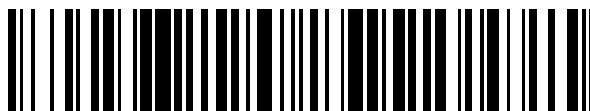


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 788 060**

51 Int. Cl.:

G05B 13/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.09.2006 PCT/US2006/036849**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.03.2008 WO08036093**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.09.2006 E 06815115 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020 EP 2067079**

54 Título: **Método de control de propiedades en sistemas multimodales**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.10.2020

73 Titular/es:
**UNION CARBIDE CHEMICALS & PLASTICS
TECHNOLOGY LLC (100.0%)
2020 DOW CENTER
MIDLAND, MI 48674, US**

72 Inventor/es:
**PARRISH, JOHN, R. y
NELSON, MARK, L.**

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 788 060 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

Método de control de propiedades en sistemas multimodales

Campo de la invención

5 La invención se relaciona, en general, con sistemas de polimerización y métodos de control de los procedimientos de polimerización de olefinas. Más en particular, los métodos se relacionan con métodos de control que compensan interacciones dinámicas en sistemas que tienen dos o más componentes.

Antecedentes de la invención

10 Cambiar de un grado de polímero a otro requiere un período de transición para que un reactor de polimerización cambie a nuevas especificaciones de resina y correspondientes condiciones de proceso, tales como temperatura de reacción, reactivos y proporciones de reactivos. Durante la transición de un producto a otro, se produce material polimérico fuera de grado que no tiene la propiedad de flujo de resina deseada (por ej., índice de fusión), la densidad u otra propiedad del producto inicial o del producto diana deseado. Además, una operación de polimerización que opere en condiciones de "estado estacionario" puede sufrir variaciones que pueden dar lugar a la producción de material polimérico fuera de grado, que puede llevar a pérdida de ingresos y a que el reactor deje de funcionar. Dado que el material polimérico fuera de grado presenta una pérdida económica, es deseable minimizar el período de tiempo durante el cual un reactor produce dicho material y la cantidad de material que se produce.

15 Se han descrito una serie de métodos para reducir el material polimérico fuera de grado transitorio. Dichos métodos han conllevado la alimentación de un retardador de la polimerización o un veneno del catalizador (por ej., CO₂, O₂) en el reactor, el ajuste de la composición del gas de reacción, de la temperatura y posiblemente de la presión a nuevos valores, la eliminación de los gases reactivos del reactor, la reducción de la velocidad de alimentación del catalizador y/o la adición de un gas no reactivo, tal como nitrógeno, entre otras acciones correctivas.

20 El documento US5,687,090 (Chen et al) describe un método de control de un proceso para producir un polímero en al menos un reactor que comprende calcular un primer valor de al menos una propiedad de un primer componente polimérico usando un modelo matemático para el primer componente polimérico producido mediante n primer catalizador o bajo un primer conjunto de condiciones de reacción.

A pesar de los enfoques existentes para limitar el material fuera de grado, hay una necesidad y un deseo continuos de proporcionar un procedimiento más efectivo y eficaz para reducir la cantidad de material polimérico fuera de grado producido durante la transición a un nuevo producto o como resultado de una fluctuación durante la fabricación en estado estacionario.

30 Compendio de la invención

La invención se dirige a un sistema de polimerización y a un método de control de las propiedades de resina durante la producción de composiciones poliméricas bimodales y multimodales manipulando una o varias variables del procedimiento para minimizar las desviaciones dinámicas con respecto a las características deseadas del polímero. En realizaciones particulares, el método de control incluye determinar una propiedad de la resina en base a valores o estimaciones o variables del procedimiento o características del polímero actuales y/o anteriores. De este modo, las acciones de control sirven para reducir los desajustes del proceso o facilitar la transición a un nuevo producto o grado para reducir la cantidad de material de resina fuera de grado producido durante la transición o durante la fabricación en estado estacionario.

40 Por lo tanto, en un aspecto, las realizaciones de la invención prueban un método de control de un procedimiento para producir un polímero de olefina en al menos un reactor. Las realizaciones del método incluyen (a) calcular un primer valor de al menos una propiedad de un primer componente polimérico usando un modelo matemático para el primer componente polimérico producido por un primer catalizador o bajo un primer conjunto de condiciones de reacción; (b) calcular un segundo valor de la al menos una propiedad de un segundo componente polimérico usando un modelo matemático para el segundo componente polimérico producido por un segundo catalizador o bajo un primer conjunto de condiciones de reacción; (c) determinar la velocidad relativa de producción del primer y segundo componentes poliméricos; (d) calcular un valor medio general de la al menos una propiedad usando un modelo matemático para la composición promediada general; (e) ajustar una o más condiciones de reacción, afectando así un valor instantáneo de la al menos una propiedad de al menos uno del primer o segundo componentes poliméricos o afectando la velocidad de producción de al menos uno del primer o segundo componentes poliméricos para mover el valor medio general hacia un valor de punto de ajuste deseado.

45 Algunas realizaciones del método incluyen opcionalmente determinar un factor de sesgo o actualización a partir del proceso estimado o calculado y de las condiciones de resina y una medición de laboratorio o instrumental independiente. En algunas de dichas realizaciones, el primer valor de la al menos una propiedad es un valor instantáneo. Más en particular, algunos métodos también incluyen opcionalmente ajustar el modelo matemático para el primer componente polimérico usando el factor de actualización determinado o derivado de los datos empíricos. En algunas realizaciones, el segundo valor de la al menos una propiedad es un valor instantáneo. Cuando el segundo

valor de la al menos una propiedad es un valor instantáneo, algunos métodos incluyen opcionalmente ajustar el modelo matemático para el segundo componente polimérico usando el factor de actualización determinado o derivado de los datos empíricos.

5 Realizaciones particulares del método incluyen ajustar opcionalmente el modelo matemático para la velocidad de producción usando el factor de actualización para correlacionar propiedades con datos empíricos. Otras realizaciones incluyen ajustar opcionalmente el modelo matemático para el valor medio general de la al menos una propiedad usando el factor de actualización para correlacionar el valor medio general con los datos empíricos. En otras realizaciones, se ajustan tanto los modelos para la velocidad de producción como el valor medio general de la al menos una propiedad. En una realización particular, el factor de actualización ajusta, o bien el modelo instantáneo, o bien el valor medio general, aplicando el factor de actualización al modelo de regla de mezcla.

10 Las realizaciones de la invención se dirigen a un método de control de un procedimiento para producir una composición polimérica que incluye (a) determinar un volumen existente de una composición polimérica; (b) calcular un primer valor instantáneo de una propiedad y la velocidad de producción de un primer componente polimérico usando un modelo matemático en un primer tiempo; (c) calcular un segundo valor instantáneo de la propiedad y la velocidad de producción de un segundo componente polimérico usando un modelo matemático en un primer tiempo; (d) calcular un valor medio de lecho de la propiedad de la composición polimérica que comprende el primer componente polimérico y el segundo componente polimérico a partir del primer y segundo valores instantáneos calculados en (a), (b), y el volumen existente en base a un conjunto de reglas de mezcla en el primer tiempo, t_1 ; y (e) implementar una acción de control para mover el valor de la propiedad media de lecho hacia un valor deseado de la propiedad media de lecho.

20 En algunas realizaciones, la acción de control incluye afectar al valor instantáneo de la propiedad del primer componente polimérico y/o afectar al valor instantáneo de la propiedad del segundo componente polimérico. Algunas realizaciones incluyen una acción de control que afecta a las velocidades de producción relativas de al menos uno del primer o segundo componentes poliméricos.

25 Cuando se determina o estima la propiedad media de lecho, se puede conseguir calcular el valor medio del lecho de la propiedad por cualquier método adecuado. Uno de tales métodos usa una regla de mezcla según la siguiente fórmula:

$$\hat{P}_{bulk,k}^{\frac{1}{b}} = \frac{R_{1,k} \hat{P}_{1,k}^{\frac{1}{b}} + f_k R_{2,k} \hat{P}_{2,k}^{\frac{1}{b}} + \frac{V_{k-1}}{\Delta t} \hat{P}_{bulk,k-1}^{cor \frac{1}{b}}}{\frac{V_k}{\Delta t} + R_{total,k}}$$

en donde:

- 30 $\hat{P}_{1,k}$ = Propiedad instantánea del primer valor en el tiempo k
 $\hat{P}_{2,k}$ = Propiedad instantánea del segundo valor en el tiempo k
 $\hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}$ = Propiedad general corregida en el tiempo $k-1$
 $\hat{P}_{bulk,k}$ = Propiedad general en el tiempo k
 $R_{1,k}$ = Velocidad de producción del primer valor en el tiempo k
 $R_{2,k}$ = Velocidad de producción del segundo valor en el tiempo k
35 $R_{total,k}$ = Velocidad total descargada
 f_k = Factor de actualización del modelo en el tiempo k
 V_{k-1} = Volumen del polímero total en el tiempo $k-1$
 V_k = Volumen del polímero total en el tiempo k
 Δt = Intervalo de cálculo
40 b = Coeficiente de mezcla

Los métodos aquí descritos pueden aplicarse en sistemas en donde el primer y segundo componentes poliméricos se producen mediante un único sistema catalizador en un sistema de múltiples reactores. En otras realizaciones, el primer y segundo componentes poliméricos se producen mediante un sistema catalizador mixto en un solo reactor. En aún otras realizaciones, el primer componente se produce mediante un primer catalizador y el segundo componente

polimérico se produce mediante un segundo catalizador.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra un esquema de control de procedimiento aquí descrito.

Descripción de las realizaciones de la invención

5 En la siguiente descripción, todos los números aquí descritos son valores aproximados, independientemente de si se usa la palabra "aproximadamente" o "aproximado" en relación con ellos. Pueden variar en un 1%, 2% o 5%, y a veces en un 10 a 20%. Siempre que se describe un intervalo numérico con un límite inferior, $R<L>$, y un límite superior, $R<u>$, se describe específicamente cualquier número que esté dentro del intervalo. En particular, se describen específicamente los siguientes números dentro del intervalo: $R=R<L>+k*(R<u>-R<L>)$, en donde k es una variable que varía del 1% al 100% con un incremento del 1%, es decir, k es 1%, 2%, 3%, 4%, 5%,..., 50%, 51%, 52%,..., 95%, 96%, 97%, 98%, 99% o 100%. Además, también se describe específicamente cualquier intervalo numérico definido por dos números R como se ha definido anteriormente.

10 El término catalizador, tal como se usa aquí, se refiere en general a un sitio catalítico en donde se produce polimerización o a una composición que se sabe que afecta a la polimerización de olefinas. En algunas realizaciones, se usa una composición que tiene dos o más sitios catalíticos. En otras realizaciones, se usan dos o más catalizadores de un solo sitio.

15 Los métodos aquí descritos son generalmente aplicables a procedimientos en donde existe una diferencia de propiedades entre dos componentes de la composición global. Como propiedades adecuadas que se modelan, se incluyen propiedades relacionadas con la distribución del peso molecular. En realizaciones particulares, la primera y segunda propiedades se relacionan con el índice de fusión o el índice de flujo. En otras realizaciones, la primera y segunda propiedades son la frecuencia o densidad de ramificaciones de cadena larga o corta. En otras realizaciones, las propiedades modeladas pueden ser extraíbles con hexano. En realizaciones en donde se aplica la invención a procedimientos de producción de polipropileno, como propiedades adecuadas se incluyen solubles en xileno, contenido en etileno y contenido en caucho.

20 Los métodos aquí descritos son generalmente útiles para una variedad de configuraciones de sistema de reactor. Algunos métodos pueden usarse en un sistema de un solo reactor que emplea un catalizador de múltiples sitios. En otras realizaciones, se pueden usar los métodos para controlar un solo reactor con dos o más catalizadores de un solo sitio. En aún otras realizaciones, se pueden aplicar los métodos aquí descritos a sistemas de múltiples reactores, incluyendo diseños de reactores seriados y paralelos.

25 En la siguiente descripción, se usa un sistema de dos reactores para ejemplificar las características particulares de las realizaciones de la invención. No obstante, el experto en la técnica aprecia fácilmente que se pueden aplicar los métodos aquí descritos más en general a sistemas de múltiples reactores, sistemas que hacen más de dos componentes y sistemas que usan dos o más catalizadores. El experto en la técnica puede aplicar estos siguientes conceptos también a un sistema de un solo reactor que utiliza catalizadores de dos sitios o de múltiples sitios o procedimientos que utilizan dos o más catalizadores o composiciones de catalizadores distintos.

30 Las realizaciones de la invención son llevadas a cabo por un controlador adecuado para un control de resina multimodal. Las realizaciones del control emplean un factor de actualización f_k relacionado con el segundo reactor. Se puede usar este término para corregir o actualizar el modelo en base a la resina en el segundo reactor. En algunas realizaciones, se determina el factor de actualización por medición empírica usando datos de laboratorio y propiedades de resina modeladas. De este modo, las realizaciones de la invención proporcionan un esquema de control que se dirige a las no linealidades inherentes en los sistemas multimodales.

35 Se describe ahora una realización ejemplar de una estrategia de control 100 haciendo referencia a la Figura 1. Se consigue ajustar una o más condiciones de reacción usando un generador de trayectoria 101. Típicamente, se suministra información del punto de ajuste al generador de trayectoria 101 y se calcula la trayectoria del punto de ajuste. Primeramente, se calcula el factor de ajuste como:

$$af_k = \frac{E_k^{SP}}{\Delta t + E_k^{SP}}$$

en donde:

af_k = Factor de ajuste para la propiedad en el tiempo k

E_k^{SP} = Constante temporal de ajuste del punto de ajuste para la propiedad en el tiempo k

50 Δt = Tiempo entre iteraciones

A continuación, se calcula la trayectoria del punto de ajuste en el tiempo $k+1$.

$$TR_{k+1}^{SP} = af_k (TR_k^{SP}) + (1 - af_k) \hat{p}_k^{SP}$$

en donde:

- 5
- TR_{k+1}^{SP} = Trayectoria del punto de ajuste de la propiedad de la resina en el tiempo $k+1$
 - af_k = Factor de ajuste para la propiedad en el tiempo k
 - TR_k^{SP} = Trayectoria del punto de ajuste de la propiedad de la resina en el tiempo k
 - \hat{p}_k^{SP} = Punto de ajuste de la propiedad

Se calculan los rendimientos de la trayectoria de retroalimentación 102 usando las siguientes ecuaciones.

$$Yd_{k+1}^{FB} = \frac{(\hat{p}_{bulk,k}^{cor} - TR_k^{SP})}{1 + \frac{\Delta t}{E_k^{FB}}}$$

10 en donde:

- Yd_{k+1}^{FB} = Trayectoria de retroalimentación en el tiempo $k+1$
- $\hat{p}_{bulk,k}^{cor}$ = Propiedad modelada en el tiempo k , corregida para cualesquiera muestras de laboratorio
- TR_k^{SP} = Trayectoria del punto de ajuste de la propiedad de la resina en el tiempo k
- E_k^{FB} = Constante temporal del ajuste de retroalimentación para la propiedad en el tiempo k
- 15 Δt = Tiempo entre iteraciones

Otras realizaciones incluyen una o más de las siguientes características. Algunas realizaciones de la metodología de control de la invención incluyen un control unidireccional usando entradas unidireccionales 103. Este control aplica un cambio conocido al sesgo del modelo a través de una transición al comienzo de la transición para permitir una mejor predicción y control. Algunos métodos incluyen ajustar la cantidad de error usada en la corrección del sesgo medio del lecho modelado en base a la variación esperada de la medición de laboratorio. Otra característica de algunas realizaciones de la invención es restringir la variable manipulada calculada aplicando una rampa de velocidad (tanto ascendente como descendente) y límites superiores e inferiores. Algunas realizaciones incluyen implementar la constante de ajuste, de tal forma que una constante de ajuste de cero significa que el controlador está disparando para el valor diana de estado estacionario, una constante de ajuste positiva implementa un sobredisparo o un control más agresivo, y un valor negativo implementa un subdisparo o un control menos agresivo. En algunas realizaciones, se usa un ajuste por separado para las transiciones y el estado estacionario. Se puede conseguir este ajuste por separado teniendo una receta maestra que se usa durante la operación del estado estacionario y una receta de transición que se usa durante las transiciones. Otra característica que se puede incluir es incluir factores de retraso temporal y capacidades de filtración de datos para las entradas que se usan en el control y la predicción de propiedad. Cuando se desee, se puede aumentar el control usando controladores basados en la lógica o de lotes además del control continuo antes descrito. Un ejemplo de un control de lotes sería un controlador independiente que abriera una ventilación si la razón de hidrógeno a etileno se hiciera demasiado alta con objeto de hacer que cayera más rápidamente. En realizaciones particulares, las acciones de control intermedio y de control final resultantes se limitan por restricciones del sistema. Por ejemplo, se podría calcular una restricción de temperatura de adhesividad que determinará la temperatura en la que la resina comienza a volverse pegajosa para dar lugar a problemas de continuidad o problemas de fluidez de la resina, y la temperatura recomendada por el controlador continuo estaría restringida si estuviera por encima de esta temperatura de adhesividad. Otras restricciones incluyen límites definidos por el usuario.

40 Con respecto a las propiedades de la resina, se consigue calcular el primer y segundo valor de la al menos una propiedad de la resina a través de un modelo matemático que relaciona la cinética del catalizador y otras propiedades con las condiciones de reacción. Típicamente, al calcular el primer y segundo valor, se calcula la propiedad instantánea usando los modelos de propiedad de resina no lineales 104 para cada componente modal y las condiciones presentes en el tiempo k :

$$\hat{P}_{i,k}^I = f(uc, a_j, \alpha_{i,k})$$

en donde:

$\hat{P}_{i,k}^I$ = Propiedad de resina Instantánea i en el tiempo k

$\alpha_{i,k}$ = Variable del proceso medida i en el tiempo k

5 a_j = Constante de ecuación del modelo j

uc = Constante de actualización o sesgo para el modelo basado en los resultados de laboratorio

10 También se consigue calcular el valor medio general de la al menos una propiedad a través de un modelo matemático. Los modelos preferidos usan una ecuación de regla de mezcla, condiciones instantáneas, condiciones de proceso y las propiedades medias de lecho en la iteración previa (tiempo $k-1$). Aunque se puede usar cualquier regla de mezcla adecuada, las reglas de mezcla particularmente útiles deben ser estables en las condiciones límite y en una amplia gama de condiciones del reactor, ser sensibles al tiempo y ser adecuadas para uso en el cálculo de la acción de control, de forma que la acción de control conozca la naturaleza dependiente del tiempo del sistema. En algunas realizaciones, se usa una regla de mezcla según la siguiente ecuación:

$$\hat{P}_{bulk,k}^{\frac{1}{b}} = \frac{R_{1,k} \hat{P}_{1,k}^{\frac{1}{b}} + f_k R_{2,k} \hat{P}_{2,k}^{\frac{1}{b}} + \frac{V_{k-1}}{\Delta t} \hat{P}_{bulk,k-1}^{cor \frac{1}{b}}}{\frac{V_k}{\Delta t} + R_{total,k}}$$

15 en donde:

$\hat{P}_{1,k}$ = Propiedad instantánea del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k

$\hat{P}_{2,k}$ = Propiedad instantánea del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo k

$\hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}$ = Propiedad general corregida (del reactor 2) en el tiempo $k-1$

$\hat{P}_{bulk,k}$ = Propiedad general (del reactor 2) en el tiempo ' k '

20 $R_{1,k}$ = Velocidad de producción del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k

$R_{2,k}$ = Velocidad de producción del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo k

$R_{total,k}$ = Velocidad total descargada

f_k = Factor de actualización del modelo en el tiempo k

V_{k-1} = Volumen de polímero total en el tiempo $k-1$

25 V_k = Volumen de polímero total en el tiempo k

Δt = Intervalo de cálculo

b = Coeficiente de mezcla

30 Una característica de esta regla de mezcla es que el factor de actualización del modelo f_k se relaciona con las propiedades y la velocidad de producción del segundo reactor. Esto es importante porque determinar, ya sea por medición o por modelación, el producto del segundo reactor es inherentemente más difícil. Por lo tanto, es beneficioso aplicar la corrección en este punto.

35 En los cálculos de control, se usan los resultados de los cálculos del generador de trayectoria como entrada para los cálculos de control 104, en donde se determinan los puntos de ajuste de la variable manipulada y se pasan al controlador básico 105. Para el caso en que se está usando la velocidad de producción del componente modal para controlar la propiedad de la resina, se usa la siguiente ecuación:

$$R_{2,k+1}^{SP} = \frac{R_{1,k} \left(\hat{P}_{1,k}^{-\frac{1}{b}} - Yd_{k+1}^{-\frac{1}{b}} \right) + \frac{V_k}{\Delta t} \left(\hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}^{-\frac{1}{b}} - Yd_{k+1}^{-\frac{1}{b}} \right)}{Yd_{k+1}^{-\frac{1}{b}} - f_k \hat{P}_{2,k}^{-\frac{1}{b}}}$$

en donde:

- $R_{2,k+1}^{SP}$ = Punto de ajuste de la velocidad de producción del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo k
- $R_{1,k}$ = Velocidad de producción del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k
- 5 $\hat{P}_{1,k}$ = Propiedad instantánea del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k
- Yd_{k+1} = Trayectoria final en el tiempo $k+1$
- V_k = Volumen de polímero total en el tiempo k
- Δt = Intervalo de cálculo
- $\hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}$ = Propiedad general corregida (del reactor 2) en el tiempo $k-1$
- 10 $\hat{P}_{2,k}$ = Propiedad instantánea del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo k
- f_k = Factor de actualización del modelo para las propiedades del segundo reactor en el tiempo k
- b = Coeficiente de mezcla

Para el caso en que se está usando una variable de control del reactor diferente para controlar la resina, se calcula primeramente la propiedad instantánea diana.

$$\hat{P}_{2,k+1}^{SP}^{-\frac{1}{b}} = \frac{Yd_{k+1}^{-\frac{1}{b}} \left(\frac{V_k}{\Delta t} + R_{1,k} + R_{2,k} \right) - R_{1,k} \hat{P}_{1,k}^{-\frac{1}{b}} - \frac{V_{k-1}}{\Delta t} \hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}^{-\frac{1}{b}}}{f_k R_{2,k}}$$

15

en donde:

- $\hat{P}_{2,k+1}^{SP}$ = Punto de ajuste de la propiedad instantánea del segundo valor (reactor 2) en el tiempo $k+1$
- Yd_{k+1} = Trayectoria final en el tiempo $k+1$
- V_k = Volumen de polímero total (en el reactor 2) en el tiempo k
- 20 V_{k-1} = Volumen de polímero total (en el reactor 2) en el tiempo $k-1$
- Δt = Intervalo de cálculo
- $R_{1,k}$ = Velocidad de producción del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k
- $R_{2,k}$ = Velocidad de producción del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo k
- $\hat{P}_{1,k}$ = Propiedad instantánea del primer valor (del reactor 1) en el tiempo k
- 25 f_k = Factor de actualización del modelo para las propiedades del segundo reactor en el tiempo k
- $\hat{P}_{bulk,k-1}^{cor}$ = Propiedad general corregida (del reactor 2) en el tiempo $k-1$

Después de calcular la propiedad de la resina instantánea, se invierte el modelo de la propiedad de la resina específico para determinar el punto de ajuste de la variable manipulada. En casos en que se están controlando múltiples propiedades, el controlador desacopla una acción de control conflictiva.

30 En realizaciones particulares de la metodología de control, el método determina si los modelos usados para calcular las propiedades de la resina requieren o no algún sesgo o actualización como resultado de muestras de laboratorio

5 disponibles o de mediciones *online*. Opcionalmente, cuando se usa actualización, entonces habría que calcularla en primer lugar. Este sesgo o constante de actualización se basa en una comparación de las propiedades modeladas calculadas así como de los resultados de laboratorio o empíricos obtenidos del proceso 106 (Fig 1). Se comparan los datos del proceso 106 con las propiedades de la resina modeladas o esperadas 107. Se determina la diferencia, o un derivado útil de la misma, en 108, preferiblemente de manera iterativa, en el esquema de control 100. Se usa un error o diferencia o fracción de una diferencia entre los datos del proceso y el valor esperado para determinar la trayectoria de control de retroalimentación 102. Un método para determinar un sesgo o constante de actualización es calcular una propiedad media de lecho modelada corregida en el segundo reactor en el momento de la muestra de laboratorio. Se puede calcular el sesgo o la constante de actualización según la ecuación:

$$\hat{P}_{bulk,ts}^{cor} = \hat{P}_{bulk,ts} + \Delta E$$

10

en donde:

- $\hat{P}_{bulk,ts}$ = La propiedad general modelada en el tiempo de muestra *ts*
- ΔE = Cantidad de error que se ha de usar en actualizar el modelo.
- $\hat{P}_{bulk,ts}^{cor}$ = Propiedad general corregida en el tiempo de muestra *ts*

15 En el caso más simple, la cantidad de error es la diferencia entre el modelo y el laboratorio. En una realización diferente, el error puede ser una fracción de la diferencia entre el modelo y el laboratorio.

En el caso en que se usará la velocidad de producción para uno de los componentes modales para controlar una propiedad de la resina, se puede usar un estimador 109 para calcular el término f_k . También se usa la información medida del proceso 106, en la Fig 1, en el cálculo. Se calcula el término f_k usando la siguiente ecuación:

$$\Delta f_{ts}^f = \frac{\left[\left(\hat{P}_{bulk,ts}^{cor} \right)^{\frac{1}{b}} - \left(\hat{P}_{bulk,ts} \right)^{\frac{1}{b}} \right] (R_{1,ts} + R_{2,ts})}{R_{2,ts} \hat{P}_{2,ts}^{\frac{1}{b}}}$$

20

en donde:

- Δf_{ts}^f = El cambio en el factor de actualización del modelo para la propiedad del segundo reactor en el tiempo de la muestra *ts*
- $\hat{P}_{bulk,ts}^{cor}$ = Propiedad general corregida en el tiempo de la muestra *ts*
- 25 $\hat{P}_{bulk,ts}$ = Propiedad general en el tiempo de la muestra *ts*
- $\hat{P}_{2,ts}$ = Propiedad instantánea del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo *ts*
- $R_{1,ts}$ = Velocidad de producción del primer valor (del reactor 1) en el tiempo de la muestra *ts*
- $R_{2,ts}$ = Velocidad de producción del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo de la muestra *ts*

30 En el caso en que se manipularán otras condiciones del proceso para controlar las propiedades del reactor, también se puede implementar un estimador usando la siguiente metodología. En estos casos, se actualiza el término de la constante de actualización en el término de la propiedad instantánea del componente modal. Con objeto de calcular la nueva constante de actualización, se usa la siguiente serie de ecuaciones.

$$\hat{P}_{2,ts}^{cor} = \left(\frac{\left[\left(\hat{P}_{bulk,ts}^{cor} \right)^{-\frac{1}{b}} - \left(\hat{P}_{bulk,ts} \right)^{-\frac{1}{b}} \right] (R_{1,ts} + R_{2,ts})}{R_{2,ts} f_{ts}} + \hat{P}_{2,ts}^{-\frac{1}{b}} \right)^{-b}$$

$$UC_{ts}^{cor} = g\left(\hat{P}_{bulk,ts}^{cor}\right) - h(T_{ts}, P_{ts}, ratio_{ts}..)$$

en donde:

- $\hat{P}_{2,ts}^{cor}$ = Propiedad instantánea corregida del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo ts
- $\hat{P}_{bulk,ts}^{cor}$ = Propiedad general corregida en el tiempo de la muestra ts
- 5 $\hat{P}_{bulk,ts}$ = Propiedad general en el tiempo de la muestra ts
- $R_{1,ts}$ = Velocidad de producción del primer valor (del reactor 1) en el tiempo de la muestra ts
- $R_{2,ts}$ = Velocidad de producción del segundo valor (del reactor 2) en el tiempo de la muestra ts
- f_{ts} = Factor de actualización del modelo para las propiedades del segundo reactor en el tiempo de la muestra ts
- 10 $\hat{P}_{2,ts}$ = Propiedad instantánea del segundo valor (del reactor 2) antes de corregirla por el valor de laboratorio en el tiempo ts
- UC_{ts}^{cor} = Constante de actualización para la propiedad del reactor 2 tras corregirla por el valor de laboratorio en el tiempo de la muestra ts
- 15 $g()$ = Función de propiedad en el modelo instantáneo (es decir, logarítmico para MI, lineal para solubles en xileno) aplicada a la propiedad instantánea corregida.
- $h()$ = Modelo no lineal no sesgado que relaciona las condiciones del reactor con la propiedad de la resina en el tiempo de la muestra ts

A veces, el controlador incluye dos generadores de trayectoria por separado. Un generador de trayectoria establece una trayectoria para el punto de ajuste de la propiedad. El segundo generador de trayectoria genera una trayectoria de retroalimentación para la diferencia entre el modelo y el punto de ajuste. Esto permite al sistema controlar lo agresivamente que responderá con respecto a un cambio de punto de ajuste independientemente de lo agresivamente que responderá a una actualización procedente de los datos empíricos.

En realizaciones particulares, la metodología de control incluye determinar un sesgo de modelo al inicio de una transición. Algunos de tales métodos incluyen no cambiar el sesgo de modelo al inicio de una transición. Otras realizaciones usan un sesgo de modelo histórico guardado en la receta.

En aún otras realizaciones, el método calcula un sesgo de modelo basado en las condiciones esperadas, o se aplica un cambio relativo en el sesgo del modelo.

Por consiguiente, las realizaciones de los métodos aquí descritos proporcionan una modelación de reacciones poliméricas en redes de reactores y determinación de una o más acciones de control. Realizaciones particulares rastrean las medidas de la propiedad instantánea a través de toda la red de reactores y calculan las distribuciones de propiedades acumulativas resultantes de la mezcla de los diversos componentes de reacción dentro del sistema de reactores.

Habría que entender que los métodos anteriores se ejecutan en un procesador digital de un sistema de ordenador. Típicamente, como sistemas de ordenador adecuados, se incluyen un procesador digital con suficiente memoria funcional, memoria de disco y similares, y periféricos E/S comunes en la técnica, incluyendo, aunque sin limitación, un monitor de visualización, un teclado y un ratón. El procesador digital puede ser un nodo o un servidor en una red de ordenadores.

Preferiblemente, los métodos aquí descritos se ejecutan en la memoria funcional del procesador digital, recibándose la entrada del usuario desde los periféricos E/S y proporcionándose la salida visual en el monitor. Típicamente, también está implicada una base de datos de información/datos del sistema de reactores. La base de datos puede residir

localmente en la memoria o en un disco extraíble o similar. Los diversos módulos de programas pueden compartir la información de la base de datos para el procesamiento respectivo. En la realización preferida, los métodos de control aquí descritos forman parte de una multiplicidad de módulos de programas que por separado o de manera cooperativa modelan, monitorizan y analizan los sistemas de reactores, incluyendo redes de reactores y procesos/reacciones químicas realizados en dichas redes de reactores. Dichas configuraciones informáticas y módulos de programas y arquitecturas están dentro del alcance del experto en la técnica.

Se pueden adaptar los métodos aquí descritos a una variedad de esquemas de reactores y tipos de reacción. En algunas realizaciones, se aplican los métodos de control aquí descritos en un sistema de reactores para una reacción de polimerización en fase gaseosa continua en un reactor de lecho agitado o fluidizado, o para un proceso de polimerización en solución. El sistema de reactores incluye mecanismos para alterar la temperatura de reacción y el flujo de entrada de gases hacia el interior del reactor, entre otros mecanismos de control. En algunas realizaciones, se preparan un componente de bajo peso molecular y un componente de alto peso molecular en el mismo recipiente de reacción. Algunas de tales realizaciones emplean un solo catalizador que produce tanto el componente de bajo peso molecular como el componente de alto peso molecular. En otras de tales realizaciones, se prepara cada componente mediante un catalizador diferente en el mismo reactor. En aún otras realizaciones, se puede preparar el polímero combinando componentes de reactores separados. Por ejemplo, en un procedimiento de reactores paralelos, un reactor puede preparar un componente de bajo peso molecular, mientras que un segundo reactor puede preparar un componente de alto peso molecular, y se prepara la composición deseada combinando el componente de bajo peso molecular y el componente de alto peso molecular en un tercer recipiente de reacción.

Se puede llevar a cabo la polimerización como un procedimiento de polimerización de lotes o continuo. Se prefiere un procedimiento continuo, en cuyo caso se suministran continuamente a la zona de reacción catalizadores, solvente o diluyente (si se emplea) y comonómeros (o monómero) y se retira de la misma el producto polimérico de manera continua. Las condiciones de polimerización para fabricar los interpolímeros según las realizaciones de la invención son generalmente las útiles en el procedimiento de polimerización en solución, aunque la aplicación no se limita a ellas. También se cree que los procedimientos de polimerización en fase gaseosa y suspensión son útiles siempre que se empleen los catalizadores y condiciones de polimerización apropiadas.

En algunas realizaciones, se lleva a cabo la polimerización en un sistema de polimerización en solución continuo que comprende dos reactores conectados en serie o paralelo. Uno o ambos de los reactores contienen al menos dos catalizadores que tienen una capacidad de incorporación de comonómeros sustancialmente similar, pero diferente capacidad de peso molecular. El producto final es una mezcla de los efluentes de los dos reactores, que se combinan antes de la desvolatilización para dar lugar a una mezcla uniforme de los dos productos poliméricos. Tal procedimiento de doble reactor/doble catalizador permite la preparación de productos con propiedades adaptadas. En una realización, los reactores se conectan en serie, es decir, que se carga el efluente del primer reactor en el segundo reactor y se añaden monómero fresco, solvente e hidrógeno al segundo reactor. En una realización, el segundo reactor en un procedimiento de polimerización en serie contiene un catalizador de Ziegler-Natta heterogéneo o un catalizador de cromo conocido en la técnica.

En realizaciones particulares, se usan los métodos para controlar un procedimiento de lecho fluidizado. Un procedimiento de lecho fluidizado se realiza típicamente pasando una corriente gaseosa que contiene uno o más monómeros de manera continua a través de un reactor de lecho fluidizado en condiciones reactivas en presencia de un catalizador de polimerización. Las partes de un sistema de reacción de lecho fluidizado típicamente incluyen un recipiente, un lecho, una placa de distribución de gas, conducciones de entrada y salida, uno o más compresores, uno o más refrigeradores de gas de ciclo (intercambiadores de calor) y un sistema de descarga del producto. Se describen reactores y procedimientos de lecho fluidizado típicos, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 6.384.157 (Cai *et al.*), Patente Estadounidense N° 6.063.877 (Kocian *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.990.250 (Parrish *et al.*, control de la temperatura del lecho), Patente Estadounidense N° 5.844.054 (Samples *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.627.242 (Jacobson *et al.*), Patente Estadounidense N° 4.482.687 (Noshay *et al.*) y Patente Estadounidense N° 4.302.565 (Goeke *et al.*).

En un procedimiento de lecho fluidizado, la composición del producto de polímeros de [alfa]-olefina puede variar cambiando las razones molares de los monómeros introducidos en el lecho fluidizado. Se descarga el producto de resina de manera continua en forma granular o particulada del reactor a medida que el nivel del lecho aumenta con la polimerización. Se retira una corriente gaseosa de monómero no reaccionado del reactor de manera continua y se recicla hacia el reactor junto con monómero constituyente añadido a la corriente de reciclado, y, si se desea, modificadores y/o un gas vehiculizante inerte. Durante el curso de la polimerización, el lecho comprende partículas poliméricas formadas, partículas poliméricas en crecimiento y partículas de catalizador fluidizadas por la polimerización y componentes gaseosos modificantes introducidos a un ritmo o velocidad de flujo suficiente para hacer que las partículas se separen y actúen como un fluido. Se puede controlar la velocidad de producción en parte ajustando la velocidad de alimentación del catalizador. Se puede ajustar la razón molar hidrógeno/monómero o las concentraciones de otros reactivos (por ej., alimentación de comonómeros, alimentación de agentes de finalización de cadena, tales como hidrógeno, o un veneno, tal como oxígeno) para controlar los pesos moleculares medios.

El tiempo de permanencia de la mezcla de reactivos que incluye reactivos gaseosos y líquidos, catalizador y resina en el lecho fluidizado es generalmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 12 horas, y la presión total en el

reactor de lecho fluidizado es generalmente de aproximadamente 100 a aproximadamente 600 psi (libras por pulgada cuadrada). Se fija la presión parcial de la α -olefina primaria según la cantidad de polímero deseada. El resto de la presión total es aportado por α -olefinas distintas de la α -olefina primaria y/o gases inertes, tales como nitrógeno e hidrocarburos inertes. La temperatura en los reactores está generalmente en el intervalo de aproximadamente 10°C a aproximadamente 130°C.

Se lleva típicamente a cabo una reacción en tanque agitado usando un reactor retromezclado de lecho agitado de dos fases (gaseosa/sólida). Se describe un reactor de tanque agitado típico, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 5.844.054. (Samples *et al.*). En general, un conjunto de cuatro "arados" montados horizontalmente sobre un eje central en una cámara cilíndrica vertical rotan para mantener las partículas en el reactor mecánicamente fluidizadas. Se monta un recipiente desacoplador encima del cilindro vertical sobre el reactor. Se recircula gas de manera continua a través tanto del reactor como del desacoplador mediante un insuflador, de forma que la composición gaseosa es homogénea en todas partes. La presión del reactor usada está típicamente en el intervalo de aproximadamente 300 a aproximadamente 450 psig. Las presiones parciales de monómeros e hidrógeno (para el control del peso molecular) son típicamente de aproximadamente 150 a aproximadamente 300 psig. Se puede medir la composición del gas a intervalos de tiempo mediante un analizador cromatógrafo de gases. Se enfría el reactor típicamente mediante una camisa externa de glicol helado para mantener una temperatura del reactor de aproximadamente 10°C a aproximadamente 110°C. Se puede alimentar con precursor de catalizador bien seco, bien como una suspensión. Se opera típicamente el reactor en un modo continuo en el que se retira polímero granular mientras la polimerización está en progreso.

Una operación típica en un reactor de lecho fluidizado o un reactor de tanque agitado comienza con la carga de monómeros en el reactor y el ajuste de las alimentaciones hasta alcanzar la composición de gas deseada. Se añade una carga inicial de cocatalizador antes de iniciar la alimentación de catalizador con objeto de recoger cualesquiera venenos presentes en el reactor. Después de iniciarse la alimentación de catalizador, se añaden monómeros al reactor suficientes para mantener las concentraciones y proporciones de gas. Se mantiene la velocidad de alimentación del cocatalizador en proporción a la velocidad de alimentación del catalizador. Se puede usar un lecho de arranque para facilitar la agitación y dispersión del catalizador durante la parte inicial de la operación. Después de producir el peso de lote deseado, se ventila el reactor y se purgan los monómeros de la resina con nitrógeno. Se descarga entonces el lote en una caja, abierta a la atmósfera, a menos que se especifiquen otras medidas de desactivación del catalizador.

Un sistema convencional para realizar un procedimiento de polimerización en solución comprende un reactor de un solo bucle o un reactor de dos bucles. Se describen reactores de reciclaje de bucle de flujo, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 5.977.251 y WO97/36942 (Kao *et al.*, de The Dow Chemical Company). Un reactor de bucle de flujo incluye una entrada de monómeros, una entrada de catalizador, una entrada de solvente y una salida de producto, y otras características, incluyendo, por ejemplo, una entrada de aditivos, una mezcladora estática, una línea de reciclado y lechos de purificación. Una bomba mueve los materiales reactivos y el polímero alrededor del bucle de flujo.

En dicho sistema, se puede hacer que fluyan un monómero/comonómero y un agente de finalización de cadena hacia un solvente suministrado a través de la entrada de solvente, y luego introducirlos en el reactor de bucle de flujo en una entrada de monómero. Se combinan el catalizador y el cocatalizador para formar una solución de catalizador, una mezcla con catalizador activado sólido suspendido en ella o una suspensión de partículas de soporte con catalizador adsorbido suspendido en un medio solvente, que se inyecta o fluye a través de la entrada de catalizador hacia el bucle de flujo. El polímero fluye hacia fuera del reactor a través de la salida de polímero. En un sistema continuo, algo del material en la corriente de reacción fluye de manera continua pasando la salida de producto y de nuevo a través del bucle.

El polímero producido puede ser una poliolefina, por ej., homopolímero o copolímero de monómeros etilénica y/o acetilénicamente insaturados. Dichos monómeros incluyen monómeros de α -olefina C₂-C₂₀, incluyendo, aunque sin limitación, etileno, propileno, isobutileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno, 1-deceno, 1-octeno, 1-noneno, 1-undeceno, 1-dodeceno, 1-trideceno, 1-tetradeceno y 1-pentadeceno, entre otros. Otros monómeros incluyen estireno, estirenos sustituidos con alquilo C₁-C₄, tetrafluoroetileno, vinilbenzociclobuteno, dienos tales como 1,4-hexadieno, dicitropentadieno, etilidennorborneno, 1,7-octadieno y 1,9-decadieno, y cicloalquenos tales como ciclopenteno, ciclohexeno y cicloocteno.

Se pueden utilizar y ajustar los diversos reactores de polimerización de olefinas para producir una amplia variedad de productos poliméricos. Como ejemplos de polímeros que pueden producirse según la invención, se incluyen homopolímeros y copolímeros de polietileno, polipropileno y α -olefinas C₃-C₁₂; terpolímeros de etileno, al menos una α -olefina C₃-C₁₂ y un dieno, tal como monómero de etileno-propileno-dieno (EPDM); polibutadieno, poliisopreno, poliestireno; y otros cauchos. Generalmente, los productos poliméricos producidos por un sistema reactor dado usan los mismos reactivos, pero en diferentes proporciones y a diferentes temperaturas. Se puede producir cada uno de estos productos poliméricos con una serie de diferentes propiedades, o grados, de resina. Cada grado de producto polimérico tiene un estrecho límite sobre sus propiedades, por ej., densidad e índice de fusión.

Se pueden utilizar los reactores para preparar diversos tipos de polímeros, incluyendo, aunque sin limitación, polímeros homogéneos, polímeros heterogéneos, polímeros sustancialmente lineales, interpolímeros de etileno/estireno

sustancialmente aleatorios y elastómeros basados en olefinas.

Se pueden preparar polímeros de etileno lineales homogéneos en procedimientos de polimerización convencionales usando catalizadores de tipo Ziegler, tales como, por ejemplo, sistemas de catalizadores de zirconio y vanadio, como se ejemplifica en la Patente Estadounidense N° 3.645.992 de Elston. La Patente Estadounidense N° 4.937.299 de Ewen *et al.* y la Patente Estadounidense N° 5.218.071 de Tsutsui *et al.* describen el uso de catalizadores metalocenos, tales como sistemas de catalizadores basados en zirconio y hafnio, para la preparación de polímeros de etileno lineales homogéneos. Los polímeros de etileno lineales homogéneos se caracterizan típicamente por tener una distribución de pesos moleculares, Mw/Mn, de aproximadamente 2. Como ejemplos comercialmente disponibles de polímeros de etileno lineales homogéneos, se incluyen los vendidos por Mitsui Petrochemical Industries como resinas Tafmer(TM) y por Exxon Chemical Company como resinas Exact(TM).

Se pueden adquirir polímeros de etileno lineales heterogéneos de The Dow Chemical Company como resinas de LLDPE Dowlex(TM) y de ULDPE Attane(TM). Los polímeros de etileno heterogéneos se caracterizan típicamente por tener distribuciones de pesos moleculares, Mw/Mn, en el intervalo de 3,5 a 4,1. Los polímeros de etileno heterogéneamente ramificados se caracterizan como una mezcla de moléculas de interpolímero que tienen diversas razones molares de etileno a comonomero, y un índice de distribución de ramificación de cadena corta (SCBDI) menor de aproximadamente un 30 por ciento. Los polímeros heterogéneos tienen también múltiples picos de fusión (es decir, que exhiben al menos dos picos de fusión distintos). Todos los polímeros de etileno heterogéneamente ramificados conocidos son lineales y no tienen ramificación de cadena larga medible o demostrable. Se pueden preparar polímeros de etileno lineales heterogéneos mediante la polimerización en solución, suspensión o fase gaseosa de etileno y uno o más comonomeros de [alfa]-olefina opcionales en presencia de un catalizador de Ziegler-Natta, mediante procedimientos tales como los descritos en la Patente Estadounidense N° 4.076.698 (Anderson *et al.*) y la Patente Estadounidense N° 5.231.151 (Spencer *et al.*). También se describen procedimientos de polimerización de tipo Ziegler-Natta, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 4.314.912 (Lowery, Jr. *et al.*), la Patente Estadounidense N° 4.612.300 (Coleman, III), la Patente Estadounidense N° 5.869.575 y la Patente Estadounidense N° 5.844.045 (Kolthammer *et al.*) y la Patente Estadounidense N° 5.231.151 (Spencer *et al.*) (todas de The Dow Chemical Company).

Los polímeros de etileno sustancialmente lineales (SLEP) son polímeros homogéneos que tienen ramificación de cadena larga, y se describen, por ejemplo, en las Patentes Estadounidenses N° 5.272.236, 5.278.272, 5.665.800 y 5.783.638 (Lai *et al.*, de Dow Chemical). El término "sustancialmente lineal" significa que, además de las ramificaciones de cadena corta atribuibles a la incorporación de comonomeros homogéneos, el polímero de etileno tiene ramificaciones de cadena larga, de tal forma que el esqueleto polimérico está sustituido con una media de 0,01 a 3 ramificaciones de cadena larga/1.000 carbonos. El índice de fusión para los SLEP es generalmente de al menos aproximadamente 0,1 gramos/10 minutos (g/10 min) hasta aproximadamente 100 g/10 min. Los SLEP se producen mediante la Tecnología de Procedimiento y Catalizador Insite™, y se pueden adquirir de The Dow Chemical Company como plastómeros de poliolefina Affinity™ y de DuPont Dow Elastomers, LLC como elastómeros de poliolefina Engage™. Se pueden preparar SLEP mediante la polimerización en solución, suspensión o fase gaseosa, preferiblemente en fase de solución, de etileno y uno o más comonomeros de α -olefina opcionales mediante un procedimiento continuo en presencia de un catalizador de geometría restringida, tal como se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente Europea N° 416.815-A, en las Patentes Estadounidenses N° 5.132.380, 5.189.192, 5.374.696, 5.453.410, 5.470.993, 5.494.874 y 5.532.394.

Se pueden preparar interpolímeros sustancialmente aleatorios polimerizando una α -olefina(s) con un monómero(s) aromático(s) de vinilo o vinilideno y/o monómero(s) de vinilo o vinilideno alifático(s) o cicloalifático(s) bloqueado(s). Se describen interpolímeros sustancialmente aleatorios, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 6.211.302 (Ho *et al.*), Patente Estadounidense N° 6.190.768 (Turley *et al.*), Patente Estadounidense N° 6.156.842 (Hoenig *et al.*) y Patente Estadounidense N° 6.111.020 (Oriani *et al.*). La preparación de interpolímeros sustancialmente aleatorios incluye polimerizar una mezcla de monómeros polimerizables en presencia de uno o más catalizadores metalocenos o de geometría restringida en combinación con diversos cocatalizadores. Las condiciones operativas incluyen presiones desde la atmosférica hasta 3.000 atmósferas y temperaturas de -30°C a 200°C. Se describen ejemplos de catalizadores y métodos adecuados para preparar los interpolímeros en EP 0.416.815(B1) y la Patente Estadounidense N° 5.703.187 (Timmers).

Un ejemplo de elastómeros basados en olefina es un terpolímero hecho de monómero de etileno-propileno-dieno (EDPM). Se describe un procedimiento para preparar polímeros de EPM, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 3.341.503 (Paige *et al.*, Umroyal, Inc.). Un sistema catalizador ejemplar para preparar EDPM comprende un compuesto de vanadio, tal como oxitricloruro o tetracloruro de vanadio, un cocatalizador que es típicamente un compuesto de organoaluminio, y un activador, tal como un nitropropano y quinona.

Se puede usar cualquier catalizador convencionalmente empleado para producir los polímeros antes mencionados para polimerización en el procedimiento de la invención. Dichos catalizadores pueden incluir catalizadores de Phillips, catalizadores de Ziegler, catalizadores de Ziegler-Natta que contienen metales de transición, tales como vanadio, cromo y titanio, y metalocenos. Se describen ejemplos de catalizadores metalocenos útiles conocidos en la técnica, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 5.455.366 (Rohrmann), Patente Estadounidense N° 5.329.033 (Spaleck *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.317.036 (Brady *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.145.819 (Winter *et al.*) y Patente Estadounidense N° 5.106.806 (Job).

Como catalizadores homogéneos empleados en la producción de un interpolímero de etileno homogéneo, se incluyen especies de metalocenos basadas en complejos de monociclopentadienilo y metales de transición descritos en la técnica como complejos metálicos de geometría restringida (catalizadores CGC), incluyendo complejos de titanio. Como especies de metalocenos útiles, se incluyen complejos metálicos de geometría restringida como los descritos en las Patentes Estadounidenses N° 5.869.575 y 5.844.045 (Kolthammer *et al.*), Patentes Estadounidenses N° 5.783.638, 5.665.800, 5.278.272 y 5.272.236 (Lai *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.703.187 (Timmers) y Patente Estadounidense N° 5.677.383 (Chum *et al.*), todas de The Dow Chemical Company.

Como catalizadores heterogéneos que se pueden emplear, se incluyen catalizadores de tipo Ziegler típicos. Los catalizadores heterogéneos comprenden un compuesto de metal de transición soportado (por ej., un compuesto de titanio o una combinación de un compuesto de titanio y un compuesto de vanadio) y un cocatalizador/activador. Se describen ejemplos de dichos catalizadores en la Patente Estadounidense N° 5.231.151 (Spencer *et al.*), Patente Estadounidense N° 4.612.300 (Coleman, III), Patente Estadounidense N° 4.547.475 (Glass *et al.*), Patente Estadounidense N° 4.314.912 (Lowery, Jr. *et al.*) y Patente Estadounidense N° 4.076.698 (Anderson *et al.*), todas de The Dow Chemical Company.

Se describen ejemplos de catalizadores basados en cromo, por ejemplo, en la Patente Estadounidense N° 4.540.755 (Mayhew *et al.*), Patente Estadounidense N° 4.619.980 (McDaniel), Patente Estadounidense N° 4.668.838 (Briggs), Patente Estadounidense N° 4.735.931 (McDaniel), Patente Estadounidense N° 5.066.736 (Dumain *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.244.987 (Bernard *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.115.068 (Bailey *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.137.994 (Goode *et al.*), Patente Estadounidense N° 5.473.027 (Batchelor *et al.*) y Patente Estadounidense N° 4.804.714 (Olivo). Los catalizadores basados en cromo también incluyen otros catalizadores de cromo modificados con fluoruro y titanio y cromatos de sililo. En un sistema catalizador basado en cromo, se puede usar oxígeno para modificar la velocidad de producción y las propiedades de la resina, en particular las propiedades de flujo de la resina, típicamente o bien el índice de fusión o bien el índice de flujo, a una razón molar establecida de oxígeno a α -olefina y velocidad de alimentación del catalizador para conseguir las propiedades de la resina deseadas y una velocidad de producción deseada.

Como aditivos convencionales que se pueden introducir en la resina, se incluyen, por ejemplo, antioxidantes, absorbentes de ultravioleta, agentes antiestáticos, fotosensibilizadores, pigmentos, tintes, agentes nucleantes, cargas, agentes de deslizamiento, pirorretardantes, plastificantes, ayudas de procesado, lubricantes, estabilizadores, inhibidores de humo, agentes para el control de la viscosidad y agentes entrecruzantes, catalizadores y reforzantes, adhesivos y agentes antibloqueantes.

Se pueden preparar diversos artículos a partir de los productos poliméricos de olefinas preparados usando las metodologías de control descritas. Se pueden usar tales productos en productos moldeados por inyección, moldeados por insuflación y rotomoldeados, revestimiento de cables, conducciones y tuberías y películas. Como artículos útiles, se incluyen películas, tales como tipos vaciados, insuflados y revestidos por extrusión de películas; fibras, tales como fibras cortas, fibras unidas por hilado, o sistemas de fibras insufladas en fusión (usando, por ej., sistemas como los descritos en la Patente Estadounidense N° 4.340.563 (Appel *et al.*, de Kimberly-Clark); Patente Estadounidense N° 4.663.220 (Wisneski *et al.*, de Kimberly-Clark); Patente Estadounidense N° 4.668.566 (Braun, de Kimberly-Clark); o Patente Estadounidense N° 4.322.027 (Reba, de Crown Zellerbach); y sistemas de fibras hiladas en gel (por ej., el sistema descrito en la Patente Estadounidense N° 4.413.110 (Kavesh *et al.*, de Allied Corporation), tejidos tanto tejidos como no tejidos, tales como tejidos hilados (como se describe en la Patente Estadounidense N° 3.485.706 (Evans)), o estructuras hechas de tales fibras, incluyendo, por ejemplo, mezclas de estas fibras con otras fibras, por ej., PET o algodón; y artículos moldeados, tales como artículos hechos usando un procedimiento de moldeo por inyección, un procedimiento de moldeo por insuflación o un procedimiento de rotomoldeo. Los productos poliméricos aquí descritos son también útiles para operaciones de revestimiento de alambres y cables y aplicaciones de película retraída, así como en extrusión de láminas para operaciones de formación a vacío. Los polímeros producidos por estos procedimientos pueden ser también útiles para aplicaciones de conducciones, tales como conducciones de gas y de agua. Se describen artículos fabricados hechos a partir de mezclas de polímeros de etileno que comprenden al menos un interpolímero de etileno/ α -olefina sustancialmente lineal homogéneamente ramificado y al menos un polímero de etileno heterogéneamente ramificado por Chum *et al.*, en la Patente Estadounidense N° 5.677.383. Se pueden formar composiciones que comprenden polímeros de olefina en artículos fabricados, tales como los mencionados, usando técnicas de procesamiento de poliolefinas convencionales, que son bien conocidas para el experto en la técnica del procesamiento de poliolefinas.

Aunque se han descrito anteriormente diversas realizaciones del método descrito, habría que entender que se han presentado a modo únicamente de ejemplo y no como limitación. Por ejemplo, aunque las realizaciones ejemplares representan sistemas y métodos aplicados en un sistema de dos reactores, el sistema podría ser, por ejemplo, un sistema de un solo reactor con dos catalizadores. Por lo tanto, la amplitud y el alcance de la invención no deben quedar limitados por ninguna de las realizaciones ejemplares antes descritas, sino que deberían definirse sólo de acuerdo con cualquier reivindicación resultante de esta divulgación. Además, se proporcionan las ventajas y características anteriores en las realizaciones descritas, pero no deberán limitar la aplicación de tales reivindicaciones resultantes a procedimientos y estructuras que consiguen todas y cada una de las anteriores ventajas.

REIVINDICACIONES

1. Un método de control de un procedimiento para producir un polímero de olefina en al menos un reactor, que comprende:
- 5 (a) calcular un primer valor de al menos una propiedad de un primer componente polimérico usando un modelo matemático para el primer componente polimérico producido por un primer catalizador o bajo un primer conjunto de condiciones de reacción;
- en donde el método de control del proceso se caracteriza por las etapas de:
- 10 (b) calcular un segundo valor de la al menos una propiedad de un segundo componente polimérico usando un modelo matemático para el segundo componente polimérico producido por un segundo catalizador o bajo un primer conjunto de condicione de reacción;
- (c) determinar la velocidad relativa de producción del primer y segundo componente polimérico;
- (d) calcular un valor medio general de la al menos una propiedad usando un modelo matemático para la composición promediada general;
- 15 (e) ajustar una o más condiciones de reacción afectando así un valor instantáneo de la al menos una propiedad de al menos uno del primer o segundo componente polimérico o afectando la velocidad de producción de al menos uno del primer o segundo componentes poliméricos para mover el valor medio general a un valor de punto de ajuste deseado.
2. El método según la reivindicación 1 que incluye (f) opcionalmente determinar un factor de actualización a partir de un proceso estimado o calculado y condiciones de resina y un laboratorio independiente o media de instrumento.
- 20 3. El método según la reivindicación 2, en donde el primer valor de la al menos una propiedad es un valor instantáneo.
4. El método según la reivindicación 3, que además incluye (g) opcionalmente ajustar el modelo matemático para el primer componente polimérico usando el factor de actualización determinado o derivado de datos empíricos.
5. El método según la reivindicación 2, en donde el segundo valor de la al menos una propiedad es un valor instantáneo.
- 25 6. El método según la reivindicación 5, que además incluye opcionalmente ajustar el modelo matemático para el segundo componente polimérico usando el factor de actualización determinado o derivado de datos empíricos.
7. El método según la reivindicación 2, que además incluye opcionalmente ajustar el modelo matemático para la velocidad de producción usando el factor de actualización determinado o derivado de datos empíricos.
- 30 8. El método según la reivindicación 2, que además incluye opcionalmente ajustar el modelo matemático para el valor promediado general de la al menos una propiedad usando el factor de actualización determinado o derivado de datos empíricos.
9. El método según la reivindicación 1, en donde el primer y segundo componentes poliméricos son producidos mediante un único sistema catalizador en un sistema de múltiples reactores.
- 35 10. El método según la reivindicación 1, en donde el primer y segundo componentes poliméricos son producidos mediante un sistema catalizador mixto en un solo catalizador.
11. El método según la reivindicación 1, en donde el primer y segundo componentes poliméricos se producen mediante un sistema catalizador que tiene al menos dos sitios activos catalíticos en un único reactor.
12. El método según la reivindicación 1, en donde el primer y segundo componentes poliméricos se producen mediante un sistema catalizador que tiene al menos dos sitios activos catalíticos en un único reactor.
- 40 13. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-12, que incluye repetir iterativa, periódica o intermitentemente las etapas a-e.
14. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, que incluye repetir iterativa, periódica o intermitentemente las etapas a-f.
- 45 15. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1-14, que incluye repetir iterativa, periódica o intermitentemente las etapas a-g.

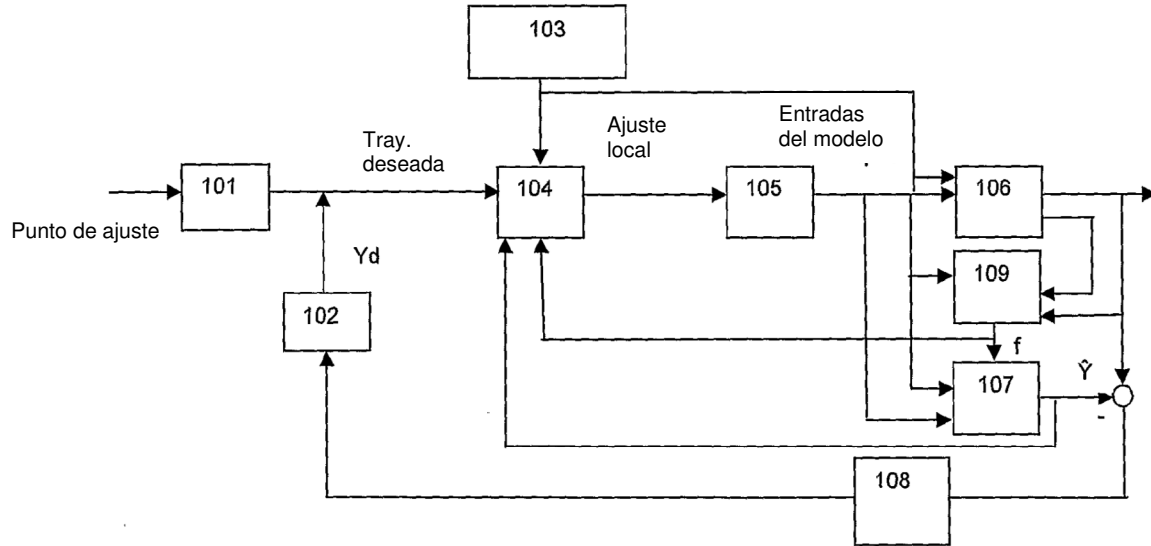


Fig. 1