(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 786 567**

(51) Int. Cl.:

C08F 2/01	(2006.01)
B01J 8/18	(2006.01)
B01J 8/00	(2006.01)
C08F 2/34	(2006.01)
C08F 10/00	(2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.06.2017** **E 17177643 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020** **EP 3418310**

(54) Título: **Procedimiento y aparato para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólido**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.10.2020

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

NYFORS, KLAUS;
ELOVAINIO, ERNO;
KANELLOPOULOS, VASILEIOS;
WEICKERT, GUNTER y
PRINSEN, ERIC-JAN

(74) Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 786 567 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 y aparato para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos

La presente invención se refiere a un procedimiento para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, a la utilización de dicho aparato para la polimerización y a la utilización de dicho aparato para aumentar la eficacia del gas barrera del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos.

Estado de la técnica anterior

Los reactores de fase gaseosa se utilizan habitualmente para la polimerización de alfa-olefinas, tales como etileno y propileno, ya que permiten una flexibilidad relativa elevada en el diseño de polímeros y la utilización de diversos sistemas catalíticos. Una variante del reactor de fase gaseosa habitual es el reactor de lecho fluidizado.

Para reactores de fase gaseosa para polimerización de alfa-olefinas, tales como reactores de lecho fluidizado, se utilizan habitualmente con recipientes de salida a efectos de retirar el material polimérico en partículas que se envía a las unidades de procesamiento aguas abajo o al reactor o reactores posteriores, tales como, en especial, en la polimerización de propileno, en la que se utilizan dos o más etapas del reactor posteriores para producir polímeros de propileno de diferentes propiedades para una amplia gama de aplicaciones.

El reto en el funcionamiento del recipiente de salida de producto es retirar el polvo de polímero producido con la mínima cantidad de mezcla gaseosa arrastrada procedente del reactor de lecho fluidizado a través de la salida del recipiente. Una mayor cantidad de gas o gases en el polvo de polímero da lugar a la combustión de residuos y también puede causar problemas de calidad del polvo de polímero resultante.

Una forma de reducir la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero es hacer funcionar el recipiente de salida por lotes, de manera que el polvo de polímero se puede despresurizar a efectos de retirar la mezcla gaseosa arrastrada. Sin embargo, dicho funcionamiento intermitente del recipiente de salida aumenta de manera significativa los costes de funcionamiento y crea una mayor complejidad durante el funcionamiento continuo de todo el procedimiento de polimerización.

Las Patentes WO 00/29452, EP-A-2 330 135 y EP-A-2 594 333 dan a conocer procedimientos para la retirada de manera continua de material polimérico de reactores de lecho fluidizado mediante recipientes de salida. Sin embargo, ninguno de estos documentos se refiere a la reducción de la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada del polvo de polímero.

Características de la invención

La presente invención se basa en el hallazgo de que mediante el diseño cuidadoso del recipiente de salida, en especial, eligiendo cuidadosamente la posición de la superficie de polvo y del punto de inyección del gas barrera en el recipiente de salida, se puede reducir de manera significativa la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero.

De este modo, en un aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, en el que reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos está conectado a la parte superior de un recipiente de salida a través de un tubo de alimentación, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) descargar el material polimérico del reactor de lecho fluidizado a través del tubo de alimentación al interior de recipiente de salida;

(ii) establecer una superficie de polvo de material polimérico descargado dentro del recipiente de salida en una sección de la parte central del recipiente de salida;

(iii) inyectar gas barrera a través de un punto de inyección del gas barrera en una sección de la parte inferior del recipiente de salida por debajo de la superficie de polvo;

(iv) recuperar el material polimérico del recipiente de salida a través de una salida del recipiente en una sección por debajo del punto de inyección del gas barrera;

en el que el material polimérico se selecciona entre homopolímeros o copolímeros de alfa-olefina que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono,
caracterizado por que
la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera

que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2,0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1,0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un aparato para retirar de manera continua material polimérico que comprende
un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, un recipiente de salida y un tubo de alimentación que conecta el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos con la parte superior del recipiente de salida, en el que el recipiente de salida comprende
medios para establecer una superficie de polvo de material polimérico descargado dentro del recipiente de salida en una sección de la parte central del recipiente de salida;
un punto de inyección del gas barrera en una sección de la parte inferior del recipiente de salida por debajo de la superficie de polvo, y
una salida del recipiente en una sección por debajo del punto de inyección del gas barrera;
caracterizado por que
la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2,0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1,0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida.

Además, la presente invención se refiere a la utilización de dicho aparato para la polimerización de homopolímeros o copolímeros de alfa-olefinas que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono.

Aún más, la presente invención se refiere a la utilización de dicho aparato para aumentar la eficacia del gas barrera del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, como mínimo, en un 75 %.

Descripción detallada

Definiciones

El presente texto se refiere a un diámetro y un diámetro equivalente. En caso de objetos no esféricos, el diámetro equivalente indica el diámetro de una esfera o un círculo que tiene el mismo volumen o área (en el caso de un círculo) que el objeto no esférico. Debe entenderse que, aunque el presente texto se refiere a veces al diámetro, el objeto en cuestión no necesita ser esférico, a menos que se indique lo contrario específicamente. En el caso de objetos no esféricos (partículas o secciones transversales), se entiende entonces el diámetro equivalente.

Como se entiende bien en la técnica, la velocidad superficial del gas indica la velocidad del gas en una construcción vacía. De este modo, la velocidad superficial del gas dentro de la zona central es el caudal volumétrico del gas (en m^3/s) dividido por el área de sección transversal de la zona central (en m^2) y, de esta manera, el área ocupada por las partículas es despreciable.

"Superficie de polvo" significa la superficie superior del polvo de material polimérico descargado en el recipiente de salida y, de este modo, muestra el nivel superior del material polimérico descargado en el recipiente de salida.

"Gas barrera" significa gas que se introduce en el recipiente de salida en la parte inferior del recipiente de salida. El gas fluye hacia arriba en el recipiente de salida a través del material polimérico descargado y ayuda a retirar el gas arrastrado del material polimérico descargado. El gas barrera puede ser cualquier gas que no perturbe el funcionamiento del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos. De este modo, puede ser un gas inerte, tal como propano o nitrógeno, o, de manera preferente, puede ser el gas de fluidización. Cuando se utiliza gas de fluidización como gas barrera, la corriente de gas barrera se toma entonces, de manera preferente, de la corriente de gas de circulación aguas abajo del refrigerador (intercambiador de calor) y aguas arriba de la entrada del reactor.

"Mezcla gaseosa arrastrada" significa el gas de fluidización que se descarga junto con el material polimérico del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través del tubo de alimentación al interior del recipiente de salida. Dependiendo del procedimiento de polimerización, la mezcla gaseosa arrastrada puede comprender monómero, comonómero, hidrógeno y gas inerte, tal como propano, nitrógeno.

Por gas de fluidización se entiende el gas que comprende monómero y, de manera opcional, comonómeros, agente de transferencia de cadena y componentes inertes que forman el gas que fluye hacia arriba en el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos y en el que las partículas de polímero están suspendidas, por ejemplo, en el lecho fluidizado de un reactor de lecho fluidizado. El gas que no ha reaccionado se recoge en la parte superior del reactor, se comprime, se enfría y se devuelve a la parte inferior del reactor. Como entiende un experto en la materia, la composición del gas de fluidización no es constante durante el ciclo. Los componentes reactivos se consumen en el reactor y se añaden en la tubería de circulación para compensar pérdidas.

"Eficacia del gas barrera" significa el porcentaje de la mezcla gaseosa arrastrada que puede ser desplazada por el gas barrera y que se puede reciclar al reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos. De este modo, la eficacia del gas barrera es una medida de la mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero.

A menos que se defina específicamente lo contrario, los valores de porcentaje utilizados en el texto se refieren a porcentaje en peso.

Polimerización

Los monómeros polimerizados en el procedimiento de la presente invención son habitualmente alfa-olefinas que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, de manera preferente, de 2 a 10 átomos de carbono. De manera preferente, las olefinas son etileno o propileno, de manera opcional, junto con una o más de otras alfa-olefinas que tienen de 2 a 8 átomos de carbono. De manera especialmente preferente el procedimiento de la presente invención se utiliza para la polimerización de etileno, de manera opcional, con uno o más comonómeros seleccionados entre alfa-olefinas que tienen de 4 a 8 átomos de carbono; o propileno, de manera opcional, junto con uno o más comonómeros seleccionados entre etileno y alfa-olefinas que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.

De este modo, el material polimérico se selecciona, de manera preferente, entre homopolímeros o copolímeros que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono, de manera preferente, de 2 a 10 átomos de carbono. Se prefieren homopolímeros o copolímeros de etileno o propileno. Las unidades de comonómero de copolímeros de etileno se seleccionan, de manera preferente, entre uno o más comonómeros seleccionados entre alfa-olefinas que tienen de 4 a 8 átomos de carbono. Las unidades de comonómero de copolímeros de propileno se seleccionan, de manera preferente, entre uno o más comonómeros seleccionados entre etileno y alfa-olefinas que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.

Catalizador de polimerización

La polimerización en el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos se lleva a cabo en presencia de un catalizador de polimerización de olefinas. El catalizador puede ser cualquier catalizador que sea capaz de producir el polímero de olefina deseado. Los catalizadores adecuados son, entre otros, catalizadores de Ziegler-Natta a base de un metal de transición, tales como catalizadores de titanio, zirconio y/o vanadio. Los catalizadores de Ziegler-Natta son especialmente útiles, ya que pueden producir polímeros de olefina dentro de un amplio intervalo de pesos moleculares con una alta productividad.

Los catalizadores de Ziegler-Natta adecuados contienen, de manera preferente, un compuesto de magnesio, un compuesto de aluminio y un compuesto de titanio soportado sobre un soporte en partículas.

El soporte en partículas puede ser un soporte de óxido inorgánico, tal como sílice, alúmina, óxido de titanio, sílice-alúmina y sílice-óxido de titanio. De manera preferente, el soporte es sílice.

El tamaño promedio de partícula del soporte de sílice puede ser habitualmente de 6 a 100 μm. Sin embargo, se ha comprobado que se pueden obtener ventajas especiales si el soporte tiene un tamaño promedio de partícula de 6 a 90 μm, de manera preferente, de 10 a 70 μm.

El compuesto de magnesio es un producto de reacción de un dialquil magnesio y un alcohol. El alcohol es un monoalcohol alifático lineal o ramificado. De manera preferente, el alcohol tiene de 6 a 16 átomos de carbono. Los alcoholes ramificados son especialmente preferentes y el 2-etil-1-hexanol es un ejemplo de los alcoholes preferentes. El dialquil magnesio puede ser cualquier compuesto de magnesio que se une a dos grupos alquilo, que pueden ser el mismo o diferente. El butil octil magnesio es un ejemplo de los dialquil magnesio preferentes.

El compuesto de aluminio es un alquil aluminio que contiene cloro. Los compuestos especialmente preferentes son los dicloruros de alquil aluminio y los sesquicloruros de alquil aluminio.

El compuesto de titanio es un compuesto de titanio que contiene halógeno, de manera preferente, un compuesto de titanio que contiene cloro. El compuesto de titanio especialmente preferente es tetracloruro de titanio.

El catalizador se puede preparar poniendo en contacto de manera secuencial el portador con los compuestos mencionados anteriormente, tal como se ha descrito en la Patente EP-A-688794 o la Patente WO-A-99/51646. De manera alternativa, se puede preparar preparando en primer lugar una solución a partir de los componentes y, a continuación, poniendo en contacto la solución con un portador, tal como se ha descrito en la Patente WO-A-01/55230.

Otro grupo de catalizadores de Ziegler-Natta contienen un compuesto de titanio junto con un compuesto de haluro de magnesio que actúa como soporte. De este modo, el catalizador contiene un compuesto de titanio sobre un dihaluro de magnesio, tal como dicloruro de magnesio. Dichos catalizadores se dan a conocer, por ejemplo, en las Patentes WO-A-2005/118655 y EP-A-810235.

Aún un tipo adicional de catalizadores de Ziegler-Natta son catalizadores preparados mediante un procedimiento, en el que se forma una emulsión, en el que los componentes activos forman una fase dispersa, es decir, discontinua, en la emulsión, como mínimo, de dos fases líquidas. La fase dispersa, en forma de gotitas, se solidifica a partir de la emulsión, en la que se forma el catalizador en forma de partículas sólidas. Los principios de la preparación de estos tipos de catalizadores se indican en la Patente WO-A-2003/106510 de Borealis.

El catalizador de Ziegler-Natta se utiliza junto con un activador. Los activadores adecuados son compuestos de alquil metal y, en especial, compuestos de alquil aluminio. Entre estos compuestos se incluyen haluros de alquil aluminio, tales como dicloruro de etilaluminio, cloruro de dietilaluminio, sesquicloruro de etilaluminio, cloruro de dimetilaluminio y similares. También se incluyen compuestos de trialquil aluminio, tales como trimetilaluminio, trietilaluminio, tri-isobutilaluminio, trihexilaluminio y tri-n-octilaluminio. Además, se incluyen oxicompuestos de alquil aluminio, tales como metilaluminiooxano (MAO), hexaisobutilaluminiooxano (HIBAO) y tetraisobutilaluminiooxano (TIBAO). También se pueden utilizar otros compuestos de alquil aluminio, tales como isoprenilaluminio. Los activadores especialmente preferentes son trialquil aluminios, de los cuales se utilizan, en particular, trietilaluminio, trimetilaluminio y tri-isobutilaluminio. Si es necesario, el activador también puede incluir un donador de electrones externo. Los compuestos donadores de electrones adecuados se dan a conocer en las Patentes WO-A-95/32994, US-A-4107414, US-A-4186107, US-A-4226963, US-A-4347160, US-A-4382019, US-A-4435550, US-A-4465782, US 4472524, US-A-4473660, US-A-4522930, US-A-4530912, US-A-4532313, US-A-4560671 y US-A-4657882. También, los donadores de electrones que consisten en compuestos de organosilano, que contienen enlaces Si-OCOR, Si-OR y/o Si-NR_2, que tienen silicio como átomo central y R es un grupo alquilo, alquenilo, arilo, arilalquilo o cicloalquilo con 1-20 átomos de carbono son conocidos en la técnica. Dichos compuestos se describen en las Patentes US-A-4472524, US-A-4522930, US-A-4560671, US-A-4581342, US-A-4657882, EP-A-45976, EP-A-45977 y EP-A-1538167.

La cantidad en la que se utiliza el activador depende del catalizador y activador específicos. Habitualmente, se utiliza trietilaluminio en tal cantidad que la proporción molar de aluminio con respecto al metal de transición, tal como Al/Ti, es de 1 a 1.000, de manera preferente, de 3 a 100 y, en particular, de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 mol/mol.

También se pueden utilizar catalizadores de metaloceno. Los catalizadores de metaloceno comprenden un compuesto de metal de transición que contiene un ligando de ciclopentadienilo, indenilo o fluorenilo. De manera preferente, el catalizador contiene dos ligandos de ciclopentadienilo, indenilo o fluorenilo, que pueden estar unidos por un grupo que contiene, de manera preferente, uno o más átomos de silicio y/o carbono. Además, los ligandos pueden tener sustituyentes, tales como grupos alquilo, grupos arilo, grupos arilalquilo, grupos alquilarilo, grupos sililo, grupos siloxi, grupos alcoxi u otros grupos de heteroátomos o similares. En la técnica se conocen catalizadores de metaloceno adecuados y se dan a conocer, entre otras, en las Patentes WO-A-95/12622, WO-A-96/32423, WO-A-97/28170, WO-A-98/32776, WO-A-99/61489, WO-A-03/010208, WO-A-03/051934, WO-A-03/051514, WO-A-2004/085499, EP-A-1752462 y EP-A-1739103.

Etapas previas a la polimerización

La polimerización en el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos puede estar precedida por etapas previas a la polimerización, tales como prepolimerización u otra etapa de polimerización llevada a cabo en una fase en suspensión o en fase gaseosa. Dichas etapas de polimerización, si están presentes, pueden llevarse a cabo según los procedimientos bien conocidos en la técnica. Los procedimientos adecuados que incluyen la polimerización y otras etapas del procedimiento que podrían preceder al procedimiento de polimerización de la presente invención se dan a conocer en las Patentes WO-A-92/12182, WO-A-96/18662, EP-A-1415999, WO-A-98/58976, EP-A-887380, WO-A-98/58977, EP-A-1860125, GB-A-1580635, US-A-4582816, US-A-3405109, US-A-3324093, EP-A-479186 y US-A-5391654. Tal como entiende bien un experto en la materia, el catalizador necesita permanecer activo después de las etapas previas a la polimerización.

Polimerización de olefinas con gases y sólidos

En el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, la polimerización se lleva a cabo utilizando monómeros olefínicos gaseosos, en los que las partículas de polímero están creciendo.

El presente procedimiento es adecuado para cualquier tipo de reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos adecuado para la polimerización de homopolímeros o copolímeros de alfa-olefinas. Los reactores adecuados son, por ejemplo, reactores de tanque de agitación continua o reactores de lecho fluidizado. Ambos tipos de reactores de polimerización de olefinas con gases y sólidos son bien conocidos en la técnica.

De manera preferente, el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos es un reactor de lecho fluidizado.

En un reactor de lecho fluidizado, la polimerización tiene lugar en un lecho fluidizado formado por las partículas de polímero en crecimiento en una corriente de gas con movimiento ascendente. En el lecho fluidizado, las partículas de polímero, que contienen el catalizador activo, entran en contacto con los gases de reacción, tales como monómero, comonómero o comonómeros e hidrógeno, lo que provoca que se produzca el polímero sobre las partículas.

De este modo, el reactor de lecho fluidizado puede comprender una placa de distribución que está situada por debajo del lecho fluidizado. En dicho reactor de lecho fluidizado, el tubo de alimentación está normalmente conectado al reactor de lecho fluidizado por encima de la placa de distribución en una posición más elevada que 1/8, de manera preferente, en una posición más elevada que 1/6, de la manera más preferente, en una posición más elevada que 1/3 del diámetro efectivo de la placa de distribución medida desde la placa de distribución en dirección vertical. Dicho reactor de lecho fluidizado con una placa de distribución se describe en la Patente EP-A-2 594 333.

En una realización preferente, el reactor de lecho fluidizado no comprende una placa de distribución. La polimerización tiene lugar en un reactor que incluye una zona inferior, una zona central y una zona superior. La zona inferior forma la parte inferior del reactor en el que se forma la base del lecho fluidizado. La base del lecho se forma en la zona inferior sin que estén presentes la rejilla de fluidización o la placa de distribución de gases. Por encima de la zona inferior y en contacto directo con la misma, se encuentra la zona central. La zona central y la parte superior de la zona inferior contienen el lecho fluidizado. Debido a que no hay ninguna rejilla de fluidización, existe un libre intercambio de gas y partículas entre las diferentes regiones dentro de la zona inferior y entre la zona inferior y la zona central. Por último, por encima de la zona central y en contacto directo con la misma, se encuentra la zona superior.

La corriente de gases con movimiento ascendente se establece mediante la extracción de una corriente de gas de fluidización desde la zona superior del reactor, habitualmente en el lugar más elevado. La corriente de gas extraída del reactor, a continuación, se comprime y se enfría y se vuelve a introducir en la zona inferior del reactor. De manera preferente, el gas se filtra antes de pasar al compresor. En la tubería del gas de circulación, se introducen, de manera adecuada, monómero adicional, de manera opcional, comonómero o comonómeros, hidrógeno y gas inerte. Es preferente analizar la composición del gas de circulación, por ejemplo, mediante la utilización de cromatografía de gases en línea y ajustar la adición de los componentes del gas, de manera que su contenido se mantiene en los niveles deseados.

La tubería de gas de circulación comprende, de manera preferente, como mínimo, un ciclón. El ciclón tiene el objetivo de retirar el material polimérico arrastrado del gas de circulación. La corriente de polímero recuperada del ciclón se puede dirigir a otra etapa de polimerización o se puede retornar al reactor de lecho fluidizado o se puede extraer como el producto polimérico.

La zona inferior del reactor tiene una forma, en general, cónica que se estrecha hacia abajo. Debido a la forma de la zona, la velocidad del gas disminuye de manera gradual a lo largo de la altura dentro de dicha zona inferior. La velocidad del gas en la parte más baja es mayor que la velocidad de transporte y las partículas opcionalmente contenidas en el gas son transportadas hacia arriba con el gas. A una cierta altura dentro de la zona inferior, la velocidad del gas es menor que la velocidad de transporte y empieza a formarse un lecho fluidizado. Cuando la velocidad del gas es aún más pequeña, el lecho se vuelve más denso y las partículas de polímero distribuyen el gas sobre toda la sección transversal del lecho. Dicho reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución se describe en las Patentes EP-A-2 495 037 y EP-A-2 495 038.

Retirada del material polimérico

El material polimérico se extrae del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos. Tal como se ha descrito anteriormente, una parte del material polimérico se puede extraer mediante la utilización del ciclón instalado en la corriente de gas de circulación. Sin embargo, la cantidad de material polimérico extraída de la misma normalmente no es suficiente para extraer toda la producción de material polimérico del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos. Por lo tanto, el material polimérico también se descarga del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos desde un área adecuada, de manera especialmente preferente, desde la zona

central de un reactor de lecho fluidizado.

El material polimérico se extrae de un área adecuada, de manera preferente, de la zona central del reactor de fluidización, a través del tubo de alimentación, al recipiente de salida, de manera preferente, a través de la parte superior del recipiente de salida. De este modo, el material polimérico se descarga normalmente en forma de polvo de polímero. El polvo de polímero puede comprender, adicionalmente, aglomerados.

En general, el material polimérico se puede extraer del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos de manera intermitente o continua. Es preferente extraer el material polimérico de manera continua.

Una forma preferente de establecer la descarga de forma continua de material polimérico o, en otras palabras, un caudal continuo es mediante la utilización de una válvula de control con funcionamiento continuo. La válvula de control con funcionamiento continuo puede estar situada en el tubo de alimentación o en la tubería de gas de retorno que conecta el recipiente de salida y el reactor de fase gaseosa.

El gas de descarga se puede utilizar para mejorar el transporte del material polimérico desde el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos al recipiente de salida.

El recipiente de salida tiene, de manera preferente, una parte principal, una parte inferior y una parte superior. Por definición, la parte principal es la parte que tiene el diámetro efectivo más elevado, mientras que la parte inferior es la parte que tiene un diámetro efectivo menor que la parte principal. La parte superior es simplemente un cierre del recipiente de salida.

En aras de la presente invención, el diámetro equivalente D del recipiente de salida indica el diámetro efectivo de la parte principal del recipiente de salida.

El recipiente de salida comprende un punto de inyección del gas barrera en la parte inferior del recipiente de salida, a través del cual se inyecta el gas barrera al interior del recipiente de salida.

El gas de barrera, de manera preferente, es un gas inerte, tal como propano o nitrógeno, o, de manera preferente, puede ser el gas de fluidización.

El gas barrera se introduce, de manera preferente, en una cantidad que es aproximadamente la misma o superior que el caudal de la mezcla gaseosa arrastrada introducido en el recipiente de salida junto con el material polimérico descargado.

La proporción del caudal del gas barrera con respecto al caudal de la mezcla gaseosa arrastrada en base volumétrica es, de manera preferente, de 0,5 a 2,5, de manera más preferente, de 0,8 a 2,0, de manera aún más preferente, de 1,0 a 1,8 y, en particular, de 1,0 a 1,5. Por ejemplo, se ha descubierto que una proporción de aproximadamente 1,1 da buenos resultados.

El material polimérico se descarga normalmente del reactor de lecho fluidizado con una velocidad, como mínimo, de 5 cm/s, de manera preferente, como mínimo, de 10 cm/s, de manera más preferente, como mínimo, de 12 cm/s. El límite superior normalmente no es superior a 100 cm/s.

En el recipiente de salida se establece una superficie de polvo de material polimérico descargado en una sección de la parte central del recipiente de salida.

De manera preferente, la superficie de polvo se establece mediante la extensión del tubo de alimentación al interior de la parte central del recipiente de salida para formar un tubo de inmersión. La superficie de polvo, a continuación, se establece, de manera preferente, en el extremo inferior del tubo de inmersión.

De este modo, el extremo inferior del tubo de inmersión está situado dentro de la parte central del recipiente de salida, de manera que se cumple el siguiente criterio:

$$R''' = W/L = 0{,}1 \text{ a } 0{,}5;$$

en el que W = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el extremo inferior del tubo de inmersión; y L = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y la salida del recipiente equivalente a la longitud vertical total del recipiente de salida. W se mide, de este modo, desde el extremo inferior del tubo de inmersión en dirección vertical y L se mide desde la salida del recipiente en dirección vertical.

R''' está, de manera preferente, en el intervalo de 0,2 a 0,5, de manera más preferente, de 0,3 a 0,5 y, de la manera más preferente, de 0,35 a 0,45.

La superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera

que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2{,}0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1{,}0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida. X se mide, de este modo, desde el punto de inyección del gas barrera en dirección vertical e Y se mide desde la salida del recipiente en dirección vertical. D es el diámetro efectivo de la parte principal del recipiente de salida.

R" es, de manera preferente, como mínimo 1,1, de manera más preferente, como mínimo, 1,2 y, de la manera más preferente, como mínimo, 1,5. El límite superior de R" normalmente no es superior a 3,0, de manera preferente, no es superior a 2,5 y, de la manera más preferente, no es superior a 2,0.

R', de manera preferente, no es superior a 1,8, de manera más preferente, no es superior a 1,5, de manera aún más preferente, no es superior a 1,2 y, de la manera más preferente, no es superior a 1,0. El límite inferior de R' es normalmente, como mínimo, 0,01, de manera preferente, como mínimo, 0,1 y, de la manera más preferente, como mínimo, 0,35.

Al situar la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera en el recipiente de salida, según los criterios de R' y R", la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero extraído del recipiente de salida a través de la salida del recipiente, sorprendentemente, se reduce de manera significativa. De manera preferente, la eficacia del gas barrera, que es el porcentaje de la mezcla gaseosa arrastrada, escapada del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través de la salida del recipiente, que puede ser desplazada por el gas barrera, es, como mínimo, del 75 %, de manera más preferente, como mínimo, del 85 %, de manera aún más preferente, como mínimo, del 90 % y, de la manera más preferente, más del 95 %.

El procedimiento de la presente invención, de manera preferente, comprende, además, la etapa de recuperar el gas de la parte superior del recipiente de salida y el retorno de dicho gas al reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través del tubo de gas de retorno. El gas de retorno comprende, de manera preferente, la mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero y el gas barrera. De manera opcional, el gas de retorno puede comprender, además, gas de descarga que se utilizó para mejorar el transporte del material polimérico desde el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos al recipiente de salida.

Tratamiento después del reactor

Cuando el material polimérico se ha recuperado del recipiente de salida a través de la salida del recipiente, se puede someter a etapas de procedimiento para retirar los hidrocarburos residuales del material polimérico. Dichos procedimientos son bien conocidos en la técnica y pueden incluir etapas de reducción de la presión, etapas de purga, etapas de extracción por arrastre, etapas de extracción y así sucesivamente. También son posibles combinaciones de diferentes etapas.

En general, el material polimérico se puede recuperar del recipiente de salida a través de la salida del recipiente de forma intermitente o continua. Es preferente recuperar el material polimérico de forma continua.

Según un posible procedimiento, una parte de los hidrocarburos se retira del polvo de polímero mediante la reducción de la presión. El polvo, a continuación, se pone en contacto con vapor de agua a una temperatura de 90 ºC a 110 ºC durante un periodo de 10 minutos a 3 horas. A continuación, el polvo se purga con un gas inerte, tal como nitrógeno, durante un período de 1 minuto a 60 minutos a una temperatura de 20 ºC a 80 ºC.

Según otro posible procedimiento, el polvo de polímero se somete a una reducción de la presión, tal como se ha descrito anteriormente. A continuación, se purga con un gas inerte, tal como nitrógeno, durante un periodo de 20 minutos a 5 horas a una temperatura de 50 ºC a 90 ºC. El gas inerte puede contener del 0,0001 % al 5 %, de manera preferente, del 0,001 % al 1 %, en peso de los componentes para desactivar el catalizador contenido en el material polimérico, tal como vapor de agua.

Las etapas de purga se llevan a cabo, de manera preferente, de manera continua en un lecho móvil en reposo. El material polimérico se mueve hacia abajo como un flujo de pistón y el gas de purga, que se introduce en la parte inferior del lecho, fluye hacia arriba.

Los procedimientos adecuados para la retirada de hidrocarburos a partir de material polimérico se dan a conocer en las Patentes WO-A-02/088194, EP-A-683176, EP-A-372239, EP-A-47077 y GB-A-1272778.

Mediante el procedimiento, según la presente invención, la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada, tal como hidrocarburos sin reaccionar, en el polvo de polímero se reduce de manera significativa, de manera que las etapas de purga descritas anteriormente se pueden reducir de manera significativa o incluso se puede evitar completamente.

Después de la retirada opcional de los hidrocarburos residuales, el material polimérico se mezcla, de manera preferente, con aditivos, tal como es bien conocido en la técnica. Entre dichos aditivos se incluyen antioxidantes, estabilizadores del procedimiento, neutralizadores, agentes lubricantes, agentes de nucleación, pigmentos y así sucesivamente.

Las partículas de polímero se mezclan con los aditivos y se extruyen en gránulos, tal como se conoce en la técnica. De manera preferente, se utiliza una extrusora de doble husillo con contrarotación para la etapa de extrusión. Dichas extrusoras son fabricadas, por ejemplo, por Kobe y Japan Steel Works. Un ejemplo adecuado de dichas extrusoras se da a conocer en la Patente EP-A-1600276.

Aparato

El aparato, según la presente invención, comprende un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, un recipiente de salida y un tubo de alimentación que conecta el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos con la parte superior del recipiente de salida.

De este modo, el aparato es adecuado para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, según el procedimiento de la presente invención, en todas las realizaciones que se han descrito anteriormente.

De manera preferente, la superficie de polvo en el recipiente de salida se establece por un tubo de inmersión que se extiende desde el tubo de alimentación al interior de la parte central del recipiente de salida y la superficie de polvo se establece en el extremo inferior del tubo de inmersión.

De este modo, el extremo inferior del tubo de inmersión está situado dentro de la parte central del recipiente de salida, de manera que se cumple el siguiente criterio:

$$R''' = W/L = 0{,}1 \text{ a } 0{,}5;$$

en el que W = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el extremo inferior del tubo de inmersión; y L = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y la salida del recipiente equivalente a la longitud vertical total del recipiente de salida. W se mide, de este modo, desde el extremo inferior del tubo de inmersión en dirección vertical y L se mide desde la salida del recipiente en dirección vertical.

R''' está, de manera preferente, en el intervalo de 0,2 a 0,5, de manera más preferente, de 0,3 a 0,5 y, de la manera más preferente, de 0,35 a 0,45.

La superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2{,}0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1{,}0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida. X se mide, de este modo, desde el punto de inyección del gas barrera en dirección vertical e Y se mide desde la salida del recipiente en dirección vertical. D es el diámetro efectivo de la parte principal del recipiente de salida.

R'' es, de manera preferente, como mínimo, 1,0, de manera más preferente, como mínimo, 1,2 y, de la manera más preferente, como mínimo, 1,5. El límite superior de R'' normalmente no es superior a 3,0, de manera preferente, no superior a 2,5 y, de la manera más preferente, no superior a 2,0.

R' es, de manera preferente, no superior a 1,8, de manera más preferente, no superior a 1,5, de manera aún más preferente, no superior a 1,2 y, de la manera más preferente, no superior a 1,0. El límite inferior de R' es normalmente, como mínimo, 0,01, de manera preferente, como mínimo, 0,1 y, de la manera más preferente, como mínimo, 0,35.

El aparato, de manera preferente, comprende, además, un tubo de gas de retorno que conecta la parte superior del

recipiente de salida y el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos.

Utilización

La presente invención se refiere, además, a la utilización del aparato de la presente invención para la polimerización de homopolímeros o copolímeros de alfa-olefina que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono.

Además, la presente invención se refiere a la utilización de aparato del aparato de la presente invención para aumentar la eficacia del gas barrera del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, como mínimo, hasta el 75 %, de manera más preferente, como mínimo, el 85 %, de manera aún más preferente, como mínimo, el 90 % y, de la manera más preferente, más del 95 %.

De este modo, para ambas utilizaciones, el aparato y el procedimiento incluyen todas las realizaciones, tal como se han descrito anteriormente.

Ventajas de la invención

Al situar la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera en el recipiente de salida, según los criterios de R' y R", la cantidad de mezcla gaseosa arrastrada en el polvo de polímero extraído del recipiente de salida a través de la salida del recipiente, sorprendentemente, se reduce de manera significativa.

Se obtiene un flujo de polímero continuo en el recipiente de salida en condiciones de flujo en masa sin burbujeo del gas barrera, formación de pasta y canalización (por ejemplo, flujo de gas por las paredes, flujo ascendente y descendente de gas).

Como consecuencia, el tratamiento posterior al reactor descrito anteriormente se puede reducir de manera significativa o incluso se puede evitar completamente, lo cual da lugar a la reducción de los costes de funcionamiento y a una mejora de la calidad del producto.

Figuras

(1) Reactor de lecho fluidizado
(2) Recipiente de salida (para añadir en la figura 2)
(3) Placa de distribución (reactor de lecho fluidizado con placa de distribución)
(4) Tubo de alimentación (para modificar en la figura 2)
(5) Tubo de inmersión (para añadir en ambas figuras)
(6) Entrada de gas
(8) Punto de inyección del gas de barrera
(9) Entrada del catalizador
(10) Zona de desacoplamiento (reactor de lecho fluidizado con placa de distribución)
(11) Salida de gas (para añadir en la figura 2)
(12) Filtro de sólidos (reactor de lecho fluidizado con placa de distribución)
(13) Medios para presurizar
(14) Medios para enfriar
(15) Zona inferior (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)
(16) Zona central (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)
(17) Zona superior (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)
(19) Tubo de gas de retorno
(20) Salida del recipiente
(21) Medios de separación de gases y sólidos (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)
(22) Tubería para el procesamiento aguas abajo (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)
(23) Tubería para el retorno de sólidos (reactor de lecho fluidizado sin placa de distribución)

En las figuras 1 a 2, se muestra adicionalmente el conjunto de reactor, según la presente invención, para el procedimiento y el aparato para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos.

El conjunto de reactor incluye un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, que se muestra mediante un reactor de lecho fluidizado (1) y un recipiente de salida (2) que está adyacente al reactor de lecho fluidizado (1).

El monómero, de manera opcional, el comonómero, ciertos componentes del catalizador y/o un agente controlador del crecimiento de la cadena o agente de transferencia de cadena y/o gas de fluidización entran en el reactor de lecho fluidizado (1) a través de la entrada (6) en la parte inferior del reactor de lecho fluidizado (1) formando, de este modo, el gas de reacción. Estas corrientes también se pueden introducir en el reactor de lecho fluidizado (1) a través de entradas separadas (6) en el extremo inferior del reactor de lecho fluidizado (1).

La figura 1 está relacionada con una realización en la que el reactor de lecho fluidizado comprende una placa de distribución. El gas de reacción entra en el reactor de fluidificación (1) a través de la placa de distribución (3). El catalizador o el prepolímero que contiene el catalizador de una etapa de reacción anterior entra en el reactor de lecho fluidizado (1) a través de una entrada separada (9) en la pared lateral a la altura de la zona de reacción del reactor de lecho fluidizado. En esta realización, el reactor de lecho fluidizado (1) es de forma cilíndrica.

En el reactor de lecho fluidizado (1), se genera un lecho fluidizado de partículas catalíticas y se mantiene en la zona de reacción en la que se forman partículas además del material polimérico debido a la reacción de polimerización. En la parte superior del reactor de lecho fluidizado (1) las partículas de polímero se separan del gas en una zona de desacoplamiento (10). El gas sale del reactor de lecho fluidizado (1) a través de la salida de gas (11) en el extremo superior del reactor de lecho fluidizado (1). El gas se puede separar de partículas de polímero opcionales en el filtro de sólidos (12), se vuelve a presurizar (13), se enfría (14), de manera opcional, se recicla y, a continuación, se recircula a la entrada del gas (6) del reactor de lecho fluidizado (1).

Una parte de las partículas de polímero salen del reactor de lecho fluidizado a través de una salida de polímero y se transfieren a la parte superior del recipiente de salida adyacente (2) a través del tubo de alimentación (4). El tubo de alimentación se extiende al interior de la parte central del recipiente de salida (2) mediante un tubo de inmersión (5). En el recipiente de salida (2), las partículas forman un lecho de partículas de polímero sedimentadas que se mueven lentamente hacia abajo en una corriente más o menos de pistón hacia la salida en la parte inferior del recipiente de salida (2). La superficie de polvo se establece en el extremo inferior del tubo de inmersión (5) en la parte central del recipiente de salida (2). El gas barrera (es decir, el gas reciclado, diluyente o gas inerte) entra en el recipiente de salida (2) a través del punto de inyección del gas barrera (8) en la pared lateral del recipiente de salida (2). En el lecho de partículas de polímero no se forma ningún material polimérico adicional, ya que no hay reacción de polimerización.

El punto de inyección del gas barrera (8) y el extremo inferior del tubo de inmersión (5) están situados en el recipiente de salida (2), de manera que se cumplen las proporciones reivindicadas de R' y R".

Una gran parte del gas barrera alimentado en el recipiente de salida a través del punto de inyección del gas barrera (8), así como el gas o gases desplazados que se han transferido desde el reactor de lecho fluidizado (1) a través del tubo de alimentación (4) se retiran del recipiente de salida (2) a través del tubo de gas de retorno (19). Las partículas de polímero se retiran de la parte inferior del recipiente de salida (2) a través de la salida del recipiente (20) y se procesan adicionalmente.

En la figura 2, en relación con una realización en la que el reactor de lecho fluidizado no comprende una placa de distribución, el reactor de lecho fluidizado tiene una zona inferior en forma de cono (15), una zona central en forma cilíndrica (16) y una zona superior en forma de cono (17). En esta realización, el reactor de lecho fluidizado tiene una entrada (6) para el gas de reacción ubicada en la zona inferior (15). La entrada o entradas (9) para el catalizador o el prepolímero que contiene catalizador de una etapa de reacción anterior están situadas en la zona central (16) del reactor de lecho fluidizado (1).

Desde la parte superior de la zona superior (17), se extraen el gas y, de manera opcional, las partículas de polímero. Las partículas de polímero se separan del gas en los medios de separación de gases y sólidos (21) y se procesan posteriormente (22) o se vuelven a introducir en el reactor de lecho fluidizado (1) a través de la entrada (23). El gas se puede presurizar (13), enfriar (14), de manera opcional, reciclar y, a continuación, se puede recircular a la entrada del gas (6) del reactor de lecho fluidizado (1).

Ejemplos

Ejemplo 1 (referencia)

En este ejemplo, la superficie de polvo en el recipiente de salida se establece en el extremo inferior de un tubo de inmersión que se extiende desde el tubo de alimentación al recipiente de salida. El diámetro del tubo de inmersión fue igual a 50 mm y la distancia entre la parte superior del recipiente de salida (es decir, el extremo del tubo de alimentación) y el extremo inferior del tubo de inmersión fue igual a 400 mm. La utilización del tubo de inmersión contribuía principalmente al establecimiento de un lecho de polvo estable en el recipiente de salida con una altura constante durante el funcionamiento de la unidad sin perturbaciones/oscilaciones (es decir, el vaciado y el llenado periódico del recipiente de salida). El caudal de polvo de polímero se seleccionó para que fuera de 200 kg/h y la distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera fue de 130 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente de salida fue de 500 mm. El caudal del gas barrera se fijó para que fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 56 %.

Ejemplo 2 (referencia)

En este ejemplo, se seleccionaron la misma configuración del recipiente de salida y el caudal de polvo que en el ejemplo 1. La distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera fue de 460 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente de salida fue de 170 mm. El caudal del gas barrera se fijó para que fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 35 %.

Ejemplo 3 (según la presente invención)

En este ejemplo, se seleccionaron la misma configuración del recipiente de salida y el caudal de polvo que en el ejemplo. La distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera fue de 230 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente de salida fue de 400 mm. El caudal del gas barrera se fijó para que fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 98 %.

Ejemplo 4 (referencia)

En este ejemplo, se ha cambiado la configuración del recipiente de salida utilizado en los ejemplos anteriores. De manera más específica, se eliminó el tubo de inmersión y se introdujo el polvo en el recipiente de salida a través del tubo de alimentación situado en la parte superior del recipiente de salida. La distancia entre la parte superior del recipiente de salida (es decir, el extremo del tubo de alimentación) y el punto de inyección del gas barrera fue de 630 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y el punto del extremo del recipiente de salida fue de 400 mm. Se fijó que el caudal del gas barrera fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Desde el inicio del funcionamiento, no fue posible establecer un lecho en flujo constante de sólidos. En otras palabras, la superficie de polvo establecida del material polimérico descargado dentro del recipiente de salida estaba en una posición variable (es decir, aumenta y disminuye siguiendo un comportamiento caótico) con respecto a la altura del recipiente de salida, de este modo, el nivel de polvo en el recipiente de salida era fuertemente oscilante, lo que conducía a un vaciado y llenado periódico del recipiente de salida. Además, el caudal del polímero en la salida del recipiente de salida no fue constante y se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 23 %.

Ejemplo 5 (referencia)

En este ejemplo, se utilizó la configuración del recipiente de salida utilizada en el ejemplo 4. La distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el punto de inyección del gas barrera fue de 860 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y el punto del extremo del recipiente de salida fue de 170 mm. Se fijó que el caudal del gas barrera fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Desde el inicio del funcionamiento, no fue posible establecer un lecho en flujo constante de sólidos.

En otras palabras, la superficie de polvo establecida del material polimérico descargado dentro del recipiente de salida estaba en una posición variable (es decir, aumenta y disminuye siguiendo un comportamiento caótico) con respecto a la altura del recipiente de salida, de este modo, el nivel de polvo en el recipiente de salida era fuertemente oscilante, lo que conducía a un vaciado y llenado periódico del recipiente de salida. Además, el caudal del polímero en la salida del recipiente de salida no fue constante y se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 19 %.

Ejemplo 6 (referencia)

En este ejemplo, se utilizó la configuración del recipiente de salida utilizada en el ejemplo 4. La distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el punto de inyección del gas barrera fue de 530 mm, mientras que la distancia entre el punto de inyección del gas barrera y el punto del extremo del recipiente de salida fue de 500 mm. Se fijó que el caudal del gas barrera fuera igual al de los gases que son arrastrados por el material polimérico (~ 120 l/h). Desde el inicio del funcionamiento, no fue posible establecer un lecho en flujo constante de sólidos. En otras palabras, la superficie de polvo establecida del material polimérico descargado dentro del recipiente de salida estaba en una posición variable (es decir, aumenta y disminuye siguiendo un comportamiento caótico) con respecto a la altura del recipiente de salida, de este modo, el nivel de polvo en el recipiente de salida era fuertemente oscilante, lo que conducía a un vaciado y llenado periódico del recipiente de salida. Además, el caudal del polímero en la salida del recipiente de salida no fue constante y se midió que la eficacia de la barrera (determina el porcentaje de los gases arrastrados que pueden ser desplazados por el gas barrera) fue igual al 21 %.

Tabla 1: resumen de los ejemplos

Ejemplos	Caudal de polvo [kg/h]	Caudal del gas barrera [l/h]	*R'*	*R''*	Eficacia del gas barrera [%]	Funcionamiento
#1	200	120	0,26	0,87	56	Regular
#2	200	120	2,70	3,10	35	Regular
#3	200	120	0,58	1,55	98	Regular
#4	200	120	nd*	nd*	23	Inestable
#5	200	120	nd*	nd*	19	Inestable
#6	200	120	nd*	nd*	21	Inestable

nd*: no medida debido al comportamiento oscilante severo del nivel de polvo en el recipiente de salida

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la retirada de material polimérico de un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, en el que el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos está conectado a la parte superior de un recipiente de salida a través de un tubo de alimentación, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

(i) descargar material polimérico del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través del tubo de alimentación al interior del recipiente de salida;
(ii) establecer una superficie de polvo de material polimérico descargado dentro del recipiente de salida en una sección de la parte central del recipiente de salida;
(iii) inyectar gas barrera a través de un punto de inyección del gas barrera en una sección de la parte inferior del recipiente de salida por debajo de la superficie de polvo;
(iv) recuperar el material polimérico del recipiente de salida a través de una salida del recipiente en una sección por debajo del punto de inyección del gas barrera;

en el que el material polimérico se selecciona entre homopolímeros o copolímeros de alfa-olefinas que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono,
caracterizado por que
la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2{,}0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1{,}0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la superficie de polvo se establece mediante la extensión del tubo de alimentación al interior de la parte central del recipiente de salida para formar un tubo de inmersión y la superficie de polvo se establece en el extremo inferior del tubo de inmersión.

3. Procedimiento, según la reivindicación 2, en el que el extremo inferior del tubo de inmersión está situado dentro de la parte central del recipiente de salida, de manera que se cumple el siguiente criterio:

$$R''' = W/L = 0{,}1 \text{ a } 0{,}5;$$

en el que W = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el extremo inferior del tubo de inmersión; y L = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y la salida del recipiente equivalente a la longitud vertical total del recipiente de salida.

4. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material polimérico se descarga del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos con una velocidad, como mínimo, de 5 cm/s.

5. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la proporción del caudal del gas barrera con respecto al caudal de la mezcla gaseosa arrastrada en el material polimérico recuperado en la etapa (iv) en base volumétrica es de 0,5 a 2,5, de manera más preferente, de 0,8 a 2,0, de manera incluso más preferente, de 1,0 a 1,8 y, en particular, de 1,0 a 1,5.

6. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende, además, la etapa de recuperar el gas de la parte superior del recipiente de salida y retornar dicho gas al reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través del tubo de gas de retorno.

7. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el gas barrera se selecciona entre gas inerte o gas de fluidización.

8. Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la eficacia del gas barrera, siendo el porcentaje de la mezcla gaseosa arrastrada, escapada del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos a través de la salida del recipiente, que puede ser desplazada por el gas barrera, es, como mínimo, del 75 %.

9. Aparato para retirar de forma continua material polimérico, que comprende
un reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, un recipiente de salida y un tubo de alimentación que conecta el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos con la parte superior del recipiente de salida, en el que el recipiente de salida comprende

medios para establecer una superficie de polvo de material polimérico descargado dentro del recipiente de salida en una sección de la parte central del recipiente de salida;
un punto de inyección del gas barrera en una sección de la parte inferior del recipiente de salida por debajo de la superficie de polvo, y
una salida del recipiente en una sección por debajo del punto de inyección del gas barrera;
caracterizado por que
la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera están situados en el recipiente de salida, de manera que se cumplen los siguientes criterios:

$$R' = X/Y \leq 2{,}0;$$

y

$$R'' = X/D \geq 1{,}0;$$

en los que X = distancia entre la superficie de polvo y el punto de inyección del gas barrera; Y = distancia entre el punto de inyección del gas barrera y la salida del recipiente; y D = diámetro equivalente del recipiente de salida.

10. Aparato, según la reivindicación 9, en el que los medios para establecer la superficie de polvo comprenden un tubo de inmersión que se extiende desde el tubo de alimentación al interior de la parte central del recipiente de salida y la superficie de polvo se establece en el extremo inferior del tubo de inmersión.

11. Aparato, según la reivindicación 10, en el que el extremo inferior del tubo de inmersión está situado dentro de la parte central del recipiente de salida, de manera que se cumple el siguiente criterio:

$$R''' = W/L = 0{,}1 \text{ a } 0{,}5;$$

en el que W = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y el extremo inferior del tubo de inmersión; y L = distancia entre la parte superior del recipiente de salida y la salida del recipiente equivalente a la longitud vertical total del recipiente de salida.

12. Aparato, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, que comprende, además, un tubo de gas de retorno que conecta la parte superior del recipiente de salida y el reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos.

13. Utilización de un aparato, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, para la polimerización de homopolímeros o copolímeros de alfa-olefinas que tienen unidades monoméricas de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono.

14. Utilización de un aparato, según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, para aumentar la eficacia del gas barrera del reactor de polimerización de olefinas con gases y sólidos, como mínimo, hasta el 75 %.

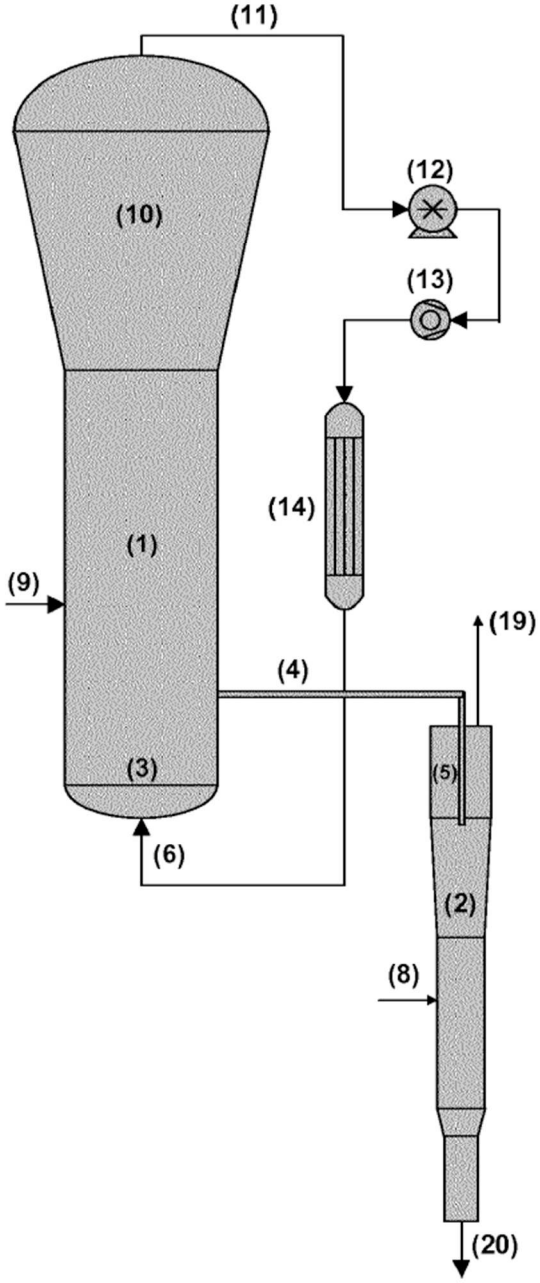

Figura 1

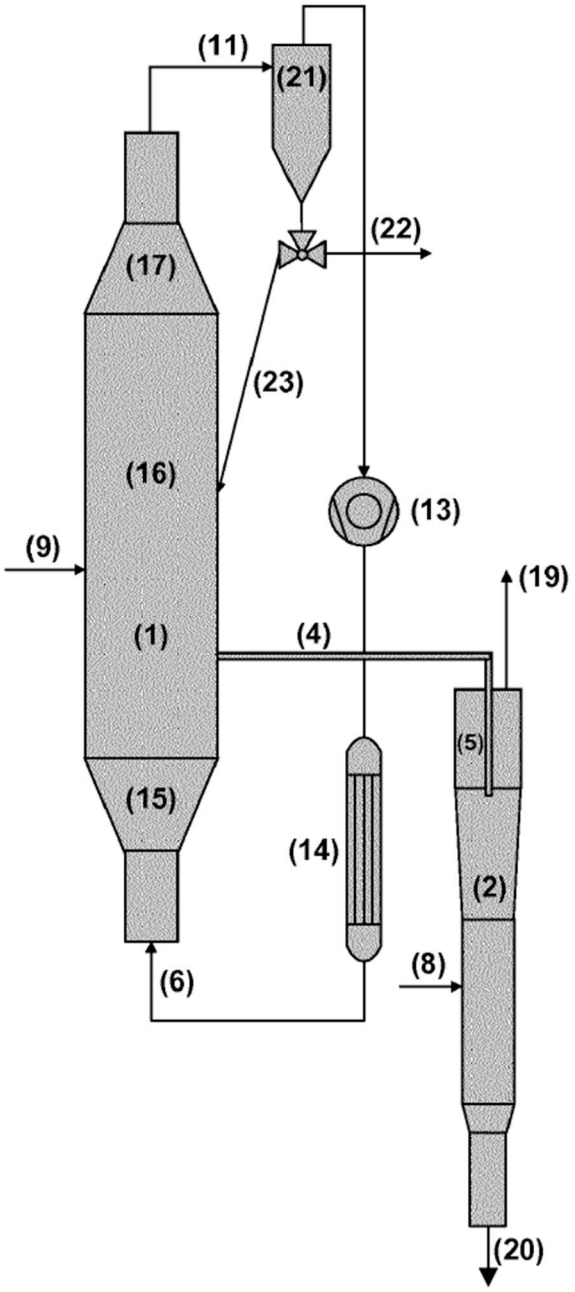

Figura 2

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

Esta lista de referencias citada por el solicitante es únicamente para mayor comodidad del lector. No forman parte del documento de la Patente Europea. Incluso teniendo en cuenta que la compilación de las referencias se ha efectuado con gran cuidado, los errores u omisiones no pueden descartarse; la EPO se exime de toda responsabilidad al respecto.

Documentos de patentes citados en la descripción

- WO 0029452 A
- EP 2330135 A
- EP 2594333 A
- EP 688794 A
- WO 9951646 A
- WO 0155230 A
- WO 2005118655 A
- EP 810235 A
- WO 2003106510 A
- WO 9532994 A
- US 4107414 A
- US 4186107 A
- US 4226963 A
- US 4347160 A
- US 4382019 A
- US 4435550 A
- US 4465782 A
- US 4472524 A
- US 4473660 A
- US 4522930 A
- US 4530912 A
- US 4532313 A
- US 4560671 A
- US 4657882 A
- US 4581342 A
- EP 45976 A
- EP 45977 A
- EP 1538167 A
- WO 9512622 A
- WO 9632423 A
- WO 9728170 A
- WO 9832776 A
- WO 9961489 A
- WO 03010208 A
- WO 03051934 A
- WO 03051514 A
- WO 2004085499 A
- EP 1752462 A
- EP 1739103 A
- WO 9212182 A
- WO 9618662 A
- EP 1415999 A
- WO 9858976 A
- EP 887380 A
- WO 9858977 A
- EP 1860125 A
- GB 1580635 A
- US 4582816 A
- US 3405109 A
- US 3324093 A
- EP 479186 A
- US 5391654 A
- EP 2495037 A
- EP 2495038 A
- WO 02088194 A
- EP 683176 A
- EP 372239 A
- EP 47077 A
- GB 1272778 A
- EP 1600276 A