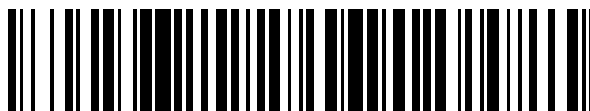


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 721 431**

51 Int. Cl.:

**B01D 3/00** (2006.01)

**C08F 6/04** (2006.01)

**B01D 3/14** (2006.01)

**B01D 3/32** (2006.01)

**B01D 3/42** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.07.2008 PCT/EP2008/059386**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2009 WO09013217**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.07.2008 E 08786219 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.01.2019 EP 2170477**

54 Título: **Procedimiento de refrigeración en un procedimiento de destilación y polimerización mediante refrigeración por absorción**

30 Prioridad:

**23.07.2007 EP 07112962**

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

**31.07.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**VAN DER SCHRICK, BERNARD**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 721 431 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

Procedimiento de refrigeración en un procedimiento de destilación y polimerización mediante refrigeración por absorción

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere, en general, a la polimerización de olefinas. En particular, la presente memoria se refiere a un procedimiento para la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburo que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo. La presente invención se refiere también a un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de vapor de cabeza o superior que comprende monómero de olefina y diluyente.

**Antecedentes de la invención**

10 Las poliolefinas, tales como polietileno y polipropileno, pueden prepararse mediante polimerización en forma de partículas, denominada también polimerización en suspensión.

15 Frecuentemente, las polimerizaciones de olefinas se realizan usando monómero, diluyente y catalizador y, opcionalmente, co-monómeros e hidrógeno, en un reactor. La polimerización se realiza normalmente en condiciones de suspensión, en el que el producto consiste normalmente en partículas sólidas y está en suspensión en un diluyente. Los contenidos de la suspensión del reactor se hacen circular continuamente con una bomba para mantener una suspensión eficaz de las partículas sólidas de polímero en el diluyente líquido. El diluyente no reacciona, pero se utiliza típicamente para controlar la concentración de sólidos y también para proporcionar un mecanismo conveniente para introducir el catalizador en el reactor. Después de dicho procedimiento de polimerización, se produce un efluente de polimerización que comprende una suspensión de sólidos poliméricos en un líquido que contiene diluyente, monómero no reaccionado disuelto y co-monómero no reaccionado disuelto. Típicamente, este líquido incluye también trazas de elementos más pesados, por ejemplo, oligómeros, y componentes más ligeros incluyendo H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y/o CO<sub>2</sub>. Generalmente, el catalizador estará contenido en el polímero.

25 El producto se descarga posteriormente a un tanque de expansión, a través de líneas de expansión, donde la mayor parte del diluyente y de los monómeros sin reaccionar se evaporan por expansión. A continuación, es altamente deseable tratar adicionalmente los vapores con el fin de recuperar el monómero sin reaccionar, el co-monómero sin reaccionar y el diluyente, ya que hay un interés económico en la reutilización de estos componentes separados, incluyendo el monómero, el co-monómero y el diluyente, en un procedimiento de polimerización. De manera alternativa, la suspensión de producto puede alimentarse a un segundo reactor de bucle conectado en serie al primer reactor de bucle, donde puede producirse una segunda fracción de polímero. Típicamente, cuando dos reactores en serie se emplean de esta manera, el producto polimérico resultante, que comprende una primera fracción de polímero producida en el primer reactor y una segunda fracción de polímero producida en el segundo reactor, tiene una distribución de peso molecular bimodal.

35 La polimerización en suspensión en una zona de reacción en bucle ha demostrado ser comercialmente exitosa. La técnica de polimerización en suspensión ha tenido éxito internacional, con miles de millones de libras de poliolefinas producidas anualmente.

40 Una diversidad de equipos y de operaciones en un procedimiento de fabricación de poliolefinas pueden consumir energía. Los consumidores de electricidad destacados o reseñables en una planta de poliolefinas, por ejemplo, pueden incluir las bombas que hacen circular la mezcla de reacción líquida en los reactores de polimerización (por ejemplo, los reactores de suspensión en bucle), las bombas que hacen circular el medio de refrigeración (por ejemplo, agua tratada) a través de las cubiertas del reactor de polimerización, los compresores que presurizan y devuelven el diluyente (y/o el monómero) reciclado al reactor de polimerización, los sopladores usados para transportar pelusas y gránulos, y los extrusores que convierten la pelusa de poliolefina en gránulos de poliolefina. Los usuarios importantes de vapor en una planta de poliolefina típica pueden incluir calentadores que expanden líquido en el efluente del reactor de polimerización, y las columnas de fraccionamiento que procesan el diluyente y/o el monómero recuperado. Los consumidores relativamente grandes de gas combustible pueden incluir procedimientos de activación (que pueden utilizar calor elevado) del catalizador de polimerización, y operaciones que mantienen un contenido de combustible adecuado en la cabecera de la planta (en la alimentación de la llama). En general, se requiere una gran cantidad de energía para polimerizar el monómero y el co-monómero para obtener la pelusa de poliolefina, para procesar el efluente reciclado desde el reactor y para convertir la pelusa de poliolefina en gránulos.

50 El documento US4589957 divulga un procedimiento para separar una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos.

Por lo tanto, la producción de poliolefina es un procedimiento que consume mucha energía, que consume electricidad, vapor, gas combustible, etc. Dicho consumo de energía contribuye generalmente con un coste significativo a la producción de poliolefinas, así como a los productos derivados construidos con poliolefinas distribuidos al cliente.

## 5 Resumen de la invención

La presente invención se refiere principalmente a un procedimiento para mejorar la separación de una corriente que contiene hidrocarburos vaporosos separada del efluente desde un procedimiento de homopolimerización y/o copolimerización.

La invención se engloba en las reivindicaciones adjuntas.

10 En particular, la presente invención se refiere a un procedimiento según se describe en la reivindicación 1 para la separación de una corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos, que comprende las etapas de:

a) refrigerar dicha corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos usando un ciclo (37) de refrigeración por absorción antes de la destilación,

15 b) introducir dicha corriente (21) de alimentación refrigerada en una primera zona (22) de destilación para someter dicha alimentación (21) refrigerada a condiciones de destilación adaptadas para eliminar b1) una corriente (25) de fondo o inferior que comprende co-monómero, y b2) una corriente (29) de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo, monómero de olefina y componentes adicionales, tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> y formaldehído, y

20 c) introducir la corriente (29) de cabeza de la etapa b) en una segunda zona (23) de destilación para someter dicha corriente (29) a condiciones de destilación adaptadas para eliminar c1) una corriente (30) de fondo que comprende un diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, c2) una corriente (31) lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y c3) una corriente (32) de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina, diluyente y componentes adicionales, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>,

25 d) refrigerar la temperatura de dicha corriente (32) de vapor de cabeza eliminada de la etapa c3) usando un ciclo (34) de refrigeración por absorción antes de separar (35) dicho monómero de olefina de dicho diluyente en dicha corriente (32) de vapor de cabeza, y

accionar dicho ciclo (34) de refrigeración por absorción de la etapa d) usando calor reciclado desde un hervidor de la primera zona (22) de destilación.

30 Los presentes inventores han encontrado sorprendentemente que podría incrementarse la eficiencia energética en la producción de poliolefina.

La presente invención permite el uso de la energía térmica producida en un sitio de polimerización de olefinas, en el que dicha energía es reciclada de nuevo a dicho sitio de polimerización. La descripción divulga la recuperación eficiente de energía del calor producido por el hervidor de la unidad de destilación para accionar el ciclo de refrigeración por absorción usado para refrigerar la corriente extraída de dicha unidad de destilación en un sitio de producción de poliolefina.

35 En una realización de dicho procedimiento, la temperatura de dicha corriente (32) de vapor de cabeza se refrigera a una temperatura entre 0°C y -40°C, preferentemente entre -10°C y -30°C, preferentemente entre -10°C y -20°C. Preferentemente, se usan agua y amoníaco como fluidos de trabajo en dicho ciclo (34) de refrigeración por absorción de la etapa d).

40 En otra realización, dicho ciclo (34) de refrigeración por absorción de la etapa d) se acciona usando calor reciclado desde un hervidor de la primera zona (22) de destilación.

45 En algunas realizaciones del procedimiento anterior, la temperatura de la corriente (31) lateral de la etapa c2) se refrigera también usando un ciclo de refrigeración por absorción. Preferentemente, se usan agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en el ciclo de refrigeración por absorción de la etapa c2). De manera alternativa, pueden usarse agua y amoníaco como fluidos de trabajo en el ciclo de refrigeración por absorción de la etapa c2).

En algunas realizaciones del procedimiento anterior, se usan también agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en el ciclo de refrigeración por absorción de la etapa a).

Algunas realizaciones del procedimiento anterior, comprenden la introducción de la corriente (25) de fondo de la etapa b) en una tercera zona de destilación para someter dicha corriente (25) de fondo a condiciones de destilación

adaptadas para eliminar 1) una corriente de fondo que comprende un co-monómero y 2) una corriente de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo.

La presente invención se refiere también a un procedimiento para la producción de poliolefinas según la reivindicación 10 que comprende las etapas de

- 5
- introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
  - polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que comprende esencialmente diluyente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina,
- 10
- recuperar partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos la mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos,
  - destilar y separar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos según un procedimiento de separación tal como se reivindica en la presente memoria.

En una realización, dicha destilación se optimiza usando un procedimiento según se describe en la presente memoria.

- 15
- La presente invención se refiere también al uso de un procedimiento de separación según se describe en la reivindicación 9, en un procedimiento de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de

- introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
- polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que contiene diluyente esencialmente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina, y
- recuperar partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos una mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos, y

separar dicha corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos usando un procedimiento de separación según se describe en la presente memoria.

- 25
- La presente invención proporciona un procedimiento que permite la optimización de un procedimiento de destilación en una planta de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de recuperar una corriente de vapor de cabeza desde una unidad de destilación y refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza usando un ciclo de refrigeración por absorción optimizando de esta manera el procedimiento de destilación.

- 30
- La presente invención permite reducir el consumo de energía en un procedimiento de producción de poliolefinas y un aumento de la recuperación de hidrocarburos. La presente invención mejora la eficiencia de la planta y permite recuperar los recursos energéticos consumidos.

La presente invención se divulgará adicionalmente en detalle a continuación. La descripción se proporciona solo a modo de ejemplo y no limita la invención. Los números de referencia se refieren a las figuras adjuntas.

#### Breve descripción de los dibujos

- 35
- La Figura 1A representa esquemáticamente una unidad de separación que comprende una columna de separación acoplada con una unidad de refrigeración por absorción.

La Figura 1B representa esquemáticamente una unidad de separación que comprende una columna de separación acoplada con una unidad de refrigeración por absorción.

- 40
- La Figura 2A representa esquemáticamente una unidad de separación que comprende dos columnas de destilación, una de las cuales está acoplada a una unidad de refrigeración por absorción.

La Figura 2B representa esquemáticamente una unidad de separación que comprende dos columnas de destilación, una de las cuales está acoplada a una unidad de refrigeración por absorción.

La Figura 3 representa esquemáticamente una unidad de separación que comprende tres columnas de destilación, una de las cuales está acoplada a una unidad de refrigeración por absorción.

- 45
- #### Descripción detallada

La descripción divulga un sistema para la valoración de la energía en un procedimiento de separación de una corriente de hidrocarburo vaporoso, en el que al menos un ciclo de refrigeración por absorción está acoplado térmicamente al procedimiento de separación de dicha corriente de hidrocarburo vaporoso. En un ejemplo preferente, dicha corriente de hidrocarburo vaporoso puede emitirse desde el efluente de un procedimiento de polimerización, en particular para la polimerización de etileno. De manera ventajosa, la aplicación del presente procedimiento de separación incluye los beneficios de un menor uso de energía. La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, que comprende las etapas de: destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, eliminar una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, opcionalmente eliminar una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente, y refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y dicho diluyente en dicha corriente de vapor.

La refrigeración de esta corriente minimiza el diluyente en esta corriente y maximiza la recuperación del diluyente.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburo que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, que comprende: destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo, eliminar una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefina, opcionalmente eliminar una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente desde dicha etapa de destilación, en el que la optimización comprende refrigerar la temperatura de dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo, usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de dicha destilación.

En esta realización, la corriente de alimentación que contiene hidrocarburos se refrigera antes del compresor, aguas arriba de la sección de destilación. La refrigeración antes del compresor permite la reducción del tamaño del compresor y reduce el consumo eléctrico.

Los presentes procedimientos permiten la optimización de la separación de una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente, en el que el procedimiento comprende las etapas de destilar una corriente de alimentación que contiene hidrocarburo y eliminar la corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente desde dicha destilación, en el que la optimización comprende refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción, optimizando de esta manera la separación de dicho monómero desde dicho diluyente.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de

- introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
- polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que comprende diluyente esencialmente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina,
- recuperar las partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos una mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos,
- destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos,
- eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente desde dicha etapa de destilación, y
- refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y dicho diluyente en dicha corriente de vapor eliminado.

y refrigerar la temperatura de dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de dicha destilación. En una realización, dicha corriente de vapor de cabeza eliminada se destila adicionalmente, y se elimina un segundo vapor de cabeza desde dicha segunda destilación antes de refrigerar dicha segunda corriente de vapor de cabeza.

- Por lo tanto, la presente invención proporciona un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente, en el que se destila una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos y dicha corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente se elimina desde dicha etapa de destilación, en el que la optimización consiste en refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción, optimizando de esta manera la separación de dicho monómero desde dicho diluyente. En una realización, dicha corriente de vapor de cabeza se destila adicionalmente, y un segundo vapor de cabeza se elimina desde dicha segunda destilación antes de refrigerar dicha segunda corriente de vapor de cabeza usando dicha unidad de refrigeración por absorción.
- En una realización, dicho procedimiento comprende refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza entre 0°C y -40°C, preferentemente entre -10°C y -30°C, más preferentemente entre -10°C y -25°C, todavía más preferentemente entre -10°C y -20°C, más preferentemente a aproximadamente -20°C.
- En una realización, dicho ciclo de refrigeración por absorción se acciona usando calor reciclado desde un hervidor de una columna de destilación. En una realización, dicho calentador es el calentador de una primera columna de destilación.
- Según una realización particular, al menos un ciclo de refrigeración por absorción está en contacto térmico con la corriente de vapor de cabeza eliminada desde una columna de separación. Típicamente, la unidad de refrigeración por absorción comprende uno o más circuitos de refrigeración, cada uno de los cuales comprende un generador, un condensador y un evaporador, en asociación con una válvula de expansión.
- La corriente de alimentación que contiene hidrocarburos a separar según la presente invención en dicho sistema de destilación será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y columnas de purga de un reactor de polimerización, en el que una corriente que contiene disolvente, polímero y monómeros sin reaccionar es expandida o sino tratada para eliminar el disolvente o el diluyente y los monómeros desde la misma. En una realización, dicha corriente de alimentación expandida o tratada se refrigera usando al menos una unidad de refrigeración por absorción antes de dicha destilación. En una realización, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos se refrigera usando dos unidades de refrigeración por absorción.
- Una corriente de componente actualmente preferente separada según la invención comprende monómero, tal como etileno, co-monómero, tal como 1-hexeno, y diluyente, tal como isobutano. Sin embargo, debería reconocerse que el sistema de destilación de la invención es igualmente aplicable a otros sistemas de monómeros, co-monómeros y diluyentes siempre que los vapores de alimentación comprendan hidrocarburos, que permiten la separación por destilación. Generalmente, también hay presentes en dichas corrientes de efluentes trazas tanto de componentes más pesados, por ejemplo, oligómeros, como de componentes más livianos, tales como formaldehído, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, y componentes tales como O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>.
- En otra realización, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos puede ser una corriente de cabeza que proviene desde una primera columna de destilación.
- Un ciclo de refrigeración por absorción típico usa al menos dos sustancias: amoníaco y agua es un par típico de fluidos de trabajo, pero pueden usarse otros pares de fluidos de trabajo. Tal como se usa en la presente memoria, la expresión "fluido de trabajo" se refiere al medio que evoluciona dentro de un ciclo termodinámico.
- En una realización, la unidad de refrigeración por absorción refrigera la corriente de vapor de cabeza eliminada desde una columna de destilación evaporando amoníaco líquido en un entorno de hidrógeno opcional. A continuación, el amoníaco ahora gaseoso se absorbe (disuelve) en agua y a continuación se separa (se evapora desde el agua) por una pequeña fuente de calor (en forma de vapor o agua caliente desde el hervidor de la columna de destilación). Esto elimina el gas de amoníaco disuelto que a continuación se condensa en un líquido. El amoníaco líquido entra a continuación al evaporador para repetir el ciclo.
- Los fluidos de trabajo adecuados para dicho ciclo de refrigeración por absorción, además de la mezcla preferente de agua y amoníaco, incluyen un material circulante que se somete un cambio de fase para promover la absorción y la liberación de energía térmica, tal como por ejemplo una solución de sal de bromuro de litio y agua. El agua se evapora a baja presión desde las bobinas que están siendo refrigeradas. El agua es absorbida por una solución de bromuro de litio/agua. El agua se elimina de la solución de bromuro de litio usando calor.
- En una realización preferente, la unidad de refrigeración por absorción para su uso en la invención usa sustancias: amoníaco, y agua y opcionalmente gas hidrógeno. El ciclo de refrigeración comienza en un evaporador, a donde entra el amoníaco anhidro licuado. El evaporador puede contener otro gas (preferentemente hidrógeno), cuya presencia puede ayudar a disminuir la presión parcial del amoníaco en esa parte del sistema. La presión parcial reducida del amoníaco cambia el punto de ebullición del amoníaco, haciendo que sea suficientemente bajo para

que pueda hervir por debajo de la temperatura ambiente. La corriente de vapor de cabeza en contacto térmico con dicho amoníaco se refrigera en dicha evaporación tras la ebullición de dicho amoníaco.

5 A continuación, dicho amoníaco se envía a un absorbente que comprende un flujo descendente de tubos en los que la mezcla de gases fluye en contacto con el agua que gotea desde arriba. Una vez que el agua llega al fondo, se mezcla completamente con el amoníaco y el hidrógeno puede fluir libremente de nuevo al evaporador. El agua caliente o el vapor desde el hervidor de la columna de destilación se usan para separar el amoníaco del agua en el generador. A continuación, el gas amoníaco se transporta a un separador, donde se seca, y el agua se recicla de nuevo mediante la etapa de absorción anterior. La siguiente etapa es el condensador, donde el gas de amoníaco caliente se refrigera de nuevo a temperatura ambiente. Debido a la presión, el amoníaco se condensa de nuevo en un líquido y el ciclo comienza de nuevo.

10 Una de las ventajas del uso de una unidad de refrigeración por absorción en esta etapa del procedimiento de reciclaje de alimentación es que dicha unidad de refrigeración por absorción utiliza una fuente de calor disponible en las proximidades de la unidad (un hervidor para columna de destilación) para proporcionar la energía necesaria para accionar el sistema de refrigeración en lugar de depender de la electricidad para hacer funcionar un compresor.

15 En otro aspecto, la presente invención proporciona un procedimiento para la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, que comprende las etapas de: destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, eliminar una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, opcionalmente, eliminar una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente, y refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente por encima de dicha corriente de vapor.

20 En una realización, la temperatura de dicha corriente de vapor de cabecera eliminada se refrigera entre 0°C y -40°C, preferentemente entre -10°C y -30°C, más preferentemente entre -10°C y -25°C, todavía más preferentemente entre -10°C y -20°C, más preferentemente a aproximadamente -20°C.

La ventaja de todo el procedimiento es que dicho ciclo de refrigeración por absorción se acciona usando calor reciclado desde un hervidor de una columna de destilación.

25 En una realización, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, es una corriente de vapor de cabeza eliminada de una primera columna de destilación.

30 En una realización, la temperatura de dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, se refrigera usando un ciclo de refrigeración por absorción. En particular, dicha refrigeración se realiza antes de comprimir dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos. En una realización preferente, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos se refrigera usando un primer ciclo de refrigeración, a continuación, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos refrigerada se comprime y se refrigera adicionalmente usando un segundo ciclo de refrigeración antes de ser comprimida adicionalmente. En una realización, se usan agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en dicho ciclo de refrigeración por absorción.

35 En una realización, la temperatura de dicha corriente lateral eliminada se refrigerada usando un ciclo de refrigeración por absorción. En particular, dicha refrigeración se realiza antes de comprimir dicha corriente lateral eliminada. En una realización, se usan agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en dicho ciclo de refrigeración por absorción.

40 En un aspecto adicional, la presente invención proporciona un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburo que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo, que comprende: destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo, eliminar una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefina, opcionalmente, eliminar una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente, en el que la optimización consiste en refrigerar la temperatura de dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburo usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de dicha destilación.

45 En una realización, se usan agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en dicho ciclo de refrigeración por absorción. En particular, dicha refrigeración se realiza antes de comprimir dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos. En una realización preferente, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos

se refrigera usando un primer ciclo de refrigeración, a continuación, dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos refrigerada se comprime y se refrigera adicionalmente usando un segundo ciclo de refrigeración antes de ser comprimida adicionalmente y antes de ser destilada.

5 En una realización, la corriente de vapor de cabeza eliminada se refrigera usando un ciclo de refrigeración por absorción.

10 En otra realización, la corriente de vapor de cabeza eliminada se destila adicionalmente en una segunda unidad de destilación y una segunda corriente de vapor de cabeza se elimina adicionalmente de dicha segunda etapa de destilación. En una realización, la segunda corriente de vapor de cabeza eliminada se refrigera usando un ciclo de refrigeración por absorción. Preferentemente, se usan agua y amoníaco como fluido de trabajo para la refrigeración de dicha corriente de vapor de cabeza.

La ventaja del procedimiento es que dicho ciclo de refrigeración por absorción se realiza usando calor reciclado desde un hervidor de una columna de destilación, por ejemplo, de dicha primera columna de destilación.

15 La presente invención es aplicable a cualquier procedimiento que produzca un efluente que comprende una suspensión de sólidos poliméricos en partículas suspendidos en un medio líquido que comprende un diluyente y un monómero sin reaccionar. Dichos procedimientos de reacción incluyen aquellos que se han conocido en la técnica como polimerizaciones en forma de partículas.

20 Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento de separación de una alimentación que contiene hidrocarburos, en la que dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo es una corriente efluente obtenida desde un procedimiento de polimerización para preparar polietileno, y preferentemente para preparar polietileno monomodal o bimodal. El etileno se polimeriza en un diluyente líquido en presencia de un catalizador, opcionalmente un co-catalizador, opcionalmente un co-monómero, opcionalmente hidrógeno y opcionalmente otros aditivos, produciendo de esta manera una suspensión de polimerización. En una realización preferente, la presente invención es particularmente adecuada para la polimerización de etileno en diluyente de isobutano.

25 Una polimerización de etileno adecuada incluye, pero no se limita a, homopolimerización de etileno, copolimerización de etileno y un co-monómero de 1-olefina superior tal como 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno o 1-deceno. En una realización de la presente invención, dicho co-monómero es 1-hexeno. En una realización preferente, la presente invención se refiere al procedimiento de separación de una corriente vaporosa, que se emite desde el efluente de una reacción de polimerización de etileno, en el que se usan reactivos que incluyen el monómero de etileno, isobutano como diluyente de hidrocarburo, un catalizador, el co-monómero 1-hexeno e hidrógeno. Sin embargo, se apreciará que los presentes procedimientos son aplicables para separar una corriente de vapor, que se emite desde el efluente de cualquier otra reacción de polimerización que involucre otros sistemas de monómero, co-monómero y diluyente, siempre que los vapores de alimentación comprendan hidrocarburos que permitan la separación por destilación.

30 35 Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento de separación de una alimentación que contiene hidrocarburos, en el que dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende monómero de olefina, co-monómero y diluyente de hidrocarburo es una corriente efluente obtenida desde un procedimiento de polimerización para preparar polietileno, y preferentemente para preparar polietileno monomodal o bimodal. Preferentemente, el monómero separado, el diluyente de hidrocarburo y el co-monómero se reutilizan en dicho procedimiento de polimerización. "PE bimodal" se refiere a PE que se fabrica usando dos reactores, que están conectados entre sí en serie, en el que las condiciones operativas son diferentes en los dos reactores. El "PE monomodal" se produce en un solo reactor o usando dos reactores en serie, con condiciones de operación idénticas.

40 45 Tal como se usa en la presente memoria, la expresión "suspensión de polimerización" o "suspensión de polímero" o "suspensión" significa sustancialmente una composición de múltiples fases que incluye al menos sólidos de polímero y una fase líquida y permite que una tercera fase (gas) esté presente al menos localmente en el procedimiento, en el que la fase líquida es la fase continua. Los sólidos incluyen catalizador y una olefina polimerizada, tal como polietileno. Los líquidos incluyen un diluyente inerte, como isobutano, monómero disuelto tal como etileno, co-monómero, agentes de control de peso molecular, tales como hidrógeno, agentes antiestáticos, agentes antiincrustantes, eliminadores y otros aditivos del procedimiento.

50 Preferentemente, el monómero, el diluyente de hidrocarburo y el co-monómero separados se reutilizan en dicho procedimiento de polimerización.

La presente invención es particularmente adecuada para el procedimiento de polimerización para la fabricación de polímeros de olefina en partículas que consisten en la polimerización catalítica de olefinas tales como olefinas C<sub>2</sub> a



C<sub>8</sub> en un diluyente que contiene el monómero a polimerizar, en el que la suspensión de polimerización se hace circular en un reactor de bucle al que se alimenta el material de partida y del que se extrae el polímero formado. Los ejemplos de monómeros adecuados incluyen, pero no se limitan a, aquellos que tienen de 2 a 8 átomos de carbono por molécula, tales como etileno, propileno, butileno, penteno, butadieno, isopreno, 1-hexeno, etc.

5 La reacción de polimerización puede llevarse a cabo a una temperatura de 50 a 120°C, preferentemente a una temperatura de 70 a 115°C, más preferentemente a una temperatura de 80 a 110°C, y a una presión de 20 a 100 bar, preferentemente a una presión de 30 a 50 bar, más preferentemente a una presión de 37 a 45 bar.

10 Los diluyentes adecuados son bien conocidos en la técnica e incluyen, pero no se limitan a, diluyentes de hidrocarburos tales como disolventes de hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aromáticos. Los disolventes preferentes son hidrocarburos C<sub>12</sub> o inferiores, saturados, de cadena lineal o de cadena ramificada, hidrocarburos C<sub>5</sub> a C<sub>9</sub> saturados, alicíclicos o aromáticos. Los ejemplos ilustrativos y no limitativos de disolventes son butano, isobutano, pentano, hexano, heptano, ciclopentano, ciclohexano, cicloheptano, metilciclopentano, metilciclohexano, isooctano, benceno, tolueno y xileno. En una realización preferente de la presente invención, dicho diluyente es isobutano. Sin embargo, debería quedar claro a partir de la presente invención que pueden aplicarse también otros diluyentes según la presente invención.

15 Los catalizadores adecuados son bien conocidos en la técnica. Según la presente invención, el término "catalizador" se define en la presente memoria como una sustancia que causa un cambio en la velocidad de una reacción de copolimerización sin que la misma se consuma en la reacción. Los ejemplos de catalizadores adecuados incluyen, pero no se limitan a, óxido de cromo, tales como los soportados sobre sílice o aluminio, catalizadores organometálicos que incluyen los conocidos en la técnica como catalizadores "Ziegler" o "Ziegler-Natta", catalizadores de metaloceno, etc. El término "co-catalizador", tal como se usa en la presente memoria, se refiere a materiales que pueden usarse junto con un catalizador para mejorar la actividad del catalizador durante la reacción de polimerización.

20 Las expresiones "sistema de destilación" o "sistema de separación", "sistema de recuperación", se usan en alguna realización de la presente invención como sinónimos y se refieren a sistemas que comprenden todo el equipo necesario adaptado para separar y recuperar los reactivos sin reaccionar desde la corriente de efluentes de una reacción de polimerización. Dichos sistemas de recuperación incluyen generalmente una o más columnas de destilación. La expresión "zona de destilación", "columna de separación" y "columna de destilación" pueden usarse en la presente memoria como sinónimos. En una realización preferente, el presente procedimiento de destilación se realiza en un sistema de destilación, que comprende una o más zonas o columnas de destilación.

25 En una realización preferente, una o más de dichas columnas de destilación son columnas de bandeja. Dichas columnas de bandeja comprenden una serie de bandejas de diversos diseños para contener el líquido con el fin de proporcionar un mejor contacto entre el vapor y el líquido. Las bandejas actúan esencialmente como una unidad operativa, en la que cada una realiza una fracción de la separación entre el líquido y el gas. Es evidente que 30 cuantas más bandejas haya, mejor será el grado de separación y, de esta manera, mejor será el rendimiento de la columna. Sin embargo, el uso de un gran número de bandejas en columnas de destilación tiene importantes desventajas, especialmente con respecto a la construcción. Los sistemas de destilación adecuados comprenden un sistema de destilación que tiene una columna o columnas con un pequeño número de bandejas, preferentemente menor de 25, incluso más preferente menor de 20. Sin embargo, aunque pueden usarse columnas de destilación con un pequeño número de bandejas en el presente procedimiento, las mejoras en el funcionamiento de los 35 sistemas de destilación actuales, tal como se explica más detalladamente a continuación, permite conseguir un grado de separación similar al de las columnas con un mayor número de bandejas. De manera ventajosa, la aplicación del presente procedimiento incluye los beneficios de un menor consumo de energía y menores costes de construcción.

40 En una realización alternativa, una o más de dichas columnas de destilación son una columna de destilación de pared dividida o una columna de pared dividida. Dicha columna es un recipiente de destilación que tiene una partición vertical que separa un lado del otro para una parte o toda la altura del recipiente. Aunque dicha columna comprende un mayor número de bandejas, el uso de dicha columna individual puede ser ventajoso con relación a los costes de construcción y a los requisitos energéticos.

45 En una realización preferente, una o más de dichas columnas de destilación son columnas de empaquetamiento. La columna de empaquetamiento se refiere a una columna empaquetada con partículas sólidas inertes.

50 Los hervidores se usan como intercambiadores de calor para proporcionar calor a la parte inferior de dichas columnas de destilación. Hierven el líquido desde la parte inferior de una columna de destilación para generar vapores que se devuelven a la columna para accionar la separación por destilación. El hervidor recibe una corriente de líquido desde la parte inferior de la columna y puede vaporizar parcial o completamente esa corriente.

Normalmente, el vapor proporciona el calor necesario para la vaporización. En una realización de la presente invención, los condensados calientes desde dicho hervidor se usan para accionar la unidad de refrigeración por absorción para su uso en la presente invención.

5 Este procedimiento permite reciclar la energía desde los condensados de agua desde dicho hervidor mediante el uso de dicha energía para accionar un ciclo de refrigeración por absorción.

Después de un procedimiento de polimerización, generalmente el efluente de polímero se separa del líquido mediante vaporización instantánea. Según la invención, la corriente de alimentación vaporosa obtenida de esta manera, que comprende monómero, tal como etileno, co-monómero, tal como 1-hexeno, y un diluyente, tal como isobutano, se separa subsiguientemente en corrientes de monómero, de co-monómero y de diluyente individuales en un sistema de separación que comprende una o más zonas de destilación.

Las corrientes separadas de monómero, co-monómero y diluyente se recuperan para un uso adicional, por ejemplo, un uso en la reacción de polimerización. La corriente de alimentación de vapor, que proviene de los tanques de expansión comprende también trazas de componentes tanto más pesados, por ejemplo, oligómeros, como más ligeros, incluyendo N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, y componentes venenosos ligeros tales como O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>, y formaldehído. Dichos componentes se indican aquí también como "componentes venenosos", ya que dichos componentes son perjudiciales para la actividad de un catalizador. La reintroducción del mismo en un reactor de polimerización podría alterar en gran medida la actividad del catalizador y, de esta manera, podría reducir la eficiencia de la polimerización. Por lo tanto, es de suma importancia disponer de un sistema de recuperación adaptado para recuperar las corrientes esencialmente puras de (co)-monómero y diluyente, sin una cantidad residual sustancial de dichos componentes venenosos para su reutilización en un procedimiento de polimerización.

En general, la zona de destilación se usa para la separación de 3 componentes principales, co-monómero, diluyente y monómero. El componente principal es el diluyente, con una parte del 90 - 95% en peso de la corriente de alimentación de la sección de destilación.

En una primera columna se dividen todos los componentes más pesados que el diluyente (en la parte inferior), la parte superior de la columna (flujo de cabeza) se envía a una segunda columna. En una realización, la parte superior de la columna (es decir, la corriente de cabeza) puede refrigerarse usando una unidad de refrigeración por absorción. La segunda columna extrae desde el diluyente los componentes más ligeros, con el fin de obtener diluyente puro. En una realización, la parte superior de la columna (es decir, la corriente de cabeza) puede refrigerarse usando una unidad de refrigeración por absorción.

30 El extremo pesado y el extremo ligero pueden tratarse opcionalmente en otras columnas dependiendo de las solicitudes. Estas dos corrientes representan menos del 10% de la alimentación de la columna.

Según una realización del presente procedimiento, la corriente de alimentación se hace pasar a una columna de destilación y se somete a condiciones de destilación adaptadas para eliminar una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, opcionalmente una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina, diluyente y otros componentes, tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> y formaldehído.

La corriente de fondo comprende un diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas. La expresión "diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas" o "diluyente libre de olefinas" o similares se usa en la presente memoria como sinónimos para hacer referencia a un diluyente de hidrocarburo que contiene menos de 5.000 ppm, y preferentemente menos de 1.000 ppm, e incluso más preferente menos de 100 ppm de monómero y/o co-monómero. Sustancialmente libre de trazas de monómero como etileno y/o co-monómero tal como hexeno, la corriente de fondo de diluyente de hidrocarburo libre de olefinas, tal como isobutano, emitida desde la columna de destilación puede enviarse a un tanque de almacenamiento y puede usarse adicionalmente, por ejemplo, para lavar los conductos y las bombas de circulación en un reactor de polimerización, o para la preparación de catalizadores, por ejemplo, en macetas de barro. Este diluyente libre de olefinas puede reciclarse a una zona de polimerización, bien homo-polimerización o bien co-polimerización, en cualquier lugar del procedimiento en el que se solicite diluyente puro, como la dilución de catalizador.

La corriente lateral de diluyente de hidrocarburo emitida desde la columna de destilación se envía generalmente a un tanque de almacenamiento y se usa adicionalmente. Preferentemente, la cantidad de componentes adicionales tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>, formaldehído en la corriente lateral es menor de 10 ppm, y preferentemente menor de 1 ppm, e incluso más preferente, menor de 0,5 ppm. En otra realización preferente, las cantidades de monómero y/o co-monómero que permanecen en la corriente lateral son menores del 25% y preferentemente menores del 10% e incluso más preferente menores del 5%. Las elevadas cantidades de monómero en el tanque de almacenamiento del producto de la corriente lateral pueden conducir a la evaporación y la pérdida sustancial de

monómero. Al mantener la cantidad de monómero en el producto en la corriente lateral debajo del 25% y preferentemente debajo del 10%, o incluso debajo del 5%, la evaporación del monómero desde el tanque de almacenamiento puede reducirse y se hace posible el almacenamiento del producto en la corriente lateral en condiciones atmosféricas. El diluyente de hidrocarburo emitido desde la corriente lateral que sale desde la zona de destilación se usa generalmente como diluyente en un reactor de polimerización, bien homo-polimerización o bien co-polimerización, dependiendo de los monómeros sometidos a polimerización. En particular, es muy adecuado para su uso como diluyente, especialmente en un segundo reactor de polimerización cuando se polimeriza bajo operación bimodal, o en un primer reactor y en un segundo reactor, cuando se polimeriza bajo operación monomodal.

Los componentes ligeros, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub> salen de la zona de destilación con cierta cantidad de monómero y diluyente residuales como una corriente de vapor de cabeza. Según una realización de la presente invención, dicha corriente de vapor de cabeza se refrigera por debajo de 0°C, preferentemente por debajo de -10°C, más preferentemente entre -10°C y -25°C, todavía más preferentemente entre -10°C y -20°C, más preferentemente a aproximadamente -20°C, usando un ciclo de refrigeración por absorción accionado por el calor desde los condensados de agua del hervidor. En particular, la corriente de vapor de cabeza se transfiere a un condensador de ventilación que se refrigera usando una unidad de refrigeración por absorción. Después de refrigerar el condensador de ventilación, se produce una condensación parcial, el líquido se envía de vuelta a la columna (es el reflujo) y el gas se envía a la unidad de recuperación de etileno (ERU). A continuación, estos componentes ligeros se tratan adicionalmente en la unidad de recuperación de etileno, que separa adicionalmente los componentes ligeros del monómero restante y el diluyente de hidrocarburo.

El condensador de ventilación es una refrigeración que permite la separación de los componentes desde la corriente de vapor de cabeza, cuya refrigeración se ha realizado usando la unidad de refrigeración por absorción. La separación se realiza a temperaturas preferentemente menores de 0°C, preferentemente entre 0°C y -60°C, preferentemente entre -10°C y -30°C, más preferentemente entre -10°C y -25°C, todavía más preferentemente entre -10°C y -20°C, más preferentemente a aproximadamente -20°C. Esta separación permite la condensación y la recuperación del máximo isobutano y minimiza la cantidad de isobutano que se transporta a la ERU (unidad de recuperación de etileno). Esto se consigue según una realización de la presente invención refrigerando la corriente enviada a la ERU usando un ciclo de refrigeración por absorción.

Bajo las condiciones de la técnica anterior, la corriente transportada a la ERU comprendía isobutano, etileno, hidrógeno, nitrógeno y etano. El etileno y el isobutano se recuperaron adicionalmente en la ERU. El uso del procedimiento de la invención permite reducir la cantidad de isobutano enviada a la ERU, ya que se recupera casi por completo en el condensador de ventilación refrigerado por la unidad de refrigeración por absorción.

Preferentemente, la cantidad de diluyente restante enviada a la ERU es menor del 30%, preferentemente menor del 20%, preferentemente menor del 10%, preferentemente menor del 5% y más preferentemente menor del 1%. Preferentemente, la cantidad de monómero restante enviada a la ERU es también menor del 50%. El monómero y el diluyente que se recuperan por medio de la unidad ERU se reutilizan preferentemente en el procedimiento de polimerización.

En una realización, el presente procedimiento se realiza en un sistema de destilación, que comprende una zona o columna de destilación. Preferentemente, dicha columna puede comprender una columna de destilación de pared dividida o una columna de pared dividida. En dicho caso, la invención permite un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende las etapas de:

- a) opcionalmente, refrigerar dicha alimentación que contiene hidrocarburos usando un ciclo de refrigeración por absorción,
- b) pasar dicha alimentación a una zona de destilación para someter dicha alimentación a condiciones de destilación adaptadas para eliminar b1) una corriente de fondo que comprende co-monómero y diluyente de hidrocarburo, y b2) una corriente de vapor de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo, monómero de olefina y componentes adicionales, tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, y formaldehído, y
- c) refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente en dicha corriente de vapor de cabeza.

En otra realización, el presente procedimiento se realiza en un sistema de destilación, que comprende al menos dos zonas o columnas de destilación. En dicho caso, la invención permite un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende las etapas de:

- 5 a) opcionalmente, refrigerar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos usando un ciclo de refrigeración por absorción,
- b) pasar dicha corriente de alimentación a una primera zona de destilación para someter dicha alimentación a condiciones de destilación adaptadas para eliminar b1) una corriente de fondo que comprende co-monómero, y b2) una corriente de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo, monómero de olefina y componentes adicionales tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, y formaldehído, e
- 10 c) introducir la corriente de cabeza de la etapa b) en una segunda zona de destilación para someter dicha corriente a condiciones de destilación adaptadas para eliminar c1) una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, c2) una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y c3) una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina, diluyente y componentes adicionales, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub> y
- d) refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente en dicha corriente de vapor de cabeza.

15 En todavía otra realización, el presente procedimiento se realiza en un sistema de destilación, que comprende tres zonas o columnas de destilación. En dicho caso, la invención permite un procedimiento para optimizar la separación de una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende las etapas de:

- a) opcionalmente, refrigerar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos usando un ciclo de refrigeración por absorción,
- 20 b) pasar dicha corriente de alimentación a una primera zona de destilación para someter dicha alimentación a condiciones de destilación adaptadas para eliminar b1) una corriente de fondo que comprende co-monómero y diluyente de hidrocarburo y b2) una corriente de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo, monómero de olefina y componentes adicionales, tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> y formaldehído,
- 25 c) introducir la corriente de fondo de la etapa b) en una segunda zona de destilación para someter dicha corriente a condiciones de destilación adaptadas para eliminar c1) una corriente de fondo que comprende co-monómero y c2) una corriente de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo,
- d) introducir la corriente de cabeza de la etapa b) en una tercera zona de destilación para someter dicha corriente a condiciones de destilación adaptadas para eliminar d1) una corriente de fondo que comprende diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, d2) una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y d3) una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina, diluyente y componentes adicionales, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub> y
- 30 d) refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada de la etapa (c) usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente en dicha corriente de vapor de cabeza.
- 35

El diluyente de hidrocarburo obtenido en la corriente c2) puede devolverse a la primera zona de destilación.

Los procedimientos descritos anteriormente según la presente invención pueden adaptarse adicionalmente.

40 Dicha adaptación puede consistir en maximizar la corriente de cabeza (por ejemplo, c3) o d3) obtenida desde la columna de destilación mediante la adaptación de la relación del flujo de la corriente de fondo eliminada de la columna de destilación al flujo de corriente de alimentación introducido en la columna de destilación. En una realización, dicha relación es menor o igual a 1,0, y preferentemente está comprendida entre 0,3 y 1,0, y más preferentemente entre 0,4 y 0,95, y puede comprender, por ejemplo, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8 o 0,9. El punto de ajuste de la relación del caudal de la corriente de fondo al caudal de la corriente de alimentación que es adecuado según el presente procedimiento puede ajustarse manual o automáticamente, para garantizar suficiente producto diluyente libre de olefinas y una ventilación adecuada a la ERU para eliminar los componentes ligeros. La relación puede adaptarse adaptando el reflujo a la columna de destilación.

45

50 Dicha adaptación puede consistir también en añadir la corriente lateral obtenida en la columna de destilación con la corriente de fondo obtenida en la columna de destilación. En general, la corriente de fondo de diluyente de hidrocarburo libre de olefinas emitida desde la columna de destilación, y la corriente lateral de diluyente de hidrocarburo se envían a tanques de almacenamiento separados. La dilución de la corriente lateral con la corriente de fondo permite controlar el nivel de producto en los tanques de almacenamiento para el producto de corriente

lateral y para el producto de corriente de fondo. Además, es necesario diluir la corriente lateral con la corriente de fondo para controlar la relación del flujo de la corriente de fondo al flujo de la corriente de alimentación.

Otras mejoras en el funcionamiento de la columna de destilación incluyen mejoras para estabilizar las condiciones de destilación en la columna de destilación.

- 5 Para ello, puede proporcionarse una etapa adicional para recalentar una parte de la corriente de fondo obtenida en la columna de destilación bajo un caudal de vapor controlado y devolver dicha parte recalentada a la columna de destilación.

10 La velocidad del flujo de vapor puede controlarse como una función de la temperatura en la columna de destilación. Preferentemente, el caudal de vapor se controla como una función de la temperatura en una bandeja situada en la mitad inferior de la columna, es decir, igual o inferior a la mitad de la altura de la columna, e incluso más preferente situada en el cuarto inferior de la columna, es decir, igual o inferior al % de la altura de la columna. Preferentemente, esta temperatura se usa como un parámetro de entrada en un sistema de control de temperatura que acciona y que controla el caudal de vapor del hervidor. Además, con el fin de hacer que el sistema de control sea tan insensible como sea posible a las variaciones de presión en la zona de destilación, los parámetros del controlador se han elegido con el fin de obtener una reacción relativamente lenta del sistema controlador. Además, el nivel de sumidero de la columna de destilación puede adaptarse al flujo de la corriente de fondo mediante un controlador de nivel.

20 En otro aspecto, la presente invención proporciona también un procedimiento de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de: introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes, polimerizar uno o más reactivos de olefinas para producir una suspensión de polímero que comprende esencialmente diluyente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina, recuperar las partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos una mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, separar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, eliminar al menos una corriente de dicha etapa de separación, y refrigerar la temperatura de dicha corriente eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción.

30 En una realización, dicha corriente eliminada es una corriente de vapor de cabeza eliminada desde una etapa de destilación, en el que dicha corriente comprende monómero de olefina y diluyente. En otra realización, dicha corriente eliminada es una corriente lateral que comprende diluyente de hidrocarburo eliminado de una etapa de destilación. En otra realización, tanto dicha corriente de vapor de cabeza como dicha corriente lateral se refrigeran usando al menos dos unidades de refrigeración por absorción.

En otra realización, la temperatura de la corriente de alimentación que contiene hidrocarburos se refrigera usando al menos un ciclo de refrigeración por absorción.

35 En una realización, la presente invención proporciona también un procedimiento de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de: introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes, polimerizar uno o más reactivos de olefinas para producir una suspensión de polímero que comprende esencialmente diluyente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina, recuperar partículas de polímero de olefina de la suspensión separando al menos una mayor parte del diluyente de la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, separar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, eliminar una corriente de vapor de cabeza de dicha etapa de separación y refrigerar la temperatura de dicha corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente en dicha corriente de vapor eliminado.

45 La invención proporciona también un sistema para refrigerar una corriente de vapor de cabeza eliminada desde una columna de destilación usando una unidad de refrigeración por absorción. Dicha unidad de refrigeración por absorción se usa para eliminar la energía térmica desde dicha corriente de vapor de cabeza y la conversión de fase de un fluido de trabajo se usa en el procedimiento de eliminación de calor.

50 Se divulgan uno o más sistemas de recuperación de diluyente/monómero configurados para separar la mayor parte del diluyente desde la suspensión descargada desde el reactor de polimerización; en el que dicho sistema comprende uno o más sistemas de fraccionamiento configurados para procesar una parte del diluyente descargada desde el sistema de recuperación de diluyente/monómero y para proporcionar el diluyente recuperado sustancialmente libre de monómero de olefina; en el que dichos uno o más sistemas de fraccionamiento están acoplados con una o más unidades de refrigeración por absorción.

Una unidad de producción de poliolefina, comprende:

- medios para alimentar monómero, co-monómero, diluyente y opcionalmente hidrógeno a al menos un reactor de polimerización;
- medios para alimentar un catalizador de polimerización a dicho al menos un reactor de polimerización,
- 5    – un sistema reactor que comprende al menos un reactor de polimerización que define una trayectoria de flujo para una suspensión de polímero, en el que dicha suspensión consiste esencialmente en al menos un monómero, un co-monómero, un catalizador de polimerización, diluyente líquido y partículas sólidas de copolímero de olefina,
- una o más líneas para descargar dicha suspensión de polímero desde dicho reactor de polimerización,
- 10   – uno o más sistemas de recuperación de diluyente/monómero configurados para separar la mayor parte del diluyente desde la suspensión descargada desde el reactor de polimerización;
- uno o más sistemas de fraccionamiento configurados para procesar una parte del diluyente descargado desde el sistema de recuperación de diluyente/monómero y para proporcionar el diluyente recuperado sustancialmente libre de monómero de olefina; y
- 15   – un sistema de extrusión/carga que tiene un extrusor/granulador configurado para extruir y granular las partículas de poliolefina recuperadas desde la suspensión en el sistema de recuperación de diluyente/monómero,

en el que dichos uno o más sistemas de fraccionamiento están acoplados con una o más unidades de refrigeración por absorción.

20 Una unidad de reciclaje se ilustra esquemáticamente en la Figura 1A. Dicha unidad de reciclaje comprende una columna 2 de destilación, cuya línea de vapor de cabeza está en comunicación térmica con una unidad 4 de refrigeración por absorción. Dicha línea de vapor de cabeza está además en comunicación con un separador 6. La corriente 1 de alimentación que contiene hidrocarburos a separar será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y de las columnas de purga de un reactor de polimerización, en el que una corriente que contiene disolvente (disolvente = diluyente), polímero y monómeros sin reaccionar se expande o si no se trata para eliminar el disolvente o el diluyente y los monómeros de la misma. Una corriente de componente preferente actualmente separada según la invención comprende monómero, tal como etileno, co-monómero, tal como 1-hexeno, y diluyente, tal como isobutano. Sin embargo, debería reconocerse que el sistema de destilación de la invención es igualmente aplicable a otros sistemas de monómeros, co-monómeros y diluyentes, siempre que los vapores de alimentación comprendan hidrocarburos, que permitan la separación por destilación. En general, hay también presentes trazas tanto de componentes más pesados, por ejemplo, oligómeros, como de componentes más livianos, tales como formaldehído, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, y componentes tales como O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub> en dichas corrientes de efluente. La corriente 1 de alimentación que contiene hidrocarburos se alimenta a dicha columna 2 de destilación. Una corriente 9 de fondo que comprende co-monómero y diluyente de hidrocarburo se elimina desde dicha columna 2 de destilación y se recupera 13 adicionalmente. En una realización, dicha corriente 1 de alimentación que contiene hidrocarburos es una corriente de vapor de cabeza eliminada desde una primera zona 25 de destilación, y la corriente 9 de fondo comprende un diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas. Una corriente 3 de vapor de cabeza que comprende monómeros de olefina y diluyente se elimina desde dicha columna 2 de destilación y se refrigera en un condensador (no mostrado) por una unidad 4 de refrigeración por absorción. En una realización, la corriente 3 de vapor de cabeza entra al condensador refrigerado por la unidad 4 de refrigeración por absorción, por ejemplo, a aproximadamente 28°C y se refrigera a una temperatura inferior a 0°C, preferentemente, entre -10°C y -30°C. La corriente 5 de vapor de cabeza refrigerada se envía a continuación al condensador 6 de ventilación donde el etileno y el isobutano 8 líquido se recuperan 12, mientras que la corriente 7 de vapor de cabeza del condensador 6 se envía a la ERU 11. El hervidor de la columna 2 (no mostrado) puede estar conectado térmicamente a la unidad 4 de refrigeración por absorción, proporcionando el calor para accionar dicha unidad 4 de refrigeración. La unidad 4 de refrigeración por absorción puede ser accionada también por una fuente de calor alternativa (no mostrada).

En la Figura 1B se ilustra esquemáticamente una unidad de reciclaje. Dicha unidad de reciclaje comprende una columna 102 de destilación, cuya línea de vapor de cabeza está en comunicación térmica con los enfriadores 107 y 105. Dicha línea de vapor de cabeza está además en comunicación con un separador 106. Una unidad 104 de refrigeración por absorción está conectada entre el enfriador 105 y el hervidor 103 de columna. La corriente 100 de alimentación que contiene hidrocarburos que debe separarse será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y de columnas de purga de un reactor de polimerización, en el que una corriente que contiene disolvente (disolvente = diluyente), polímero y monómeros sin reaccionar es expandida o si no tratada para eliminar el disolvente o el diluyente y los monómeros de la misma. La corriente 100 de 50

alimentación que contiene hidrocarburos se alimenta a dicha columna 102 de destilación. En una realización, dicha corriente 100 de alimentación que contiene hidrocarburos es una corriente de vapor de cabeza eliminada desde una primera zona de destilación. Una corriente 121 de fondo que comprende co-monómero y un diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas se elimina de dicha columna 102 de destilación y se recupera adicionalmente. Una corriente 112 de vapor de cabeza que comprende monómeros de olefina y diluyente se elimina desde dicha columna 102 de destilación y se refrigera por medio de una unidad 104 de refrigeración por absorción en el condensador 105. En una realización, la corriente 112 de vapor de cabeza entra al primer enfriador 107, y la corriente 113 de vapor de cabeza refrigerada entra al condensador 105, por ejemplo, a aproximadamente 28°C y se refrigera a una temperatura inferior a 0°C, preferentemente, entre -10°C y -30°C. La corriente 114 de vapor de cabeza refrigerada se envía a continuación al separador 106, donde el etileno y el isobutano 116 líquido se recuperan y se reciclan al reactor (no mostrado) y se reciclan 122 parcialmente a la columna 102, mientras que la corriente 115 de vapor de cabeza desde el separador 106 se envía a la ERU (unidad de recuperación de etileno). El hervidor 103 de la columna 102 está conectado 117 térmicamente a la unidad 104 de refrigeración por absorción, que proporciona el calor para accionar dicha unidad 104 de refrigeración. Una corriente de líquido refrigerante circula entre la unidad 104 de absorción y el condensador 105. En el caso de un sistema de amoníaco, el amoníaco 119 líquido se alimenta al condensador 105, y el amoníaco 120 gaseoso se redirige a la unidad 104 de absorción.

Tal como se ilustra en la Figura 2A, una unidad de reciclaje puede estar compuesta por dos columnas 22, 23 de destilación y por una unidad de recuperación de etileno representada por la flecha 35. La corriente 20 de alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y de las columnas de purga de un reactor de polimerización (no mostrado), en el que una corriente que contiene disolvente, polímero y monómeros sin reaccionar se expande o si no se trata para eliminar el disolvente o el diluyente y los monómeros de la misma. Una primera columna 22 de destilación realiza un corte aproximado entre una mezcla de isobutano, hexeno y productos pesados, que salen como producto 25 de fondo líquido. El producto 25 de fondo pesado puede tratarse adicionalmente (no mostrado). El monómero restante, el isobutano, con todos los componentes 29 ligeros, que salen de la parte superior de la primera columna 22 de destilación, se envían a una segunda columna 23 de destilación como una corriente de vapor para una separación adicional. La segunda columna 23 de destilación generará tres flujos de producto. Más particularmente, esta columna 23 se usa para separar el diluyente de isobutano libre de olefinas del diluyente de isobutano que contiene cantidades residuales de (co-) monómero y de una corriente de vapor ligera que comprende monómero, isobutano residual adicional y otros componentes tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>. El isobutano sustancialmente puro, denominado isobutano "sustancialmente libre de olefinas" se obtiene como producto 30 de fondo líquido. Los componentes ligeros, como el formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>, salen de la columna 23 de destilación con el etileno y una cantidad residual de isobutano como una corriente 32 de vapor que, según una realización de la invención, se refrigeran adicionalmente usando una unidad 34 de refrigeración por absorción antes de ser purifican y se separan adicionalmente en una unidad de recuperación de etileno representada por la flecha 35. En una realización, la corriente 32 de vapor de cabeza entra a un condensador refrigerado por la unidad 34 de refrigeración por absorción, por ejemplo, a aproximadamente 28°C y se refrigera a una temperatura inferior a 0°C, preferentemente, entre -10°C y -30°C. A continuación, la corriente de vapor de cabeza refrigerada se envía a una unidad 35 de recuperación de etileno. Dicha unidad de recuperación de etileno comprende preferentemente un condensador de ventilación (no mostrado) donde el etileno y el isobutano líquido se separan, y la corriente de vapor de cabeza desde el condensador de ventilación se envía a la ERU (unidad de recuperación de etileno). En una realización, puede evitarse la unidad 35 de recuperación de etileno. La refrigeración de la corriente 32 con la unidad 34 de refrigeración por absorción disminuye dramáticamente la corriente a separar adicionalmente, lo que conduce a un procedimiento competitivo en términos de recuperación de etileno sin una unidad de recuperación de etileno.

En una realización, el hervidor (no mostrado) de la primera columna 22 puede estar conectado térmicamente a la unidad 34 de refrigeración por absorción, proporcionando el calor para accionar dicha unidad 34 de refrigeración. La unidad de refrigeración por absorción puede ser accionada también por una fuente caliente alternativa.

El isobutano restante sale de la columna 23 como una corriente 31 lateral líquida. De esta manera, el procedimiento de destilación en la segunda columna de destilación permite separar el diluyente de isobutano sustancialmente libre de olefinas en una corriente 30 de fondo, así como el diluyente de isobutano que contiene cantidades residuales de etileno en una corriente 31 lateral. Tanto el diluyente 30 de isobutano sustancialmente libre de olefinas como el diluyente 31 de isobutano pueden reciclarse y reutilizarse en un procedimiento de polimerización. Además, el diluyente de isobutano y el monómero de etileno que se separan a partir de la corriente 32 de vapor se reciclan y se reutilizan también en un procedimiento de polimerización. En otra realización, la corriente 20 de alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada puede refrigerarse también antes de la destilación usando al menos una unidad 37 de refrigeración por absorción, a continuación, dicha corriente 21 de alimentación refrigerada puede ser alimentada a la columna 22 de destilación.

Tal como se ilustra en la Figura 2B, una unidad de reciclaje puede estar compuesta por dos columnas 150, 151 de destilación y por una unidad de recuperación de etileno representada por la flecha 168. La corriente 158 de alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y de las columnas de purga de un reactor de polimerización (no mostrado). Una primera columna 150 de destilación realiza un corte aproximado entre una mezcla de isobutano, hexeno y los productos pesados, que salen como producto 161 de fondo líquido. El producto 161 de fondo pesado puede tratarse adicionalmente (no mostrado). El monómero restante, el isobutano con todos los componentes 160 ligeros, que sale de la parte superior de la primera columna 150 de destilación, se envía a una segunda columna 151 de destilación como una corriente 160 de vapor para una separación adicional. La segunda columna 151 de destilación, cuya línea de vapor de cabeza está en comunicación térmica con los enfriadores 152 y 153, generará tres corrientes de producto. El isobutano sustancialmente puro, denominado isobutano "sustancialmente libre de olefinas" se obtiene como producto 164 líquido de fondo. Los componentes ligeros, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>, salen de la columna 151 de destilación con el etileno y cierta cantidad residual de isobutano como una corriente 162 de vapor que, según una realización de la invención, se refrigera adicionalmente usando una unidad 154 de refrigeración por absorción. Dicha unidad 154 de refrigeración por absorción está conectada entre el enfriador 153 y el hervidor 156 de columna de la primera columna 150. En una realización, la corriente 162 de vapor de cabeza entra al primer enfriador 152, y la corriente 165 de vapor de cabeza refrigerada entra al condensador 153, por ejemplo, a aproximadamente 28°C y se refrigera a una temperatura inferior a 0°C, preferentemente entre -10°C y -30°C. La corriente 169 de vapor de cabeza refrigerada se envía a continuación a un separador 155 donde el etileno y el isobutano 167 líquido se separan, y la corriente de vapor de cabeza desde el separador 166 se envía a la ERU 168.

En una realización, puede evitarse la unidad 168 de recuperación de etileno. La refrigeración de la corriente 165 con la unidad 154 de refrigeración por absorción disminuye dramáticamente la corriente 166, lo que conduce a un procedimiento competitivo en términos de recuperación de etileno sin una unidad de recuperación de etileno.

En esta realización, el hervidor 156 de la primera columna 150 está conectado térmicamente a la unidad 154 de refrigeración por absorción, proporcionando el calor para accionar dicha unidad 154 de refrigeración. La unidad de refrigeración por absorción puede ser accionada también por una fuente de calor alternativa. El isobutano restante sale de la columna 151 como una corriente 163 lateral líquida. De esta manera, el procedimiento de destilación en la segunda columna de destilación permite separar el diluyente de isobutano sustancialmente libre de olefinas en una corriente 164 de fondo, así como el diluyente de isobutano que contiene cantidades residuales de etileno en una corriente 163 lateral. Tanto el diluyente 164 de isobutano sustancialmente libre de olefinas como el diluyente 163 de isobutano pueden reciclarse y reutilizarse en un procedimiento de polimerización. En una realización, la corriente 158 de alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada puede refrigerarse también antes de la destilación usando al menos una unidad 157 de refrigeración por absorción, dicha corriente 159 de alimentación refrigerada puede alimentarse a continuación a la columna 150 de destilación.

Tal como se ilustra en la Figura 3, una unidad de reciclaje según una realización de la invención puede estar compuesta por tres columnas 220, 230, 240 de destilación, además de una unidad de recuperación de etileno representada por la flecha 350. La corriente 200 de alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada será generalmente una corriente de cabeza que proviene de un tanque de expansión y de las columnas de purga de un reactor de polimerización, en el que una corriente que contiene disolvente, polímero y monómeros sin reaccionar se expande o si no se trata para eliminar el disolvente o el diluyente y los monómeros de la misma. Una primera columna 220 de destilación realiza un corte aproximado entre una mezcla de isobutano, hexeno y los productos pesados, que salen como producto 250 de fondo líquido. El producto de fondo pesado se trata adicionalmente en una segunda columna 240 de destilación y se separa en tres corrientes de producto. El vapor de isobutano que sale como producto 260 superior conforma la corriente de alimentación de la primera columna 220, o se recicla a una zona de polimerización. Una corriente 270 de hexeno líquido purificada se recupera de una bandeja justo encima del colector de la columna y se envía al almacén para su reciclaje al reactor o a los reactores de polimerización. Los componentes 280 pesados se recuperan del sumidero de la columna 240, en el que el procedimiento de drenaje se activa a una temperatura alta del fondo de la columna. El monómero restante, isobutano, con todos los componentes ligeros, que sale desde la parte 290 superior de la primera columna 220 de destilación, se envía a una tercera columna 230 de destilación como una corriente de vapor para una separación adicional. La tercera columna 230 de destilación se usa para generar tres corrientes de productos. Más particularmente, esta columna 230 se usa para separar el diluyente de isobutano libre de olefinas del diluyente de isobutano que contiene cantidades residuales de (co-) monómero y de una corriente de vapor ligera que comprende monómero, isobutano residual adicional y componentes adicionales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>. El isobutano sustancialmente puro, denominado isobutano "sustancialmente libre de olefinas" se obtiene como producto 300 líquido de fondo. Los componentes ligeros, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>, salen de la columna 230 de destilación con el etileno y cierta cantidad residual de isobutano como una corriente 320 de vapor que, según una realización de la invención, se refrigera adicionalmente usando una unidad



340 de refrigeración por absorción antes de purificarse y separarse en una unidad de recuperación de etileno representada por la flecha 350 El isobutano restante sale de la columna 230 como una corriente 310 lateral líquida. De esta manera, el procedimiento de destilación en la tercera columna de destilación permite separar el diluyente de isobutano sustancialmente libre de olefinas en una corriente de fondo, así como el diluyente de isobutano que  
 5 contiene cantidades residuales de etileno en una corriente lateral. Tanto el diluyente de isobutano sustancialmente libre de olefinas como el diluyente de isobutano se reciclan y se reutilizan en un procedimiento de polimerización. Además, el diluyente de isobutano y el monómero de etileno que se separan de la corriente 302 de vapor se reciclan y se reutilizan también en un procedimiento de polimerización. En otra realización, la corriente 200 de  
 10 alimentación que contiene hidrocarburos a ser separada puede refrigerarse también usando al menos una unidad 370 de refrigeración por absorción, a continuación, dicha corriente 210 de alimentación refrigerada puede alimentarse a la columna 220 de destilación. El hervidor (no mostrado) de la columna 240 está preferentemente conectado térmicamente a la unidad 340 de refrigeración por absorción, proporcionando el calor (calor de condensados) para accionar dicha unidad 340 de refrigeración. La unidad de refrigeración por absorción puede ser accionada también por una fuente de calor alternativa.

15 Por lo tanto, la presente invención proporciona también un procedimiento de producción de poliolefina, que comprende las etapas de

- introducir a un reactor uno o más reactivos de olefina, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
- polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que comprende  
 20 diluyente esencialmente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina,
- recuperar partículas de polímero de olefina de la suspensión separando al menos la mayor parte del diluyente de la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos,
- destilar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos,
- eliminar una corriente de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina y diluyente de dicha etapa  
 25 de destilación,
- destilar dicha corriente de vapor de cabeza eliminada,
- eliminando una segunda corriente de vapor de cabeza y
- refrigerar la temperatura de dicha segunda corriente de vapor de cabeza eliminada usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de separar dicho monómero de olefina y diluyente en dicha corriente de  
 30 vapor eliminada y refrigerar la temperatura de dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos, usando un ciclo de refrigeración por absorción antes de dicha primera destilación.

La presente invención puede ilustrarse adicionalmente mediante los siguientes ejemplos de realizaciones preferentes de la misma, aunque se entenderá que este ejemplo se incluye simplemente con propósitos ilustrativos y no pretende limitar el alcance de la invención, a menos que se indique específicamente lo contrario.

## 35 Ejemplos

### Ejemplo 1

Se proporciona una unidad de refrigeración por absorción entre una columna de destilación y un condensador de ventilación en una unidad de reciclaje de un procedimiento de polimerización de olefina, preferentemente un  
 40 procedimiento de producción de polietileno. Las unidades de refrigeración de absorción son accionadas por vapor de agua a baja presión o agua caliente que se proporciona desde el hervidor de una columna de destilación. El ejemplo aquí desarrollado se basa en un sistema de amoníaco-agua. Las unidades de refrigeración por absorción con amoníaco son capaces de producir una fuente de frío entre 0°C y -60°C (frío negativo), preferentemente entre 0°C y -30°C, más preferentemente entre -10°C y -20°C, de manera que la corriente de vapor de cabeza dirigida al  
 45 condensador de ventilación y, por consiguiente, a la ERU (unidad de reciclaje de etileno) esté a temperaturas por debajo de 0°C. Este sistema tiene la ventaja adicional de que usa agua caliente que está disponible en las proximidades del condensador, por ejemplo, los condensados desde el hervidor de la columna de destilación.

Una unidad de reciclaje según una realización de la invención se ilustra en la Figura 1A, en la que se indican una columna 2 de separación y un "condensador de ventilación" 6 y la unidad 4 de refrigeración por absorción está  
 50 provista entre dicha columna 2 de separación y el condensador 6 de ventilación. Esta configuración de la unidad de reciclaje puede usarse para recuperar una gran parte o la mayor parte del isobutano. La corriente 3 de vapor de

5 cabeza entra a la unidad 4 de refrigeración por absorción a aproximadamente 28°C y se refrigera a una temperatura inferior a 0°C, preferentemente, entre -10°C y -20°C. A continuación, la corriente 5 de vapor de cabeza refrigerada se envía al condensador 6 de ventilación, donde el etileno y el isobutano 8 líquido se recuperan 12, mientras que la corriente 7 de vapor de cabeza desde el condensador 6 se envía a la ERU 11. La Tabla 1 muestra la composición de las corrientes en dicha unidad de reciclaje.

10

Tabla 1

Corriente	Número en la Fig. 1A	Composición
corriente de alimentación que contiene hidrocarburos	1	C <sub>2</sub> <sup>=</sup> , iC <sub>4</sub> , ε ligero, ε C <sub>6</sub> <sup>+</sup> , ε H <sub>2</sub> ...
corriente de vapor de cabeza	3 = 5	ligero, c <sub>2</sub> <sup>=</sup> , iC <sub>4</sub> , ε H <sub>2</sub>
corriente de fondo	9	iC <sub>4</sub>
corriente de cabeza desde el condensador de ventilación	7	C <sub>2</sub> <sup>=</sup> , iC <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , C <sub>2</sub>
corriente de fondo desde el condensador de ventilación	8	iC <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> <sup>=</sup> , C <sub>2</sub>
ε significa una pequeña cantidad		

15

Tal como se ilustra en la Tabla 2, la ventaja de refrigerar la corriente de vapor de cabeza desde la columna de separación permite condensar y recuperar el máximo de isobutano y, por lo tanto, minimizar la cantidad de isobutano enviada a la ERU. La Tabla 6 muestra los resultados cuando se refrigera la corriente de cabeza por debajo de 0°C según una realización de la invención.

Tabla 2

T (°C)	C <sub>2</sub> (Corriente 7) (kg/h)	iC <sub>4</sub> (Corriente 7) (kg/h)	% Δ (C <sub>2</sub> )	% Δ (iC <sub>4</sub> )
-60	182	2,9	69	98,8
-50	316	7,6	47	96,7
-40	478	21	19	91,2
-30	539	45	9	81
-20	564	83	5	64,6
-10	579	140	2,4	40
1	593	235	0	0

20

El uso de dicha unidad de refrigeración para la refrigeración por debajo de 0°C la corriente de vapor que proviene de la columna de destilación disminuye la cantidad de isobutano que se envía a la ERU, tal como se muestra en la Tabla 2.

### Ejemplo 2

En este ejemplo se describe otra realización de la invención. La corriente de alimentación que contiene hidrocarburos que se proporciona desde el tanque de expansión aguas debajo de una reacción de polimerización

se refrigera usando una unidad de refrigeración por absorción posicionada antes de una primera columna de separación. En la unidad de reciclaje, la eficiencia de los compresores de dos etapas de la corriente de reciclaje de isobutano (corriente de alimentación que contiene hidrocarburos) se mejora mediante la instalación de una unidad de refrigeración por absorción para refrigerar dicha corriente de isobutano.

- 5 Esta realización según la invención comprende proporcionar una unidad de refrigeración por absorción frente a la primera etapa de los compresores, y una unidad de refrigeración por absorción entre las dos etapas. Estos permiten que el gas en la entrada de la primera etapa sea refrigerado, y a continuación el gas que sale de la primera etapa es refrigerado adicionalmente por la segunda unidad de refrigeración. Esta configuración permite el incremento de la capacidad de los compresores en al menos un 16,5%. En una realización, se proporciona además un sistema de purga entre la segunda unidad de refrigeración y el compresor de la segunda etapa.
- 10

### Ejemplo 3

- En este ejemplo, se describe otra realización de la invención en el que una corriente lateral eliminada desde una columna de destilación se refrigera usando una unidad de refrigeración por absorción. Se usan agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en dicho ciclo de refrigeración por absorción.
- 15

La refrigeración de estas corrientes laterales previene cualquier aumento de presión de la mezcla de olefinas y diluyente. Debido a que esta corriente se recicla al reactor, una refrigeración de esta corriente contribuye también a la refrigeración del reactor. Una disminución de la temperatura de esta corriente en 20°C aumenta la capacidad de refrigeración del reactor de polimerización en un 1%.

20

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de separación de una corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos que comprende las etapas de:
- 5           – a) refrigerar dicha corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos usando un ciclo (37) de refrigeración por absorción antes de la destilación,
  - 10          – b) introducir dicha corriente (21) de alimentación refrigerada en una primera zona (22) de destilación para someter dicha alimentación (21) refrigerada a condiciones de destilación adaptadas para eliminar b1) una corriente (25) de fondo que comprende co-monómero, y b2) una corriente (29) de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo, monómero de olefina y componentes adicionales, tales como H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> y formaldehído, y
  - 15          – c) introducir la corriente (29) de cabeza de la etapa b) en una segunda zona (23) de destilación para someter dicha corriente (29) a condiciones de destilación adaptadas para eliminar c1) una corriente (30) de fondo que comprende un diluyente de hidrocarburo sustancialmente libre de olefinas, c2) una corriente (31) lateral que comprende diluyente de hidrocarburo, y c3) una corriente (32) de vapor de cabeza que comprende monómero de olefina, diluyente y componentes adicionales, tales como formaldehído, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO y CO<sub>2</sub>,
  - 20          – d) refrigerar la temperatura de dicha corriente (32) de vapor de cabeza eliminada de la etapa c3) usando un ciclo (34) de refrigeración por absorción antes de separar (35) dicho monómero de olefina de dicho diluyente en dicha corriente (32) de vapor de cabeza, y
- 20   accionar dicho ciclo (34) de refrigeración por absorción de la etapa d) usando calor reciclado desde un hervidor de la primera zona (22) de destilación.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende refrigerar la temperatura de dicha corriente (32) de vapor de cabeza a una temperatura entre 0°C y -40°C, preferentemente entre -10°C y -30°C, preferentemente entre -10°C y -20°C.
- 25   3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, que comprende usar agua y amoníaco como fluidos de trabajo en dicho ciclo (34) de refrigeración por absorción de la etapa d).
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende refrigerar la temperatura de la corriente (31) lateral de la etapa c2) usando un ciclo de refrigeración por absorción.
- 30   5. Procedimiento según la reivindicación 4, que comprende usar agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en el ciclo de refrigeración por absorción de la etapa c2).
6. Procedimiento según la reivindicación 4, que comprende usar agua y amoníaco como fluidos de trabajo en dicho ciclo de refrigeración por absorción de la etapa c2).
7. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende usar agua y bromuro de litio como fluidos de trabajo en el ciclo de refrigeración por absorción de la etapa a).
- 35   8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende introducir la corriente (25) de fondo de la etapa b) en una tercera zona de destilación para someter dicha corriente (25) de fondo a condiciones de destilación adaptadas para eliminar 1) una corriente de fondo que comprende co-monómero y 2) una corriente de cabeza que comprende diluyente de hidrocarburo.
- 40   9. Uso de un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en un procedimiento de producción de poliolefina, que comprende las etapas de
- introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
  - polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que comprende diluyente esencialmente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina, y
  - 45   – recuperar partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos la mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos, y

- separar dicha corriente (20) de alimentación que contiene hidrocarburos usando un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.

10. Procedimiento de producción de poliolefinas, que comprende las etapas de

- 5 - introducir a un reactor uno o más reactivos de olefinas, catalizadores de polimerización y diluyentes, y mientras se hacen circular dichos reactivos, catalizadores y diluyentes,
- polimerizar uno o más reactivos de olefina para producir una suspensión de polímero que contiene diluyente esencialmente líquido y partículas sólidas de polímero de olefina,
- recuperar partículas de polímero de olefina desde la suspensión separando al menos la mayor parte del diluyente desde la suspensión en una corriente de alimentación que contiene hidrocarburos; y,
- 10 - destilar y separar dicha corriente de alimentación que contiene hidrocarburos usando un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.

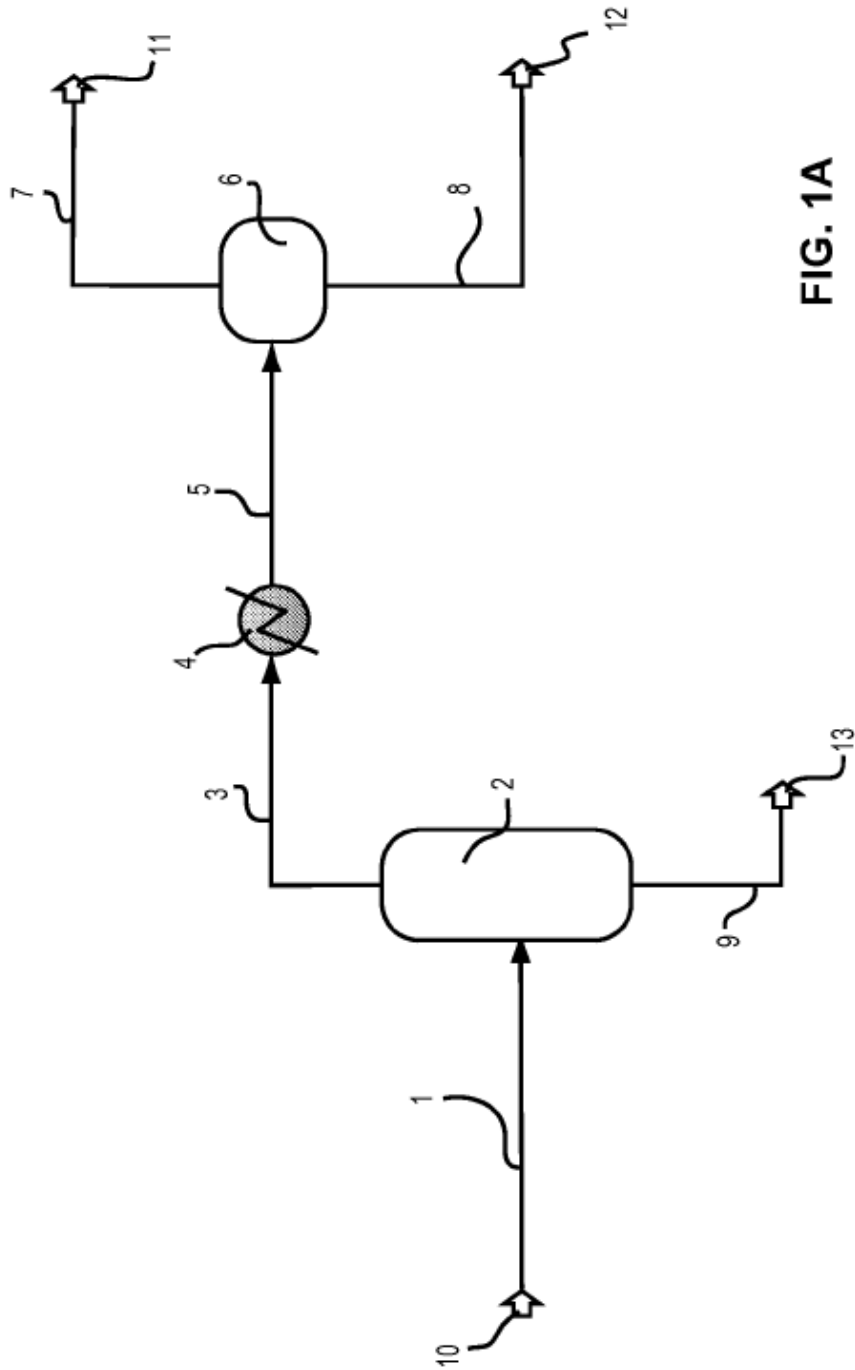


FIG. 1A

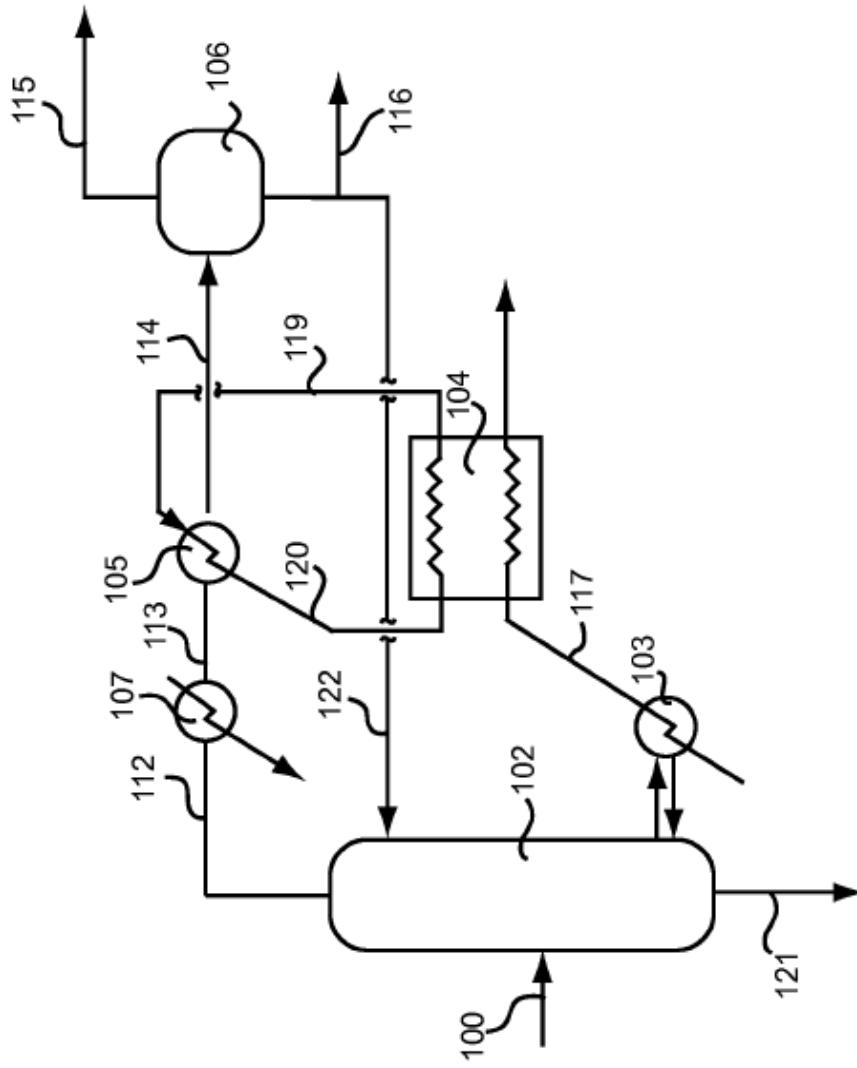


FIG. 1B

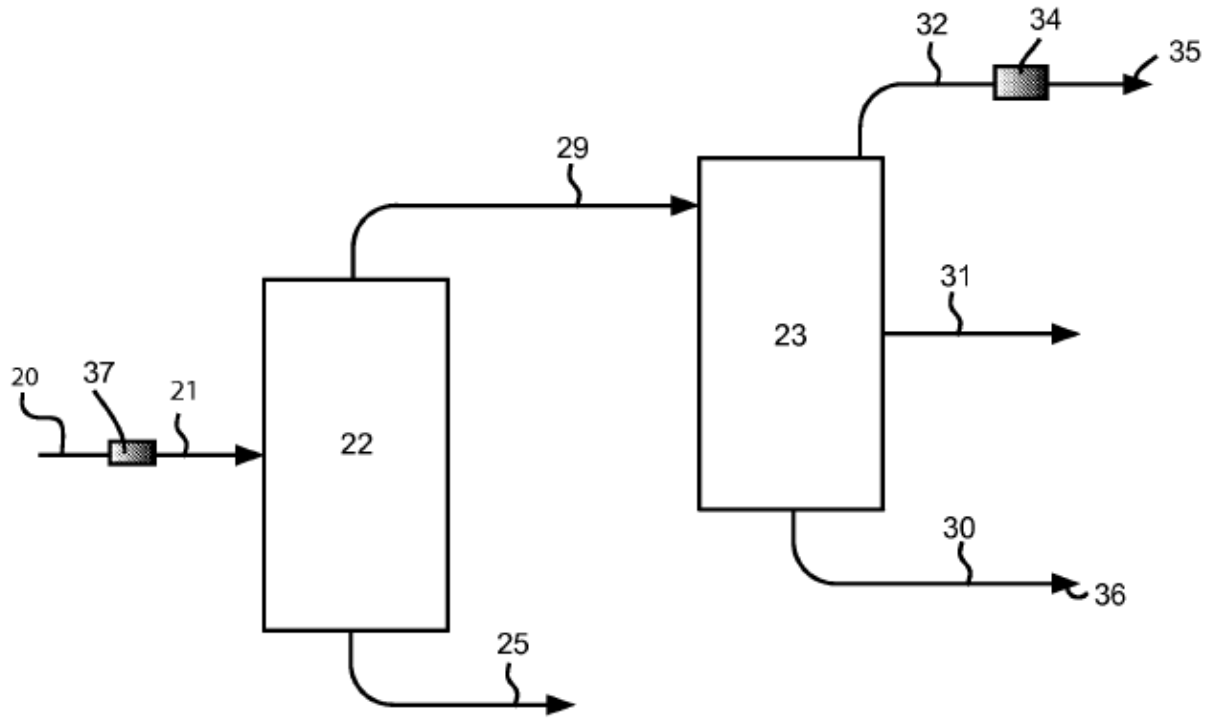


FIG. 2A



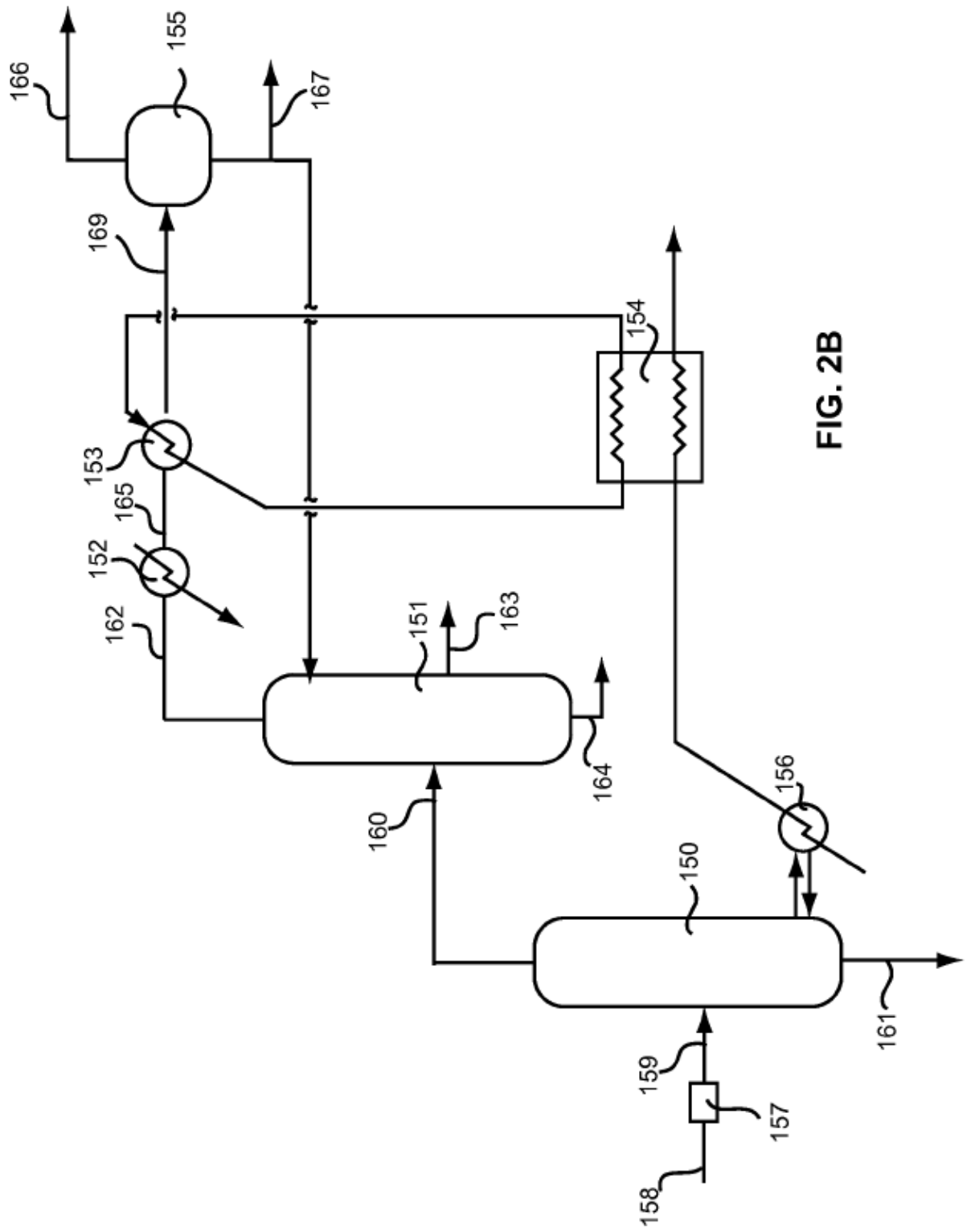


FIG. 2B

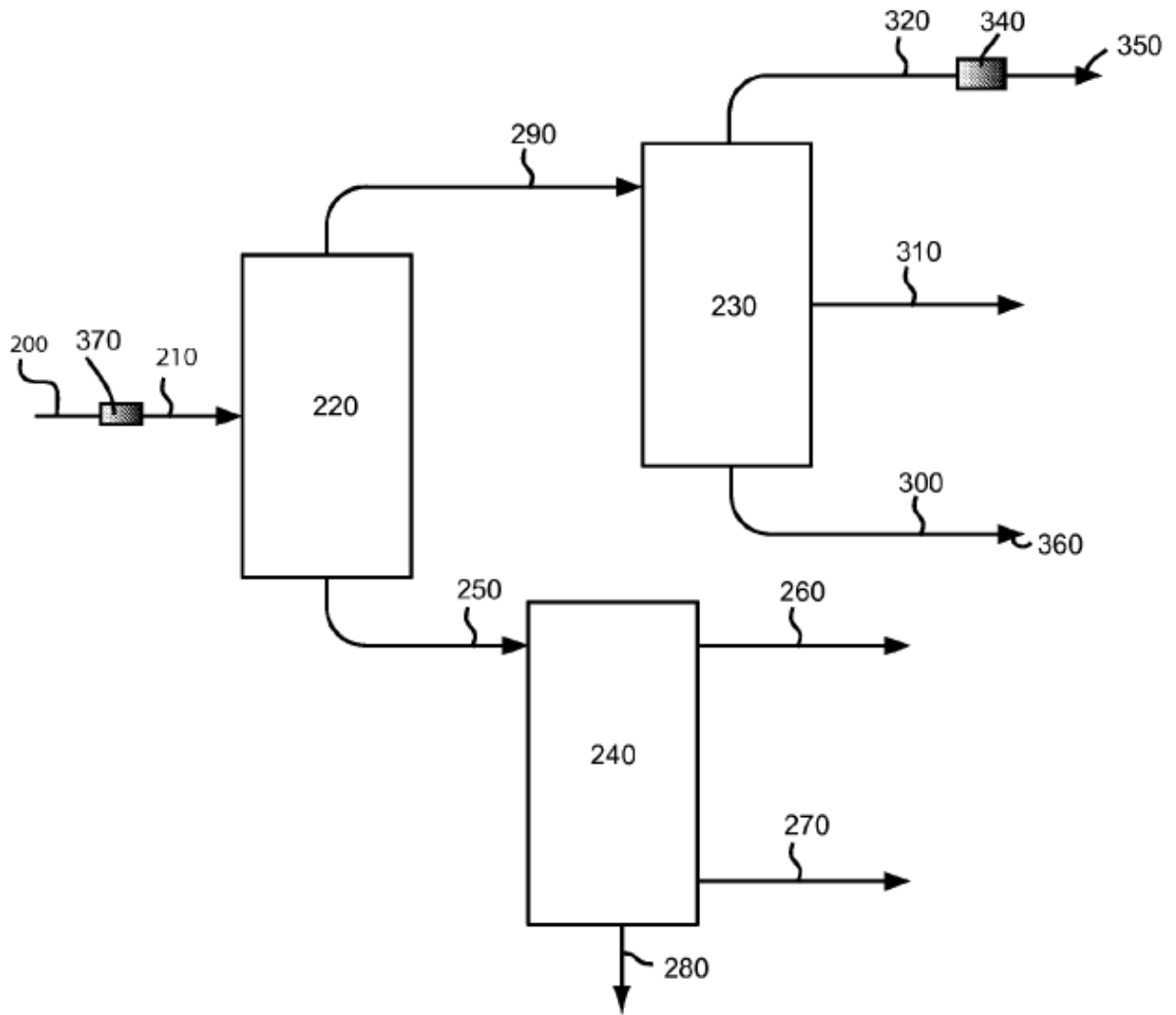


FIG. 3