la producción continua de polimerización, como en un lecho fluidizado, es común para una o más propiedades variar de un punto objetivo, pero permanecer dentro de un intervalo de especificaciones. Aunque virtualmente todos los consumidores y usuarios de resinas quieren producto dentro de especificaciones necesarios para sus propósitos particulares, muchos también están preocupados por la consistencia de los valores especificados. Así, los productos no deben estar simplemente dentro de un intervalo específico de valores para una o más propiedades, sino que consistentemente, de ciclo a ciclo, y desde el principio hasta el final de un ciclo, deben encontrarse o estar muy próximos al valor o valores objetivo para una o más propiedades. La producción de productos finales que tienen variabilidad reducida aumentará el límite de capacidad del procedimiento (CpK) del procedimiento. Los expertos en la materia se darán cuenta de que un cambio en un punto (conjunto) de control para ajustar una propiedad de producto afectará al procedimiento de otras formas, y que los ajustes del procedimiento de cualquier clase pueden afectar a la consistencia del producto en más de una manera. Idealmente, a pesar de la complejidad del procedimiento, se querrá producir un producto que está consistentemente en el objetivo en todos los aspectos.

55 Sería deseable eliminar la necesidad de tolvas de purga excesivamente grandes, desarrollar un método para minimizar la producción no conforme a especificaciones, reducir o eliminar la práctica de reciclado a través del peletizador, y producir un producto dentro de especificaciones que está consistentemente en el objetivo en varias

propiedades.

Nuestra invención se discutirá y describirá con referencia particular al procedimiento de lecho fluidizado ampliamente usado "Unipol" para la polimerización de olefinas. Véanse, por ejemplo, las descripciones en la patente de EE.UU. n° 5.453.471 de Bernier et al, la patente de EE.UU. n° 4.003.712, de Miller, la patente de EE.UU. n° 4.621.952 de Aronson y otras patentes relacionadas de Union Carbide Corporation. La aplicabilidad y valor de la invención no está limitada, sin embargo, al procedimiento Unipol. Puede usarse en cualquier resina, produciendo facilidad que da lugar a producto en forma de partículas (a veces usado en la presente memoria intercambiamente con "granular") más o menos de forma continua que se peletiza o no.

Esta invención proporciona un método para convertir o mezclar material granular no conforme a especificaciones a material de calidad AIM, manteniendo el material de calidad AIM dentro de especificaciones. El valor de la invención es particularmente alto cuando se transforma material granular de transición no conforme a especificaciones en los productos anterior y posterior de una transición para reducir el producto total no conforme a especificaciones. La invención también proporciona un método para producir resina consistentemente, que no solo está dentro de los intervalos de especificaciones, sino en el objetivo o muy próximo al objetivo de las propiedades deseadas.

El aparato, que no es parte de esta invención, es un conjunto de una o más tolvas, referidas en la presente memoria como tolvas adelantadas de ajuste, localizadas entre el reactor y el peletizador, preferiblemente después de una tolva de purga. La resina del reactor puede transferirse a cualquiera de las tolvas adelantadas de ajuste, o puede enviarse a unatolva de purga, o directamente al peletizador. Nuestra invención, sin embargo, se refiere al uso de tolvas de ajuste. La resina puede combinarse de cualquiera de las tolvas de ajuste antes de que se envíe al peletizador. El sistema puede comprender cualquier número de tolvas y las tolvas pueden ser de cualquier tamaño. Puede determinarse un número óptimo de tolvas y el tamaño de las tolvas basado en el ciclo anticipado de producto del reactor. Preferiblemente las tolvas adelantadas de ajuste serán de un diseño o construcción de forma que proporcionen "flujo de tapón", queriendo decir que la tolva suministra material granulado sustancialmente en la secuencia en la que se recibió. La interfaz entre dos materiales granulares algo diferentes es sustancialmente cónica si el material granular entra en el centro de la parte superior de la tolva y cae en un lecho de material granular ya presente. Una interfaz cónica entre productos de características algo diferentes, como entre gránulos de polietileno dentro de especificaciones y no conforme a especificaciones, permanecerá sustancialmente cónica mientras desciende en la tolva. La descarga por gravedad desde el centro de la parte inferior de tal tolva asegura un paso sustancialmente despejado de un tipo de producto a otro, a pesar de que puede haber algo de mezcla en la interfaz cuando primero se forma y cuando emerge de la parte inferior de la tolva. Algunas veces "flujo de tapón" en este contexto se usa intercambiamente con "flujo másico", y esa es nuestra intención en esta memoria descriptiva. El progreso descendente de una interfaz o límite de dos tipos diferentes de productos granulares puede calcularse y/o proyectarse mientras se monitoriza la descarga de la tolva, y se utiliza este hecho en nuestra invención. No se pretende descartar el uso de otros tipos de tolvas de ajuste, es decir, aquellos que pueden más significativamente hacer menos nítido el límite entre un producto y otro, ya que puede haber casos en el uso de nuestra invención donde tal pérdida de nitidez estará bien delimitada y/o tendrá pequeñas consecuencias, y el progreso de una interfaz con pérdida de nitidez puede seguirse también como una fuertemente delineada.

Nuestro procedimiento incluye un método de mejora de la producción de un primer producto de resina peletizado que tiene un primer conjunto de especificaciones obtenido como gránulos en un reactor que opera sustancialmente de forma continua durante una campaña que incluye la planificación de un segundo producto de resina peletizado que tiene al menos una especificación de un valor diferente de aquel del primer producto de resina peletizado que comprende (a) opcionalmente hacer pasar los gránulos que tienen el primer conjunto de especificaciones del reactor directamente a través de un conducto o a través de una tolva de ajuste a un peletizador, (b) recoger los gránulos del reactor que tienen el primer conjunto de especificaciones en una tolva de ajuste adelantada, (c) cambiar las condiciones del reactor de las condiciones de fabricación de gránulos que tienen el primer conjunto de especificaciones a nuevas condiciones para fabricar gránulos que se han de peletizar como el segundo producto de resina peletizado (d) hacer pasar los gránulos obtenidos en las nuevas condiciones en el reactor a través de un conducto al peletizador y (e) mezclar los gránulos de la tolva de ajuste adelantada en los gránulos obtenidos en las nuevas condiciones, en el conducto.

Adicionalmente, nuestro procedimiento contempla controlar la proporción de mezcla en la etapa (e) para optimizar la utilización de gránulos obtenidos en las nuevas condiciones que son no conformes a especificaciones tanto para el producto original como para el nuevo producto. También se contempla controlar la cantidad de producto granular recogido en la etapa (b) como función de la producción anticipada de gránulos no conformes a especificaciones entre la producción en régimen estacionario de los productos primero y segundo. Y nuestro procedimiento contempla también la utilización de más de una tolva de ajuste adelantada para la recogida de gránulos que tienen propiedades diferentes para el cálculo versátil de mezclas. Adicionalmente, nuestro procedimiento contempla colocar gránulos de un conjunto de especificaciones en la parte superior de los gránulos de otro conjunto de especificaciones en la misma tolva de ajuste adelantada, y monitorizar el progreso descendente de la interfaz entre las dos cantidades de gránulos mientras la tolva se vacía, para facilitar las etapas

deseadas de mezcla.

En otro aspecto, nuestro procedimiento es un método de operación de un procedimiento de fabricación de resina para optimizar la cantidad de producto producida dentro de especificaciones cuando se pasa de la producción de un primer producto de especificación que tiene un conjunto de especificaciones a la producción de un segundo producto de especificación que tiene un segundo conjunto de especificaciones, en el que un reactor produce productos de transición que son secuencialmente (a) un primer producto de transición que es mezclable en el primer producto de especificación para obtener un primer producto mezclado dentro de especificaciones (b) un segundo producto de transición que no es mezclable bien en el primer producto o el segundo producto de especificación, para obtener un producto dentro de especificaciones y (c) un tercer producto de transición que es mezclable en el segundo producto de especificación para obtener un producto dentro de especificaciones, comprendiendo el método: (1) colocar una cantidad del primer producto de especificación en una primera tolva de ajuste, (2) mezclar el primer producto en forma de partículas de la primera tolva de ajuste en el primer producto de transición (a) mientras el primer producto de transición (a) se dirige a un peletizador, (3) colocar el segundo producto de transición bien en la primera tolva de ajuste o una segunda tolva de ajuste (4) colocar el tercer producto de transición bien en la primera tolva de ajuste, la segunda tolva de ajuste, o una tercera tolva de ajuste, y (5) mezclar el tercer producto de transición con el segundo producto de especificación mientras se dirige a un peletizador.

En otro aspecto, nuestra invención puede usarse en la situación en la que, en el sumario anterior, no se obtiene el producto de transición (b) que no es mezclable bien en el primer o segundo producto de especificación. Esto es, debido a las peculiaridades de las especificaciones de ambos productos, solo se obtienen productos intermedios (a) y (c). En este caso, el "tercer producto de transición" en las etapas (4) y (5) puede reemplazarse por un segundo producto de transición, que es en este caso mezclable.

También es posible tener solo un producto intermedio. Por ejemplo, el primer producto de especificación puede contener una pequeña cantidad de un comonomero y el segundo producto de especificación es otro similar pero no tiene el comonomero. Mientras el producto intermedio contenga comonomero, puede ser mezclable (en varias proporciones, dependiendo del contenido de monómero) en el primer producto de especificación. En otra variación, los valores de especificaciones y/o propiedad de producto pueden ser tales que un producto intermedio pueda mezclarse solo en el segundo producto de especificación.

Nuestra invención incluye un método para fabricar un producto granular de resina que tiene un valor objetivo  $z$  de una propiedad  $A$ , que comprende colocar un primer producto granular que tiene un valor  $x$  medido o estimado de propiedad  $A$  en una tolva de ajuste y mezclar el primer producto granular de dicha tolva de ajuste en un conducto que contiene un segundo producto granular que tiene un valor  $y$  conocido o estimado de propiedad  $A$  para formar un tercer producto granular, mezclado, que tiene un valor  $z$  de propiedad  $A$ . En todavía otro aspecto nuestra invención es un método para producir una resina que no solo está en un intervalo de especificaciones para una propiedad particular sino consistentemente en el objetivo para la propiedad o dentro de límites muy estrechos para la propiedad. Esto es, nuestra invención incluye un método para controlar producto granular de resina en la producción sustancialmente continua para mejorar la conformidad con un conjunto sencillo de especificaciones que comprende (a) colocar primero un producto granular de un segundo conjunto de propiedades en la parte superior de gránulos de un primer conjunto de propiedades en una tolva de ajuste adelantada para formar una interfaz entre las cantidades de producto granular, (b) determinar el progreso descendente de la interfaz mientras la tolva se vacía y (c) controlar el suministro de cada una de las cantidades de productos granulares a un peletizador como tales o como mezcla con producto granular que tiene un tercer conjunto de propiedades al menos parcialmente en función de la posición de la interfaz en la tolva.

Además, nuestra invención incluye a un método de operación de un procedimiento de fabricación de una resina para optimizar la cantidad de producto producido dentro de especificaciones cuando se pasa de la producción de un primer producto en forma de partículas que tiene un primer conjunto de especificaciones a la producción de un segundo producto en forma de partículas que tiene un segundo conjunto de especificaciones en el que un reactor produce al menos un producto de transición que es (a) mezclable en el primer producto en forma de partículas para obtener un producto dentro del primer conjunto de especificaciones, (b) no mezclable bien en el primer o bien en dicho segundo producto en forma de partículas para obtener un producto dentro de especificaciones, o (c) mezclable en el segundo producto en forma de partículas para obtener un producto dentro de segundo conjunto de especificaciones, comprendiendo el método: colocar una cantidad de al menos uno del primer producto en forma de partículas, producto de transición (a), y producto de transición (c) en una tolva de ajuste y mezclarlo en un producto posteriormente producido en una proporción calculada para obtener un producto final que tiene un conjunto deseado de especificaciones. El conjunto de especificaciones deseado puede ser bien el primer o bien el segundo conjunto de especificaciones, y el producto posteriormente producido puede ser bien el producto de transición (a), en el que se mezcla el primer producto, o el segundo producto en forma de partículas, en el que se mezcla en producto de transición (c). Las especificaciones pueden ser un solo valor o un intervalo de valores para una sola propiedad.

A continuación se describirán adicionalmente otros aspectos y variaciones de nuestra invención.

La **Figura 1** es una representación más o menos esquemática o diagrama de flujo de la primera etapa en nuestro procedimiento, que muestra la construcción de inventario de un primer producto dentro de especificaciones, antes de realizarse la mezcla con el producto de transición.

5 La **Figura 2** ilustra la siguiente etapa en la secuencia después de la de la Figura 1, en la que el reactor comienza a producir material que es no conforme a especificaciones pero que es mezclable con el primer producto.

En la **Figura 3**, la resina mezclable se desvía a una tolva diferente, mientras que el reactor comienza a fabricar material no mezclable bien en el primer o bien en el segundo producto de especificación.

La **Figura 4** muestra la colocación del producto que no es mezclable, para alcanzar un producto especificado, en una tolva en la parte superior de un producto mezclable.

10 La **Figura 5** muestra la distribución de materiales cuando el reactor comienza la producción de Producto "B".

La **Figura 6** ilustra la disposición final de los productos de resina después de la secuencia de las Figuras 1-5.

Nuestra invención en un aspecto tiene que ver con el ajuste de un procedimiento de la obtención de un producto que tiene un conjunto de especificaciones a la obtención de otro producto con otro conjunto de especificaciones. Un objeto de nuestra invención es reducir o evitar en conjunto el reciclado de producto a través del peletizador. Otro objeto de nuestra invención es maximizar el uso del producto de transición en producto que está dentro de especificaciones.

15

El procedimiento contempla que un reactor está fabricando un producto en forma de partículas (granular) adecuado para peletizar. Normalmente el producto en forma de partículas procesado según nuestra invención se enviaría a un peletizador, pero está dentro de nuestra invención también que el producto AIM obtenido y segregado según nuestra invención puede almacenarse o usarse en forma distinta de pelets, tales como gránulos (en forma de partículas).

20

Establecido de otra forma, nuestro procedimiento de tolva adelantada comprende las etapas siguientes:

Primero, acumular una cantidad de resina en una de las tolvas adelantadas de ajuste. Esta resina se usará como una base en la que convertir otra resina. Más a menudo, esto sería resina de calidad AIM salvada antes de una transición o episodio anticipado no conforme a especificaciones. La cantidad de resina para acumular puede calcularse basada en la transición esperada para optimizar el uso de la tolva o puede establecerse arbitrariamente. Probablemente menos frecuentemente, el operador o sistema automático salvará primero un material granular en una tolva de ajuste en la que el material es no conforme a especificaciones en una propiedad u otra. En el primer caso, en el que la resina está dentro de especificaciones, puede pasar directamente a través de la tolva de ajuste al peletizador antes o después de que la tolva esté llena.

25

30

A continuación, monitorizar la resina yendo a la tolva de ajuste (o siguiendo un modelo informático) para determinar si la resina debería desviarse a una tolva de ajuste diferente y desviar resina si procede. En operación normal, esto ocurriría cuando cambia el carácter de la resina. Tres tipos de resina son de calidad AIM, no conforme a especificaciones/convertible, y no conforme a especificaciones/no convertible. Cuando se está fabricando la calidad AIM, una de las propiedades puede desviarse del objetivo (punto establecido) pero está todavía dentro de la especificación. Pueden usarse muchos métodos para determinar el estado de la resina, que incluyen la modelización de las propiedades de la resina, y medida directa o indirecta del progreso de la resina a través del sistema. Dependiendo de la situación exacta, la resina puede desviarse a una tolva de ajuste vacío, a una tolva de ajuste que ya tiene resina en ella, o puede enviarse al peletizador.

35

Tercero, controlar las alimentaciones de las diversas tolvas de ajuste para maximizar la recuperación de resina no conforme a especificaciones. Esto incluye determinar si algo de la resina a la salida de las tolvas de ajuste puede combinarse en el conducto de alimentación del peletizador de forma tal que la mezcla resultante cumpla las especificaciones deseadas de producto, o si la resina debería peletizarse como calidad AIM o no conforme a especificaciones sin ajuste. En la operación normal, anticipando una transición, la resina de calidad AIM estaría en una tolva de ajuste, la no conforme a especificaciones estaría en otra, y la cantidad máxima de resina no conforme a especificaciones se añadiría a la calidad AIM mientras se mantiene la resina dentro de especificaciones. O puede separarse una resina dentro de especificaciones que tiene una única propiedad fuera de objetivo. Pueden estimarse las propiedades en la parte inferior de las tolvas usando modelos, o medirse directa o indirectamente. La propiedad resultante de la mezcla de las resinas puede estimarse usando modelos, aproximaciones o mediciones.

40

45

El control de la alimentación desde las tolvas de ajuste puede realizarse controlando las válvulas, bombas, alimentadores rotatorios, para alcanzar un intervalo completo de proporciones o relaciones de dos o más productos entre sí.

50

Cuando la composición que varía dentro de un ciclo debe mantenerse, el punto objetivo para una propiedad debe modularse. Esto es, el punto establecido se moverá deliberadamente del valor de especificación durante un tiempo

para obtener el producto destinado para mezclarse con producto que tiene un valor de especificación fuera del objetivo en la dirección opuesta.

### Ejemplo 1 - Uso de resina no conforme a especificaciones

Se usó un simulador para generar la información siguiente en relación a un producto de transición. Se postuló que un reactor de 34.019 kg por hora (75.000 libras por hora) de fase gaseosa de polietileno produciría resina de polietileno. En relación a la **Figura 1**, la resina se transfiere del reactor **1** a través de la línea **2** a una tolva de purga **3** de 74.843 kg (165.000 libras) para purgar hidrocarburo líquido y/o gaseoso del producto granular de resina, usando dispositivos de purga y fuentes de gas no mostradas. La tolva de purga **3** puede usarse para simple almacenamiento o convencionalmente para purgar el producto de líquido o gas. La resina se transfiere a continuación de la tolva de purga **3** a través de la línea **4** y válvulas **5**, **6**, y/o **7** a cualquiera de las tres tolvas de ajuste **8**, **9**, o **10** de 136.078 kg (300.000 libras). La resina de cualquier combinación de las tres tolvas de ajuste puede combinarse en un conducto **16** mediante manipulación de las válvulas **11**, **12**, o **13** para enviarla a un punto final. Las válvulas **11**, **12**, y **13** pueden ser alimentadores rotatorios, por ejemplo, y pueden controlarse para que roten a velocidades variables para variar las proporciones del producto granular tomado de las tolvas de ajuste **8**, **9**, o **10**. El punto final de destino de la línea **16** puede ser instalaciones de almacenamiento o de envasado, una instalación de inyección o de otro tipo de moldeo o, más comúnmente, un peletizador.

Se postula que el reactor pasa por una transición de fabricar una resina de polietileno ("Producto A") con un índice de flujo ("FI") de 70 y una densidad de 0,96125 g/cc a una resina con un índice de flujo de 27 y una densidad de 0,9455 g/cc ("Producto B"). El Producto A tiene unas especificaciones de calidad AIM de 70±4 para FI y 0,963-0,9595 g/cc para densidad. También, para asegurar que las propiedades de producto son aceptables, se ha establecido un límite de mezcla de forma que no puede mezclarse resina con un FI por debajo de 58 o por encima de 79 o una densidad por debajo de 0,9555 g/cc o por encima de 0,967 g/cc en el Producto A de calidad AIM a cualquier nivel. Cuando se mezcla resina en el Producto A, el punto objetivo establecido para la mezcla estará dentro de los límites de especificaciones para permitir errores, y son 72-68 (70±2) para FI y 0,9621-0,9604 (0,96125±0,00085) g/cc para la densidad. Similarmente, los límites de calidad AIM para el Producto B son 32-22 (27±5) para FI y 0,9475-0,9435 g/cc para densidad, los límites de mezcla son 37-17 para FI y 0,9515-0,9395 g/cc para densidad, y los objetivos de mezcla son 27±2,5 para FI y 0,9465-0,9445 g/cc para densidad.

La primera etapa en el procedimiento de tolva adelantada es acumular resina en una de las tolvas de ajuste. Esto se empieza en la **Figura 1**, que muestra el producto A en el reactor **1** y la tolva de purga **3**, y se suministra de la tolva de purga **3** a través de la línea **4** a la tolva de purga **9**. Se usó un cálculo para estimar que se requerirían aproximadamente 136.078 kg (300.000 libras) de Producto A de calidad AIM para mezclar la resina no conforme a especificaciones producida durante la primera parte de la transición. Antes de la transición, el nivel de resina de la tolva de ajuste **9** se elevó a 136.078 kg (300.000 libras) de Producto A, como puede verse en la **Figura 2**. A continuación, las condiciones del reactor se ajustan a las requeridas para obtener el producto B, aumentando la proporción de hexeno a etileno, disminuyendo la temperatura y disminuyendo el contenido de oxígeno en el reactor. A continuación comienza a aparecer un producto de transición en el reactor **1** y línea **2** dirigiéndose a la tolva de purga **3**. Nótese que la resina en la línea **16**, que se dirige al peletizador, todavía suministra solo Producto A de la tolva de ajuste **9** en este punto.

Cuatro horas después de que la transición comenzara en el reactor **1**, el FI se va fuera de especificaciones en el reactor **1** y el estado de la resina que sale del reactor **1** cambia de calidad AIM a calidad no conforme a especificaciones/ajustable. Véase **Figura 2**, que muestra el material no conforme a especificaciones en el reactor **1**, línea **2**, y la porción superior de la tolva de purga **3**. Esta resina se considera ajustable porque el FI y densidad están dentro de los límites de mezcla del Producto A. El sistema continua rellenando la tolva de purga **3** y suministrando Producto A de la tolva **9** hasta que la resina ajustable alcanza la parte inferior de la tolva de purga **3**. Como puede verse en la **Figura 2**, el progreso de la interfaz **17** se continua para determinar cuando alcanza la parte superior de la tolva de purga **3**, y el material de la tolva de purga **3** a continuación, a aproximadamente 6 horas en la transición, se desvía a la tolva de purga **8**, mientras que la tolva de purga **9** permanece lleno de Producto "A". Como puede verse en la **Figura 3**, mientras tanto, el reactor **1** ha estado produciendo material no conforme a especificaciones (no ajustable), que está en la parte superior de la interfaz **18** y en el reactor **1** y línea **2**. Para determinar cuando la resina con el nuevo estado (no mezclable) ha alcanzado la parte inferior de la tolva de purga **3**, se ha modelado el perfil de resina en la tolva de purga (así como las tolvas adelantadas de ajuste). Los modelos están basados en un balance de materia alrededor de la reacción y sistema de peletización completos y dependen de las medidas de peso de las celdillas de las tolvas de purga y ajuste. Los modelos dentro de una tolva tienen en cuenta ambas zonas de flujo de tapón y mezcla. Las entradas en el modelo son la velocidad de producción del reactor y las propiedades medias de lecho de resina calculadas del reactor. Cuando los valores de laboratorio están disponibles, los modelos se actualizan.

A 6,75 horas en el ciclo, la resina está en la parte inferior de la tolva de purga **3**, pero la resina continua desviándose a la tolva de ajuste **8**, por encima de la interfaz **19**, como se ve en la **Figura 4**, para conservar el

espacio de la tolva. A 7,25 horas en la transición, el FI y densidad han caído ambos dentro de los límites de mezcla para el Producto B y el estado de la resina cambia a no conforme a especificaciones/ajustable. Cuando esta resina alcanza la parte inferior de la tolva de purga **3**, el suministro se desvía a la tolva de ajuste **10**, como se ve en la **Figura 5**. A las 9,85 horas en la transición, el reactor es ahora de calidad AIM en el Producto B. Cuando esta resina alcanza la parte inferior de la tolva de purga **3**, se desvía a la tolva de ajuste **9**, que se ha vaciado (véase la **Figura 6**).

En relación ahora a la **Figura 4**, una vez que la resina ajustable no conforme a especificaciones se transfiere a la tolva de ajuste **8** (a aproximadamente 6 horas en la transición) el controlador de la tolva adelantada determina si el material a la salida de las tolvas puede combinarse para obtener resina de especificación. En este momento hay resina de calidad AIM en la parte inferior de la tolva de ajuste **9** y resina ajustable no conforme a especificaciones en la parte inferior de la tolva de ajuste **8**, de forma que el controlador ajusta las alimentaciones de la tolva **8** y tolva **9** para maximizar la cantidad de resina usada de la tolva **8** mientras que no se permite que cualquiera de las propiedades de resina monitorizadas se vaya fuera de los límites de mezcla objetivo. Esta mezcla continua hasta que toda la resina no conforme a especificaciones/ajustable se ha consumido.

Como se muestra en la **Figura 5**, aproximadamente 9,45 horas en la transición, hay una resina no conforme a especificaciones/no ajustable en la parte inferior de la tolva de ajuste **8**, y una pequeña cantidad de material de Producto A de calidad AIM en la parte inferior de la tolva **9**. El controlador de la tolva adelantada a continuación peletizará el Producto A restante de la tolva **9** hasta que se agote. Ahora (aproximadamente 10,1 horas en la transición) hay una resina no conforme a especificaciones/no ajustable en la parte inferior de la tolva de ajuste **8** y resina no conforme a especificaciones/ajustable en la parte inferior de la tolva de ajuste **10**. Debido a que no hay forma de mezclar estas resinas juntas para obtener una resina dentro de especificaciones, el sistema de tolva adelantada peletizará todo el material no conforme a especificaciones/no ajustable en la tolva **8** como material no conforme a especificaciones no recuperable. En este punto (12,75 horas en la transición) hay Producto B de calidad AIM en la tolva de ajuste **9** y resina no conforme a especificaciones/ajustable en la tolva de ajuste **10**. Véase la **Figura 6**. El sistema de tolva adelantada continuará mezclando el material no conforme a especificaciones/ajustable en el Producto B de calidad AIM hasta que se agote completamente.

Para sumarizar la transición, se produjeron 200.941 kg (443.000 libras) de resina no conforme a especificaciones sobre el reactor. Usando el sistema de tolva adelantada, se recuperaron 111.584 kg (246.000 libras) de resina. Debería notarse que esta fue una transición particularmente difícil y que pueden recuperarse cantidades mucho más elevadas en transiciones más pequeñas. La simulación ha mostrado que para una rueda de producto estándar típica para un reactor en la industria, puede recuperarse el 70% de la resina no conforme a especificaciones de las transiciones.

## Ejemplo 2- Tolva adelantada para Reducir la Variabilidad

Como se indica anteriormente, nuestra invención permite producir resina más consistente durante la operación en régimen estacionario, reduciendo así la desviación estándar de propiedad de la resina de los pelets finales y aumentando el límite de capacidad del procedimiento (CpK) del procedimiento. En nuestro procedimiento, se combinan materiales de tolvas de ajuste de forma que se alcance el valor objetivo en el producto consistentemente.

En este ejemplo simulado, el objetivo era producir resina que tiene un Índice de Flujo (FI) tan cercano como sea posible a 25, y dentro de una especificación de producto de 22 a 28. Cuando el reactor estaba funcionando próximo a 25, se recogió una cantidad de resina en la tolva de ajuste "A" para usarse como capacidad y ajuste. Durante el curso del funcionamiento, cuando se intentaba controlar el FI a 25, el FI cayó a 27 durante 3 horas debido a una perturbación. Cuando esta resina alcanzó las tolvas de ajuste, se desvió a una tolva separado para producto de FI elevado, tolva de ajuste "B", mientras que la resina al peletizador continuaba saliendo de la tolva de ajuste "A". Se realizó un ajuste al procedimiento para disminuir el FI pero descendió por debajo de la calidad AIM a 23 durante las siguientes tres horas. Esta resina se desvió a una tolva de ajuste diferente "C". La resina de la tolva "B" y tolva "C" se mezclaron a continuación juntas para obtener una resina con el valor ATM de 25.

Para cuantificar la variabilidad del reactor cuando se usa ajuste frente a cuando no se usa ajuste, se asume un ciclo de tres horas con un FI de 25; a continuación tres horas con un FI de 27 y a continuación tres horas con un FI de 22. La desviación estándar del reactor debería ser de 1,68 basada en muestras de 30 minutos; esta debería ser también la desviación estándar para los pelets. Usando nuestro método de ajuste, la desviación estándar de los pelets debería ser cero. En ambos casos, toda la resina producida estaba dentro de especificaciones, pero cuando se usó ajuste, la variabilidad de los pelets se redujo significativamente.

En una variante de nuestra invención, se puede mover intencionadamente el punto establecido en el reactor para la propiedad de la resina en cuestión, para obtener una resina que no está en el objetivo, durante un período de tiempo calculado para obtener suficiente material para promediar con material que se ha almacenado en una tolva de ajuste. Variantes más complejas incluyen colocar el punto objetivo en un ciclo de tiempo, y ajustar la frecuencia

y amplitud del cambio en el punto establecido, basado en el inventario actual y proyectado de resina en las tolvas de ajuste.

Nuestra invención incluye el uso de más de dos tolvas de ajuste, más de tres tolvas de ajuste y variaciones en las proporciones de los materiales mezclados para utilizar materiales de cualquiera o todas las tolvas de ajuste al mismo tiempo.

5



**REIVINDICACIONES**

- 1.** Método para controlar un producto de resina granular para mejorar la conformidad de un valor objetivo de al menos una propiedad que comprende
- 5 producir el producto de resina granular de una manera substancialmente continua en un reactor (1), transferir el producto de resina granular (A o B) desde el reactor (1) hasta la tolva de purga (3), transferir un primer producto (A) de resina granular que tiene un primer valor de dicha propiedad de dicha tolva de purga (3) a través de la línea (4) y válvula(s) (5, 6 y/o 7) hacia las tolvas de ajuste (8, 9 y/o 10, respectivamente), cambiar las condiciones del reactor (1) desde las condiciones de fabricación del primer producto (A) de resina granular que tiene dicho primer valor para dicha propiedad a condiciones nuevas para fabricar un segundo producto (B) de resina granular, y
- 10 controlar el suministro de dicho producto (A) de resina granular a un peletizador mientras se mezcla con el segundo producto (B) de resina granular que tiene un segundo valor de dicha propiedad en una proporción para mantener dicha propiedad en el producto mezclado resultante en o próximo a un valor objetivo, en donde dicha etapa de mezcla se realiza en un conducto (16) al peletizador.
- 2.** Un método según la reivindicación 1, en donde dichas tolvas de ajuste (8, 9 y 10) son tolvas de ajuste de flujo de tapón.
- 15 **3.** Un método según la reivindicación 1 o 2, en donde:
- dicho primer producto granular tiene un valor x de propiedad A medido o estimado,
- dicho segundo producto granular tiene un valor y de propiedad A conocido o estimado y
- dicho producto mezclado tiene un valor cerca de o en un valor z objetivo de la propiedad A.
- 20 **4.** Un método según en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde dichos productos granulares están formados de resinas poliméricas.
- 5.** Un método según la reivindicación 4, en donde dichos productos granulares están formados de resinas de polietileno.
- 25 **6.** Un método según la reivindicación 1, en donde dicho segundo producto (B) de resina granular se introduce en el conducto (16) desde una tolva de ajuste (8, 9 y 10).
- 7.** Un método según en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde el suministro de producto granular desde las tolvas de ajuste (8, 9 y 10) se realiza mediante válvulas controladoras.
- 8.** Un método según en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el primer producto (A) de resina granular y el segundo producto (B) de resina granular se producen en dicho reactor (1).
- 30

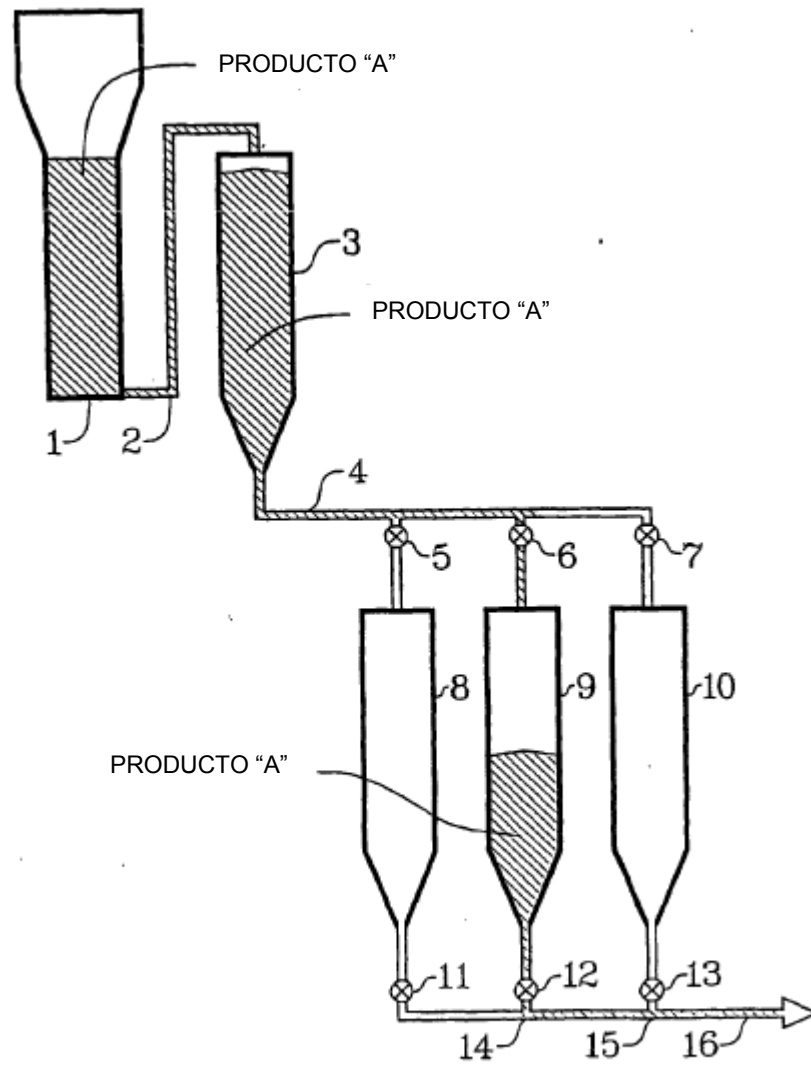


Fig. 1

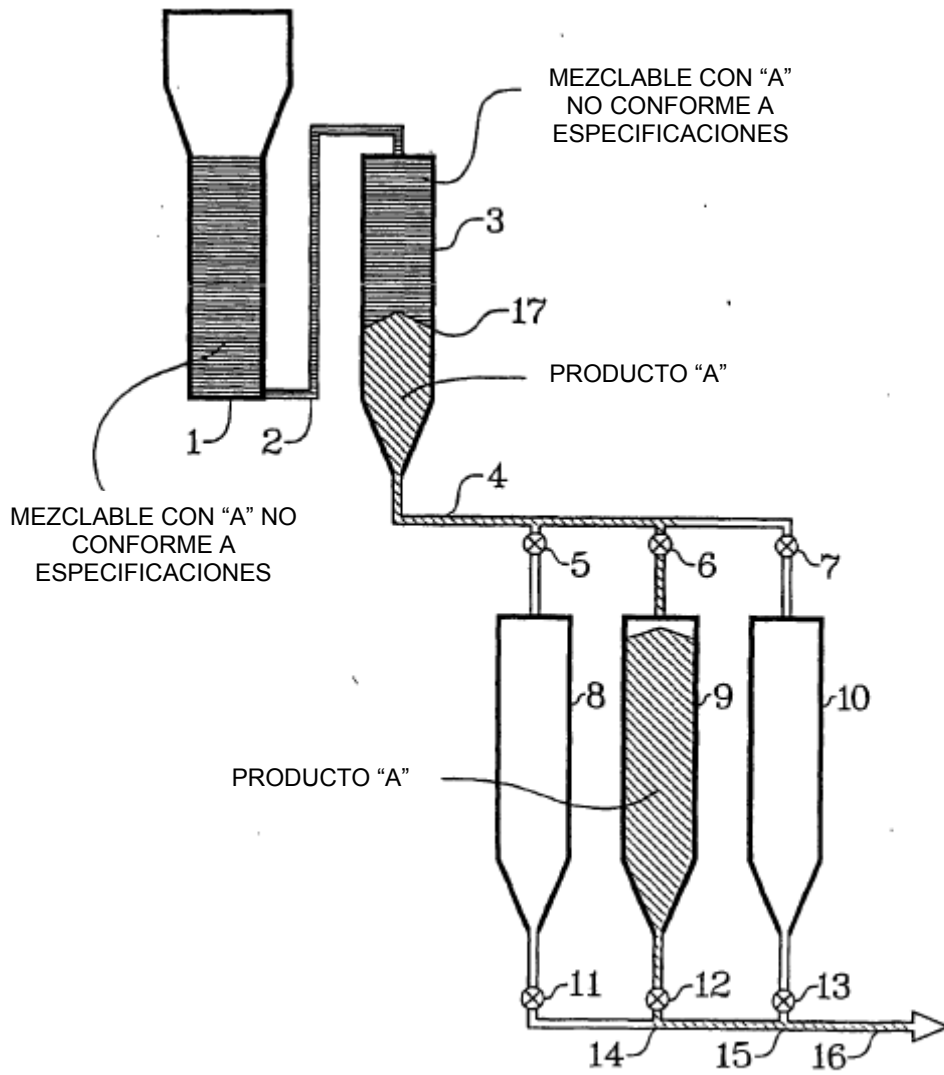


Fig. 2

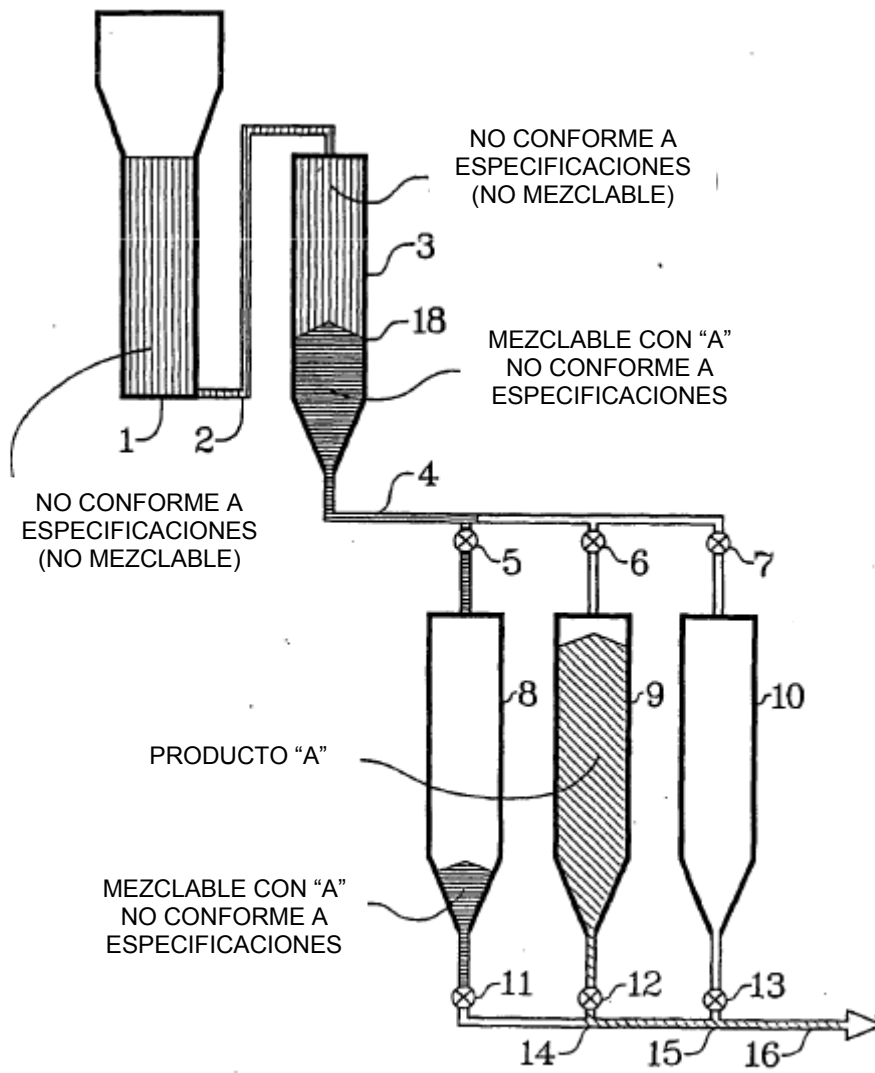


Fig. 3

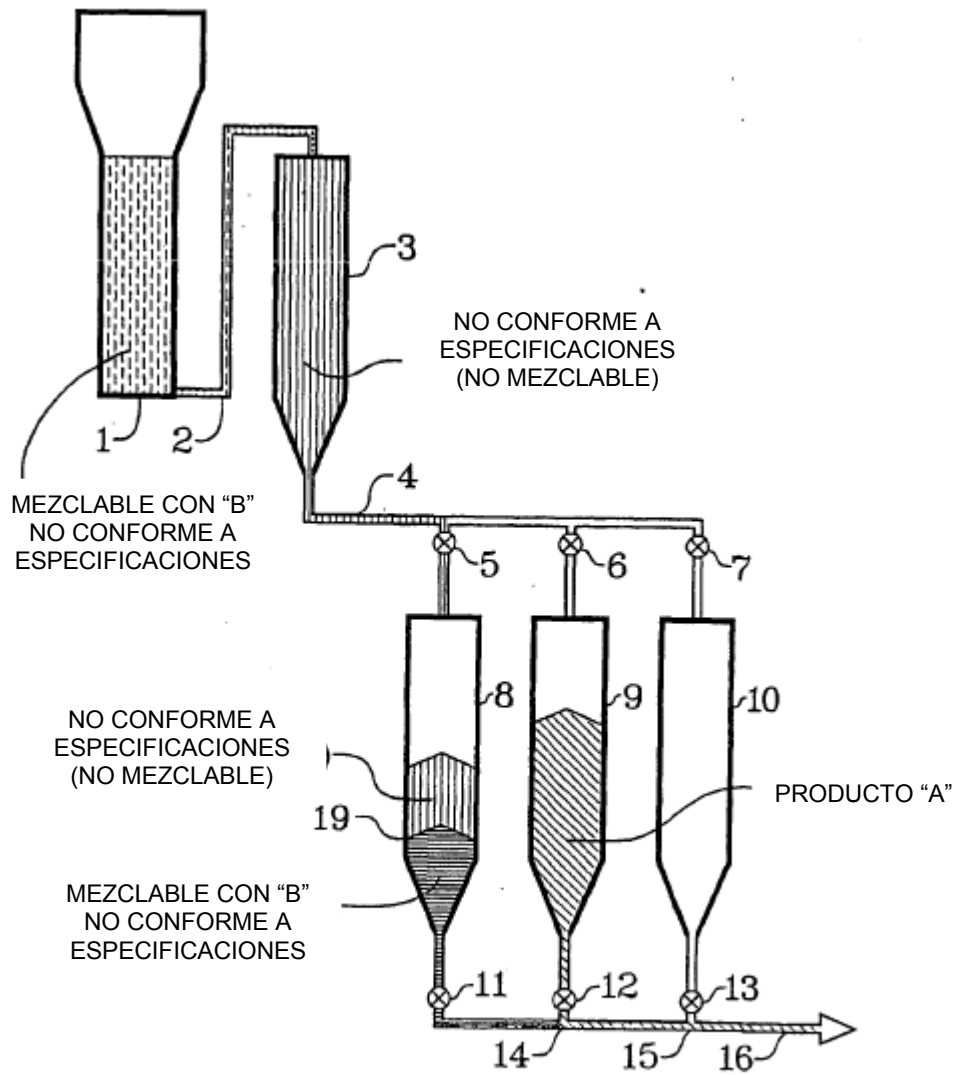


Fig. 4

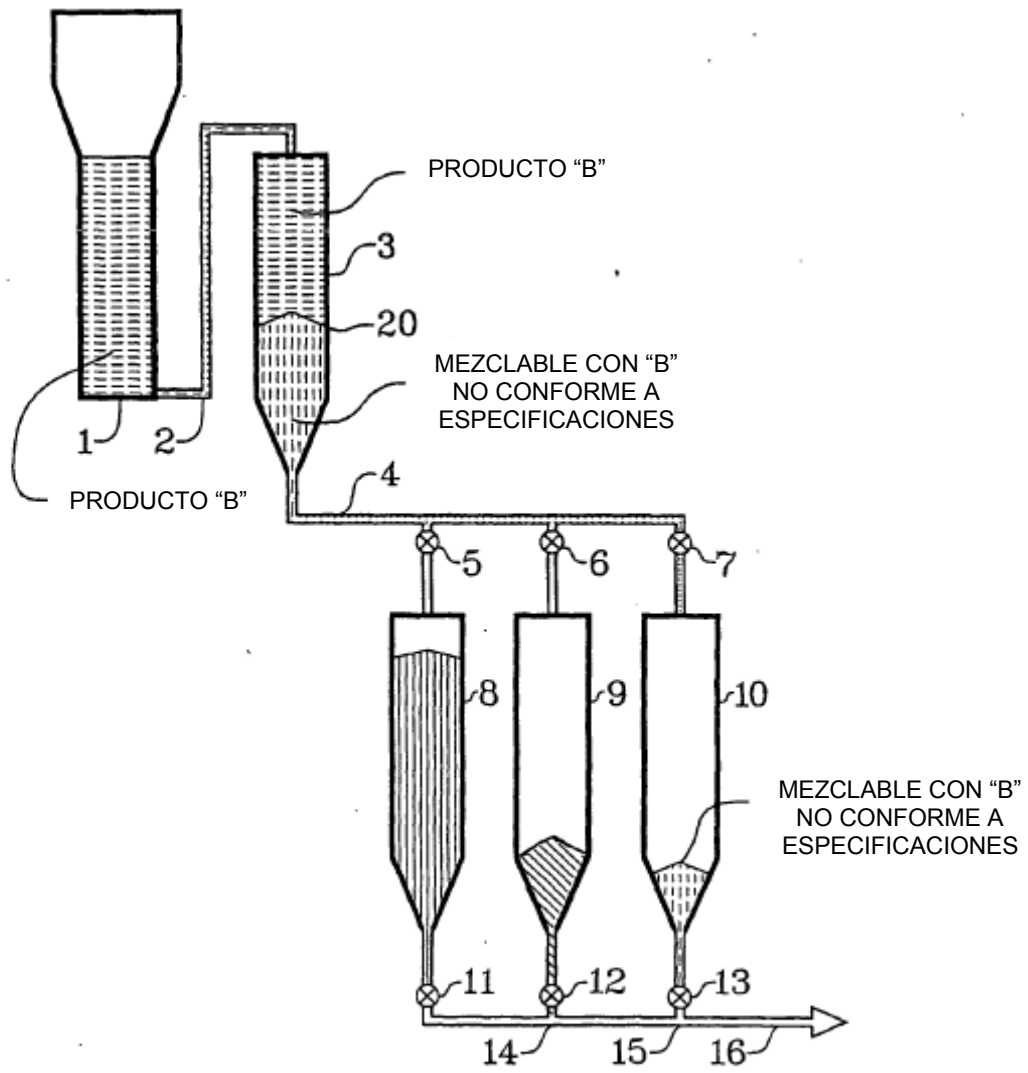


Fig. 5

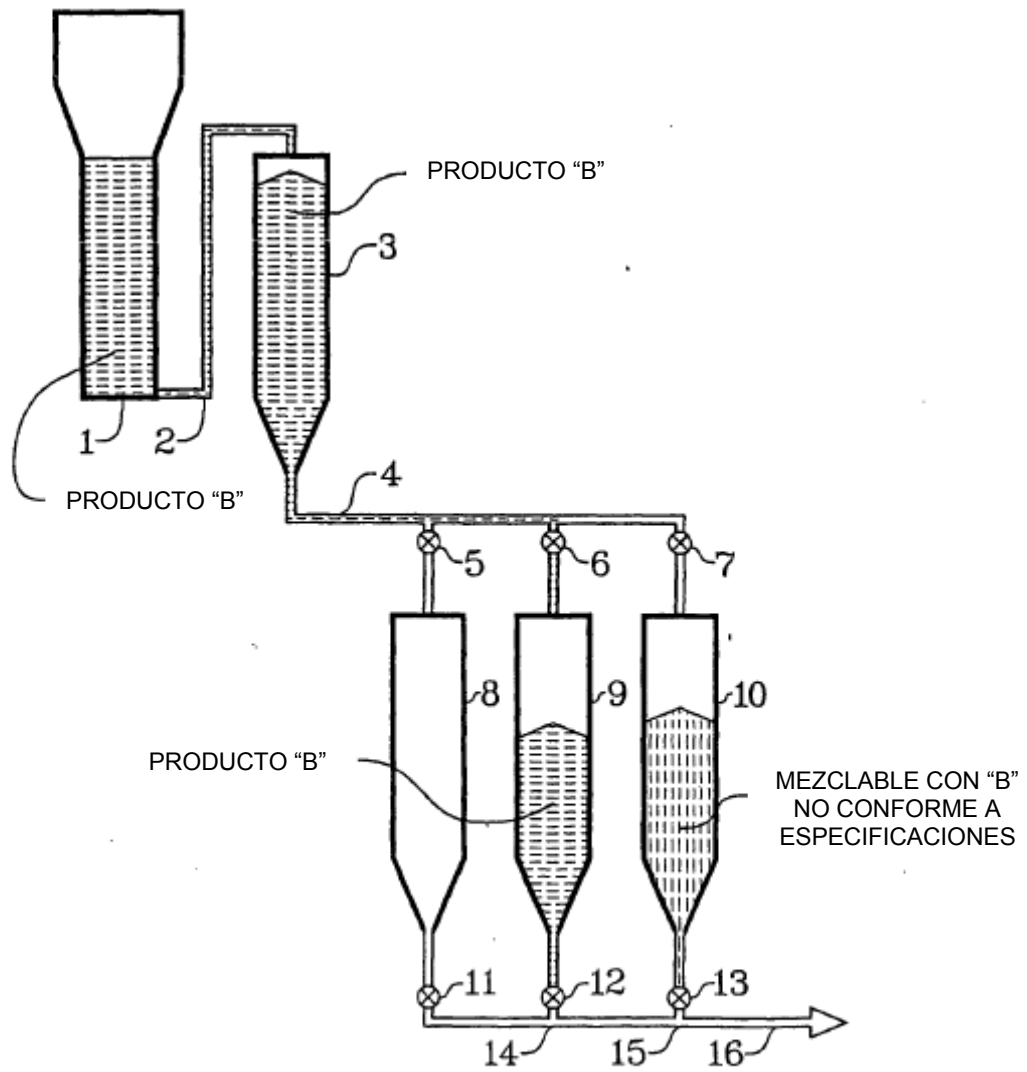


Fig. 6