

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 795 985**

51 Int. Cl.:

C08F 2/01 (2006.01)

B01J 8/24 (2006.01)

C08F 10/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.11.2017** **E 17202387 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.04.2020** **EP 3486260**

54 Título: **Procedimiento de división del gas de fluidización de retorno en un reactor de polimerización de olefinas de gas sólidos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.11.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

DURAN-CORRETJER, S.L.P

ES 2 795 985 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

5 Procedimiento de división del gas de fluidización de retorno en un reactor de polimerización de olefinas de gas sólidos

La presente invención se refiere a la polimerización de olefinas en un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos. Más específicamente, la presente invención se refiere a la polimerización de olefinas en un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos con arrastre reducido de polvo de poliolefina.

10 **Estado de la técnica anterior**

15 Los reactores de polimerización de olefinas de gas-sólidos se utilizan normalmente para la polimerización de alfa-olefinas, tales como etileno y propileno, dado que permiten una flexibilidad relativamente elevada en el diseño de polímeros y la utilización de diversos sistemas catalíticos. Una variante común del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos es el reactor de lecho fluidizado.

20 Normalmente, en los reactores de polimerización de olefinas de gas-sólidos, el gas de fluidización se mueve hacia arriba a través de la fase densa, en la que tiene lugar la reacción de polimerización y las partículas de poliolefina se polimerizan formando burbujas de gas que arrastran el polvo de poliolefina a la zona de desacoplamiento, cerca de la salida del gas de fluidización. Este patrón hidrodinámico limita el grado de llenado del reactor, la densidad aparente promedio y la productividad del reactor. Además, puede provocar dificultades relacionadas con la circulación de gas de fluidización, debido al riesgo de un mayor arrastre de polvo de poliolefina. Además, la concentración relativamente baja de polvo de poliolefina en la zona superior del reactor puede conducir a una adhesión más fuerte del polvo reactivo en la pared interna del reactor y puede generar laminación en la pared y formación de aglomerados.

25 La Patente US 5,428,118 da a conocer un proceso para polimerizar olefinas en un reactor de fase gaseosa, en el que el gas de fluidización caliente retirado del reactor se reintroduce en la zona de desacoplamiento mediante un flujo tangencial de gas o de gas-sólidos, a efectos de reducir el arrastre de polvo de poliolefina dentro del sistema de circulación de gas de fluidización.

30 La Patente WO2017/025330A1 da a conocer un proceso para polimerizar olefinas en un reactor de fase gaseosa en el que una corriente enfriada de gas de fluidización parcialmente condensado retirado del reactor se reintroduce en la zona de desacoplamiento, a efectos de reducir el arrastre de polvo de poliolefina dentro del sistema de circulación del gas de fluidización.

35 Ahora, se ha descubierto que la introducción de gas de circulación en la zona de desacoplamiento conlleva el riesgo de un aumento del polvo de poliolefina en el gas de circulación.

40 De este modo, existe aún la necesidad en la técnica de dar a conocer un proceso para polimerizar olefinas con un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos con un arrastre de polvo reducido en el gas de circulación.

45 **Características de la invención**

Se ha descubierto que, sorprendentemente, mediante el enfriamiento del gas de circulación y la inyección de, como mínimo, una parte del gas de circulación en la mitad superior de la zona media de un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos, se reduce el arrastre de partículas de la poliolefina en la corriente de gas de fluidización de desacoplamiento retirada de la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos y, al mismo tiempo, no se sacrifica la capacidad de enfriamiento del proceso. En otras palabras, se puede obtener una mayor densidad aparente de la fase densa durante todo el proceso de polimerización.

50 De este modo, la presente invención da a conocer un proceso para polimerizar uno o más monómeros de olefina en un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos que comprende una zona superior, una zona media, que comprende un extremo superior en contacto directo con dicha zona superior y que se encuentra debajo de dicha zona superior, teniendo la zona media una forma generalmente cilíndrica, y una zona inferior, que está en contacto directo con un extremo inferior de la zona media y que se encuentra debajo de la zona media, que comprende las siguientes etapas:

- 60 a) introducir una primera corriente de gas de fluidización en la zona inferior;
- b) polimerizar el o los monómeros de olefina en presencia de un catalizador de polimerización en una fase densa formada por partículas de un polímero del o de los monómeros de olefina suspendidas en una corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media;
- 65 c) retirar una segunda corriente que comprende el gas de fluidización desde la zona superior;
- d) introducir la segunda corriente en el enfriador;
- e) retirar la segunda corriente enfriada del enfriador; y
- f) dividir la segunda corriente enfriada en una tercera corriente enfriada y la primera corriente;

g) introducir la tercera corriente enfriada a través de uno o más puertos de alimentación en un área de alimentación de la zona media en la fase densa en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos;

5 en el que el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo superior y el 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media.

10 La presente invención se refiere también a un conjunto de reactor para polimerizar uno o más monómeros de olefina que comprende un reactor de polimerización de olefina de gas-sólidos que comprende una zona superior, una zona media, que comprende un extremo superior en contacto directo con dicha zona superior y que se encuentra debajo de dicha zona superior, teniendo la zona media una forma generalmente cilíndrica y una zona inferior, que está en contacto directo con un extremo inferior de la zona media y que se encuentra debajo de dicha zona media,
 15 una primera tubería para retirar una segunda corriente que comprende gas de fluidización desde la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos,
 un enfriador para enfriar la segunda corriente,
 una segunda tubería para retirar la segunda corriente enfriada del enfriador,
 una tercera tubería que conecta la segunda tubería y la zona inferior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos para introducir una primera corriente de gas de fluidización en la zona inferior del reactor de
 20 polimerización de olefinas de gas-sólidos,
 uno o más puertos de alimentación ubicados en un área de alimentación de la zona media,
 una cuarta tubería que conecta la segunda tubería y los uno o más puertos de alimentación para introducir una tercera corriente enfriada en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos
 en el que el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo
 25 superior y el 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media.

Además, la presente invención se refiere a la utilización del proceso, según la presente invención, tal como se ha descrito anteriormente y se describe a continuación, para reducir el arrastre de partículas de poliolefina del o de los
 30 monómeros de olefina a la segunda corriente retirada desde una zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos.

Aún además, la presente invención se refiere a la utilización del proceso, según la presente invención, tal como se ha descrito anteriormente y se describe a continuación, para aumentar la densidad aparente de la fase densa durante la polimerización.
 35

Descripción detallada

Definiciones

40 La presente memoria descriptiva se refiere al diámetro y diámetro equivalente. En el caso de objetos no esféricos, el diámetro equivalente denota el diámetro de una esfera o círculo que tiene el mismo volumen o área (en el caso de un círculo) que el objeto no esférico. Debe entenderse que, aunque la presente memoria descriptiva a veces se refiere al diámetro, el objeto en cuestión no necesita ser esférico, a menos que se mencione específicamente lo contrario. En el caso de objetos no esféricos (partículas o secciones transversales), entonces se entiende el diámetro equivalente.
 45

Tal como se entiende bien en la técnica, la velocidad superficial del gas denota la velocidad del gas en una construcción vacía. De este modo, la velocidad superficial del gas dentro de la zona media es el caudal volumétrico del gas (en m^3/s) dividido por el área de la sección transversal de la zona media (en m^2) y, de este modo, se ignora el área ocupada por las partículas.
 50

Se entiende por gas de fluidización el gas que comprende el monómero y los comonómeros opcionales, el agente de transferencia de cadena y los componentes inertes que forman el gas que fluye hacia arriba en el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos y en el que se suspenden las partículas de polímero, por ejemplo, en el lecho fluidizado de un reactor de lecho fluidizado. El gas sin reaccionar se recoge en la parte superior del reactor, se comprime, se enfría y se devuelve al reactor. Como entiende el 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 a la tubería de circulación para compensar las pérdidas.
 55
 60

Un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos es un reactor de polimerización para la polimerización heterofásica de uno o más monómeros de olefinas gaseosas en partículas de polvo de poliolefina, que comprende tres zonas: en la zona inferior, el gas de fluidización se introduce en el reactor; en la zona media, que habitualmente tiene una forma generalmente cilíndrica, el o los monómeros de olefina presentes en el gas de fluidización se polimerizan para formar las partículas de polímero; en la zona superior, el gas de fluidización se retira del reactor. En ciertos tipos de reactores de polimerización de olefinas de gas-sólidos, una rejilla de fluidización (denominada
 65

también placa de distribución) separa la zona inferior de la zona media. En ciertos tipos de reactores de polimerización de olefinas de gas-sólidos, la zona superior forma una zona de desacoplamiento o arrastre en la cual, debido a su diámetro de expansión en comparación con la zona media, el gas de fluidización se expande y el gas se desacopla del polvo de poliolefina.

5 La fase densa denota el área dentro de la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos con una densidad aparente aumentada debido a la formación de las partículas de polímero. En ciertos tipos de reactores de polimerización de olefinas de gas-sólidos, en concreto, reactores de lecho fluidizado, la fase densa está formada por el lecho fluidizado.

10 El "polvo de poliolefina arrastrado" o "arrastre de partículas" denota partículas de poliolefina que se retiran junto con el gas de fluidización en la segunda corriente de gas de fluidización desde la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos.

15 La "tubería de gas de circulación" denota el sistema de tuberías o tubos a través del cual la segunda corriente de gas de fluidización se reintroduce en el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos como primera corriente de gas de fluidización y como tercera corriente enfriada.

20 La "densidad aparente" (o "densidad del lecho" para los reactores de polimerización en lecho fluidizado) denota la masa de polvo de polímero dividida por el volumen del reactor, excluyendo la zona de desacoplamiento opcional.

En la presente invención, las diferentes corrientes se miden como corrientes volumétricas, de modo que también la división de estas corrientes se entiende como división volumétrica medida en v/v.

25 Las diferencias en la presión ΔP se miden en bar, si no se indica lo contrario.

Polimerización

30 El o los monómeros de olefina polimerizados en el proceso de la presente invención son normalmente alfa-olefinas que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, preferentemente de 2 a 10 átomos de carbono. Preferentemente, el o los monómeros de olefina son etileno o propileno, opcionalmente junto con uno o más monómeros de alfa-olefina diferentes que tienen de 2 a 8 átomos de carbono. De manera especialmente preferente, el proceso de la presente invención se utiliza para polimerizar etileno, opcionalmente junto con uno o más comonómeros seleccionados entre uno o más monómeros de alfa-olefina que tienen de 4 a 8 átomos de carbono; o propileno, opcionalmente junto con uno o más comonómeros seleccionados de etileno y uno o más monómeros de alfa-olefina que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.

40 De este modo, el material polimérico se selecciona, preferentemente, de homopolímeros o copolímeros de alfa-olefina que tienen unidades de monómero de alfa-olefina de 2 a 12 átomos de carbono, preferentemente, de 2 a 10 átomos de carbono. Son preferentes los homopolímeros o copolímeros de etileno o propileno. Las unidades de comonómero de los copolímeros de etileno se seleccionan, preferentemente, entre uno o más comonómeros seleccionados de uno o más monómeros de alfa-olefina que tienen de 4 a 8 átomos de carbono. Las unidades de comonómero de los copolímeros de propileno se seleccionan, preferentemente, entre uno o más comonómeros seleccionados de etileno y uno o más monómeros de alfa-olefina que tienen de 4 a 8 átomos de carbono.

45 En una realización preferente de la presente invención, en el procedimiento, según la presente invención, se polimeriza un homopolímero o copolímero de polipropileno a partir del o de los monómeros de olefina y uno o más comonómeros opcionales. Preferentemente, en esta realización, la polimerización se lleva a cabo a una temperatura de 50-100 °C a una presión de 15-25 bar. Preferentemente, las proporciones molares de los reactivos se ajustan de la siguiente manera: una proporción C_2/C_3 de 0-0,05 mol/mol para polipropilenos aleatorios, y una proporción molar C_2/C_3 de 0,2-0,7 mol/mol para polipropilenos en bloque. Generalmente, la proporción molar H_2/C_3 en esta realización se ajusta a 0-0,05 mol/mol. Además, en esta realización, la alimentación de propileno se ajusta, preferentemente, a 20-40 t/h, por lo que la alimentación de comonómero es de 0-15 t/h y la alimentación de hidrógeno es de 1-10 kg/h.

55 En una segunda realización preferente de la presente invención, en el procedimiento, según la presente invención, se polimeriza un homopolímero o copolímero de polietileno a partir del o de los monómeros de olefina y uno o más comonómeros opcionales. Preferentemente, en esta realización, la polimerización se lleva a cabo a una temperatura de 50-100 °C a una presión de 15-25 bar. Preferentemente, las proporciones molares de los reactivos se ajustan de la siguiente manera: una proporción C_4/C_2 de 0,1-0,8 mol/mol para copolímeros de polietileno-1-buteno y una proporción C_6/C_2 de 0-0,1 mol/mol para copolímeros de polietileno-1-hexeno. Generalmente, la proporción molar H_2/C_2 en esta realización se ajusta a 0-0,05 mol/mol. Además, en esta realización, la alimentación de etileno se ajusta, preferentemente, a 15-20 t/h, por lo que la alimentación de comonómero se ajusta a 0-20 t/h para 1-buteno y a 0-7 t/h para 1-hexeno. Preferentemente, la alimentación de hidrógeno es 1-100 kg/h y la alimentación de diluyente (propano): 30-50 t/h.

65

Catalizador de polimerización

- La polimerización en el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos se realiza en presencia de un catalizador de polimerización de olefinas. El catalizador puede ser cualquier catalizador que sea capaz de producir el polímero olefínico deseado. Los catalizadores adecuados son, entre otros, catalizadores Ziegler-Natta basados en un metal de transición, tales como catalizadores de titanio, circonio y/o vanadio. Especialmente, son útiles los catalizadores Ziegler-Natta, dado que pueden producir polímeros olefínicos dentro de un amplio intervalo de pesos moleculares con una alta productividad.
- Los catalizadores Ziegler-Natta adecuados contienen, preferentemente, 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, titania, sílice-alúmina y sílice-titania. Preferentemente, el soporte es sílice.
- El tamaño promedio de partículas del soporte de sílice puede ser normalmente de 6 a 100 μm . Sin embargo, se ha descubierto que se pueden obtener ventajas especiales si el soporte tiene un tamaño promedio de partícula de 6 a 90 μm , preferentemente de 10 a 70 μm .
- El compuesto de magnesio es un producto de reacción de un dialquilmagnesio y un alcohol. El alcohol es un monoalcohol alifático lineal o ramificado. Preferentemente, el alcohol tiene de 6 a 16 átomos de carbono. Son especialmente preferentes los alcoholes ramificados, y el 2-etil-1-hexanol es un ejemplo de los alcoholes preferentes. El dialquilmagnesio puede ser cualquier compuesto de enlace de magnesio a dos grupos alquilo, que pueden ser iguales o diferentes. El butiloctilmagnesio es un ejemplo de los dialquilmagnesios preferentes.
- El compuesto de aluminio es un alquilaluminio que contiene cloro. Los compuestos especialmente preferentes son los dicloruros de alquilaluminio y los sesquicloruros de alquilaluminio.
- El compuesto de titanio es un compuesto de titanio que contiene halógeno, preferentemente un compuesto de titanio que contiene cloro. El compuesto de titanio especialmente preferente es el tetracloruro de titanio.
- El catalizador se puede preparar poniendo en contacto secuencialmente el soporte con los compuestos mencionados anteriormente, tal como se describe en la Patente EP-A-688794 o la Patente WO-A-99/51646. Alternativamente, se puede preparar preparando en primer lugar una solución a partir de los componentes y posteriormente poniendo en contacto la solución con un soporte, tal como se describe en la Patente WO-A-01/55230.
- Otro grupo de catalizadores Ziegler-Natta adecuados contiene 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 en un dihaluro de magnesio, tal como el dicloruro de magnesio. Dichos catalizadores se dan conocer, por ejemplo, en las Patentes WO-A-2005/118655 y EP-A-810235.
- Aún otro tipo de catalizadores Ziegler-Natta son catalizadores preparados por un procedimiento, en el que se forma una emulsión, en la que los componentes activos forman una fase dispersa, es decir, una fase discontinua en la emulsión de, como mínimo, dos fases líquidas. La fase dispersa, en forma de gotas, se solidifica a partir de la emulsión, en la que se forma catalizador en forma de partículas sólidas. Los principios de preparación de estos tipos de catalizadores se dan en la Patente WO-A-2003/106510 de Borealis.
- El catalizador Ziegler-Natta se utiliza junto con un activador. Los activadores adecuados son compuestos de alquilmetal y, especialmente, compuestos de alquilaluminio. Entre estos compuestos se incluyen haluros de alquilaluminio, tales como dicloruro de etilaluminio, cloruro de dietilaluminio, sesquicloruro de etilaluminio, cloruro de dimetilaluminio y similares. También se incluyen compuestos de trialquilaluminio, tales como trimetilaluminio, trietilaluminio, triisobutilaluminio, trihexilaluminio y tri-n-octilaluminio. Además, se incluyen oxocompuestos de alquilaluminio, tales como metilaluminiooxano (MAO), hexaisobutilaluminiooxano (HIBAO) y tetraisobutilaluminiooxano (TIBAO). También se pueden utilizar otros compuestos de alquilaluminio, tales como el isoprenilaluminio. Activadores especialmente preferentes son los trialquilaluminios, de los cuales en particular se utilizan trietilaluminio, trimetilaluminio y triisobutilaluminio. 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 son conocidos en la técnica donadores de electrones que consisten en compuestos de organosilano, que contienen enlaces Si-OCOR, Si-OR y/o Si-NR₂, que tienen silicio como el átomo central, y R es un alquilo, alqueno, arilo, arilalquilo o cicloalquilo con 1-20 átomos de carbono. 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. Normalmente, se utiliza trietilaluminio en una cantidad tal que la proporción molar de aluminio al metal de transición, como Al/Ti, es de 1 a 1.000, preferentemente de 3 a 100 y en particular de, aproximadamente, 5 a, aproximadamente, 30 mol/mol.

5 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. Preferentemente, el catalizador contiene dos ligandos de ciclopentadienilo, indenilo o fluorenilo, que pueden estar unidos por un grupo que contiene, preferentemente, 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. Los catalizadores de metaloceno adecuados son conocidos en la técnica 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.

15 Etapas previas a la polimerización

La polimerización en el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos puede estar precedida por etapas de previas a la polimerización, tales como prepolimerización u otra etapa de polimerización realizada en suspensión o fase gaseosa. Dichas etapas de polimerización, si están presentes, se pueden realizar según los procedimientos bien conocidos en la técnica. Los procesos adecuados que incluyen la polimerización y otras etapas del proceso que podrían preceder al proceso 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. Como es bien entendido por el experto en la materia, el catalizador necesita permanecer activo después de las etapas de previas a la polimerización.

Polimerización de olefinas de gas-sólidos

En el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos, se realiza la polimerización utilizando uno o más monómeros de olefinas gaseosas en los que crecen las partículas de polímero.

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

Preferentemente, el reactor de polimerización de olefinas de gas-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 que se mueve hacia arriba. En el lecho fluidizado, las partículas de polímero, que contienen el catalizador activo, entran en contacto con los gases de reacción, tales como el monómero, el o los comonómeros y el hidrógeno, que hacen que el polímero se produzca sobre las partículas.

Por lo tanto, en una realización preferente, el reactor de lecho fluidizado puede comprender una rejilla de fluidización que está situada debajo del lecho fluidizado separando así la zona inferior y la zona media del reactor. El límite superior del lecho fluidizado está definido, generalmente, por una zona de desacoplamiento en la cual, debido a su diámetro que se expande, en comparación con la zona media, el gas de fluidización se expande y el gas se desacopla del polvo de poliolefina. Los reactores de lecho fluidizado con zona de desacoplamiento y rejilla de fluidización son bien conocidos en la técnica. Un reactor de lecho fluidizado de este tipo adecuado para el proceso de la presente invención se muestra en la figura 1.

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

La zona inferior del reactor tiene una forma generalmente cónica que se estrecha hacia abajo. Debido a la forma de la zona, la velocidad del gas disminuye gradualmente 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 eventualmente contenidas en el gas son transportadas hacia arriba con el gas. A cierta altura dentro de la zona inferior, la velocidad

del gas se vuelve más pequeña que la velocidad de transporte y comienza a formarse un lecho fluidizado. Cuando la velocidad del gas se vuelve aún más pequeña, el lecho se vuelve más denso y las partículas de polímero distribuyen el gas por toda la sección transversal del lecho. Un reactor de lecho fluidizado sin rejilla de fluidización se describe en las Patentes EP-A-2 495 037 y EP-A-2 495 038.

5 En un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos, la corriente de gas que se mueve hacia arriba se establece retirando una corriente de gas de fluidización como segunda corriente de gas desde la zona superior del reactor, normalmente en la ubicación más elevada. La segunda corriente de gas retirada del reactor generalmente se enfría y se reintroduce en la zona inferior del reactor como primera corriente de gas de fluidización. En una realización preferente, el gas de fluidización de la segunda corriente de gas también se comprime en un compresor. Más preferentemente, el compresor está ubicado aguas arriba del enfriador. Preferentemente, el gas se filtra antes de pasar al compresor. Se introducen adecuadamente el o los monómeros de olefina adicionales, el o los comonómeros opcionales, el hidrógeno y el gas inerte en la tubería de gas de circulación. Es preferente analizar la composición del gas de circulación, por ejemplo, utilizando cromatografía de gases en línea y ajustar la adición de los componentes del gas para que sus contenidos se mantengan en los niveles deseados.

10 La polimerización se realiza generalmente a una temperatura y presión en las que el gas de fluidización permanece esencialmente en fase de vapor o gas. Para la polimerización de olefinas, la temperatura está adecuadamente dentro del intervalo de 30 a 110 °C, preferentemente de 50 a 100 °C. La presión está adecuadamente en el intervalo de 1 a 50 bar, preferentemente, de 5 a 35 bar.

15 A efectos de eliminar el polvo de poliolefina arrastrado, la tubería de gas de circulación, es decir, la tubería para retirar la segunda corriente comprende preferentemente, como mínimo, un ciclón. El ciclón tiene el objetivo de eliminar 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 devolver al reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos o se puede retirar como producto polimérico.

20 En el caso de que la corriente de polímero recuperada del ciclón se devuelva al reactor de polimerización de gas-sólidos, la corriente de polímero se devuelve a través de uno o más puertos de alimentación, que son puertos de alimentación diferentes a los uno o más puertos de alimentación para introducir la tercera corriente enfriada en la fase densa en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos.

25 Preferentemente, la tercera corriente enfriada comprende no más del 5 % en peso de polímero sólido, con respecto al peso total de la tercera corriente enfriada, más preferentemente, no más del 3 % en peso de polímero sólido, incluso más preferentemente, no más del 2 % en peso de polímero sólido y, de la manera más preferente, no más del 1 % en peso de polímero sólido.

Circulación del gas fluidizado

30 Según la presente invención, el gas de fluidización se retira de la zona superior del reactor como la segunda corriente, se comprime opcionalmente mediante un compresor, se introduce en un enfriador, se retira del enfriador como una segunda corriente enfriada y se divide en una tercera corriente enfriada y la primera corriente. La primera corriente se introduce en el reactor en la zona inferior, mientras que la tercera corriente enfriada se introduce en el reactor a través de uno o más puertos de alimentación en un área de alimentación de la zona media dentro de la fase densa en la zona media del reactor. De este modo, la tercera corriente no se mezcla con partículas del polímero del o de los monómeros de olefina antes de entrar en el reactor y, de este modo, no se introduce en el reactor a través de los puertos de alimentación para reintroducir partículas del polímero del o de los monómeros de olefina en el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos.

35 No se ha descubierto ningún efecto ventajoso de la presente invención, si la tercera corriente enfriada se introduce en un área de alimentación de la zona media, que solo se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo inferior y el 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media.

40 Por lo tanto, el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo superior y 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media. Preferentemente, el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo superior y el 70 % de la altura total de la zona media.

45 Preferentemente, la tercera corriente enfriada se introduce a través de los uno o más puertos de alimentación dentro de la fase densa en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos en un ángulo de introducción α de 5 ° a 75 °, preferentemente, de 10 ° a 65 °, de la manera más preferente, 15 ° a 60 °. El ángulo de introducción es el ángulo entre una proyección y una línea perpendicular, considerando que la proyección es la proyección de la dirección de la tercera corriente enfriada después de la introducción en el reactor en un plano de proyección, que cruza el plano tangente de la forma generalmente cilíndrica de la zona media, en la ubicación de

- uno o más puertos de alimentación y a lo largo de una línea de intersección entre el plano tangente y la superficie generalmente cilíndrica de la zona media, considerando que el plano de proyección está ubicado perpendicular al plano tangente y considerando que la línea perpendicular cruza la superficie generalmente cilíndrica de la zona media en la ubicación de los uno o más puertos de alimentación, es paralela al plano de proyección y es perpendicular al plano tangente (véase la figura 2). De la manera más preferente, se ha descubierto que el ángulo de introducción óptimo para introducir la tercera corriente enfriada es, aproximadamente, de 20 °.
- El número de puertos de alimentación para introducir la tercera corriente enfriada está en el intervalo de, preferentemente, 1 a 15, más preferentemente, de 2 a 10 y, de la manera más preferente, de 2 a 5.
- Preferentemente, los puertos de alimentación se distribuyen a través de la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos en la dirección axial y/o radial, con la condición de que la tercera corriente enfriada se introduzca en la fase densa.
- Preferentemente, el gas de fluidización de la tercera corriente enfriada se comprime mediante un compresor. El compresor podría estar ubicado aguas arriba o aguas abajo del enfriador. De manera aún más preferente, antes de introducirse en el enfriador, la segunda corriente se introduce en un compresor; se retira del compresor como la segunda corriente comprimida y se introduce como segunda corriente comprimida en el enfriador.
- En el enfriador, la segunda corriente se enfría preferentemente de tal manera que la segunda corriente enfriada, y como consecuencia también la tercera corriente enfriada y/o la primera corriente, comprenden gas de fluidización condensado, preferentemente, junto con gas de fluidización en fase gaseosa. Preferentemente, la segunda corriente enfriada y, como consecuencia, también la tercera corriente enfriada y/o la primera corriente, comprenden del 1 al 30 % en peso de gas de fluidización condensado, más preferentemente, del 3 al 25 % en peso de gas de fluidización condensado y, de la manera más preferente, del 5 al 20 % en peso de gas de fluidización condensado, basado en el peso total de la segunda corriente enfriada y, como consecuencia, también la tercera corriente enfriada y/o la primera corriente. El peso restante de la segunda corriente enfriada y, como consecuencia, también la tercera corriente enfriada y/o la primera corriente consiste, preferentemente, en gas de fluidización en fase gaseosa.
- En otra realización, la segunda corriente enfriada no está condensada o parcialmente condensada y no comprende gas de fluidización condensado. Como consecuencia también, la tercera corriente enfriada y la primera corriente en dicha realización no comprenden gas de fluidización condensado.
- La segunda corriente enfriada se divide en la tercera corriente enfriada y la primera corriente en una proporción de 5:95 (v/v) a 75:25 (v/v), preferentemente, de 7:93 (v/v) a 65:35 (v/v), de la manera más preferente, de 10:90 (v/v) a 50:50 (v/v).
- Dependiendo del volumen dividido entre la tercera corriente enfriada y la primera corriente, la tercera corriente enfriada tiene una cierta presión y contribuye a la velocidad superficial del gas de la corriente que fluye hacia arriba en la zona media del reactor.
- La diferencia de presión entre la tercera corriente enfriada y la presión de polimerización en el reactor de polimerización de gas-sólidos, ΔP , es de, como mínimo, 0,1 bar, preferentemente de, como mínimo, 0,3 bar, de la manera más preferente de, como mínimo, 0,5 bar. El límite superior para la diferencia de presión no suele ser superior a 10 bar, preferentemente, no superior a 7 bar.
- Es preferente además que la velocidad superficial del gas de la corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media del reactor sea de 0,3 a 1,2 m/s, más preferentemente, de 0,4 a 1,0 m/s, de la manera más preferente de 0,5 a 0,9 m/s.
- De este modo, la velocidad superficial del gas de la primera corriente de gas de fluidización introducida en la zona inferior es, preferentemente, menor que la velocidad superficial del gas de la corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media y, preferentemente, está en el intervalo de 0,1 a 1,3 m/s, más preferentemente, de 0,15 a 1,1 m/s, de la manera más preferente, de 0,2 a 1,0 m/s.
- La densidad aparente de la fase densa durante la polimerización está en el intervalo de 100 a 500 kg/m³, preferentemente de 120 a 470 kg/m³, de la manera más preferente de 150 a 450 kg/m³.
- Beneficios de la invención**
- Se ha descubierto que, en el proceso de la presente invención, se puede obtener una mayor densidad aparente de la fase densa durante todo el proceso de polimerización.
- Como consecuencia del proceso de la presente invención, el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos puede funcionar con un rendimiento espaciotemporal o una tasa de producción basada en volumen más elevados, lo que aumenta el rendimiento o la capacidad del reactor.

5 Sin pretender quedar limitado por la teoría, se cree que el aumento de la densidad aparente es el resultado de una
 10 reducción de las burbujas de gas en las zonas inferior y media del reactor. Además, el movimiento axial del polvo de
 poliolefina en la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos está perturbado por la
 alimentación de la tercera corriente enfriada, de tal manera que el contenido gaseoso (y sólido opcional) en la parte
 superior de la zona media y la zona superior del reactor se acelera permanentemente en una dirección. La tercera
 corriente enfriada introducida acelera el flujo descendente de sólidos poliméricos cerca de la pared de la zona
 media. Este efecto permite la destrucción de las fuentes de polvo de poliolefina que se mueven axialmente y
 contribuye a separar el gas y los sólidos, con sólidos que se mueven hacia abajo a lo largo de la pared, "raspando"
 permanentemente la pared, de modo que se elimina el polvo adhesivo y se pueden suprimir las laminaciones en la
 pared, mejorando de este modo el funcionamiento del reactor.

15 Como consecuencia, se reduce el arrastre de partículas de poliolefina del o de los monómeros de olefina a la
 segunda corriente retirada desde la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos,
 aumentando de este modo la eficiencia de separación gas-sólidos y al mismo tiempo, no se sacrifica la capacidad de
 enfriamiento del proceso.

Figuras

20 La figura 1 muestra una realización del proceso de polimerización, según la presente invención, en un reactor de
 lecho fluidizado con una rejilla de fluidización.

Signos de referencia

- 25 1 reactor de lecho fluidizado
- 2 zona inferior
- 3 zona media
- 30 4 zona superior (zona de desacoplamiento)
- 5 lecho fluidizado (zona densa)
- 35 6 primera corriente de gas fluidizado
- 7 segunda corriente de gas fluidizado
- 8 compresor
- 40 9 segunda corriente de gas fluidizado comprimida
- 10 enfriador
- 45 11 segunda corriente de gas fluidizado enfriada
- 12 tercera corriente de gas fluidizado enfriada
- 13 puertos de alimentación para la tercera corriente de gas fluidizado enfriada
- 50 14 puerto de alimentación para el catalizador de polimerización
- 15 retirada de polímero
- 55 16 rejilla de fluidización

Descripción de la figura 1

60 La figura 1 muestra una realización del sistema del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos, según la
 presente invención. El reactor de lecho fluidizado (1) comprende una zona inferior (2), una zona media (3) y una
 zona de desacoplamiento como zona superior (4). La zona media (3) y la zona inferior (2) están separadas por la
 rejilla de fluidización (16). La primera corriente de gas fluidizado (6) entra en el reactor de lecho fluidizado (1) a
 través de la zona inferior (2) y fluye hacia arriba, pasando de este modo la rejilla de fluidización (16) y entrando en la
 zona media (3). Debido a la forma sustancialmente cilíndrica de la zona media (3), la velocidad del gas es constante
 65 de modo que, encima de la rejilla de fluidización (16), se establece el lecho fluidizado (5) en la zona media (3).
 Debido a la forma cónica de la zona de desacoplamiento (4), el gas que entra en la zona de desacoplamiento (4) se

5 expande de modo que el gas se desacopla del producto de poliolefina de la reacción de polimerización, de modo que el lecho fluidizado (5) queda confinado en la zona media (3) y la parte inferior de la zona de desacoplamiento (4). El catalizador de polimerización junto con el polvo de poliolefina opcional polimerizado en las etapas de polimerización previas se introduce en el reactor de lecho fluidizado (1) a través del puerto de alimentación (14) directamente en el lecho fluidizado (5). El producto de poliolefina del proceso de polimerización se extrae del reactor de lecho fluidizado a través de la salida (15).

10 El gas fluidizado se retira de la zona de desacoplamiento (4) como segunda corriente de gas de fluidización (7) y se introduce en un compresor (8). La segunda corriente comprimida (9) se retira del compresor (8) y se introduce en un enfriador (10). La segunda corriente enfriada (11) se retira del enfriador (10) y se divide en una tercera corriente enfriada (12) y la primera corriente (6). La tercera corriente enfriada (12) se introduce en el lecho fluidizado (5) del reactor de lecho fluidizado (1) a través de uno o más puertos de alimentación (13), de tal manera que el gas fluidizado de la tercera corriente enfriada (12) se dirige hacia el lecho fluidizado (5).

15 La figura 2 muestra la definición del ángulo de introducción de la tercera corriente enfriada.

Signos de referencia

- 20 a proyección de la dirección de la tercera corriente enfriada
- b línea perpendicular
- c plano de proyección
- 25 d plano tangente
- e ubicación del puerto de alimentación
- f línea de intersección
- 30 g superficie generalmente cilíndrica de la zona media
- α ángulo de introducción
- 35 γ ángulo entre los planos (c) y (d)

Descripción de la figura 2

40 La figura 2 muestra la definición del ángulo de introducción α de la tercera corriente enfriada. Dicho ángulo de introducción (α) es el ángulo entre una proyección (a) y una línea perpendicular (b), considerando que la proyección (a) es la proyección de la dirección de la tercera corriente enfriada después de la introducción en el reactor en un plano de proyección (c), que cruza el plano tangente (d) de la forma generalmente cilíndrica (g) de la zona media en la ubicación de los uno o más puertos de alimentación (e) y a lo largo de una línea de intersección (f) entre el plano tangente (d) y la superficie generalmente cilíndrica (g) de la zona media, considerando que el plano de proyección (c) está ubicado perpendicular al plano tangente (d) ($\gamma = 90^\circ$) y considerando que la línea perpendicular (b) cruza la superficie generalmente cilíndrica (g) de la zona media en la ubicación del puerto de alimentación (e), es paralela al plano de proyección (c) y es perpendicular al plano tangente (d).

Ejemplos

50 Se utilizó un reactor de fase gaseosa equipado con una rejilla de fluidización y una zona de desacoplamiento para evaluar el efecto de dividir el gas de recirculación en el arrastre de sólidos. El reactor tenía un diámetro igual a 0,3 m y una altura igual a 1,5 m. Se siguieron las siguientes etapas del procedimiento experimental para todos los experimentos con gases:

- 55 i) Comenzar a inyectar gas de fluidización (GF) en el fondo del reactor de lecho fluidizado para formar la parte inferior del lecho fluidizado (LF)
- 60 ii) Alimentar el polvo de poliolefina con una alimentación de polvo de 7,65 kg/min a través del puerto de alimentación del catalizador para formar el lecho fluidizado (LF)
- 65 iii) Aumentar la densidad aparente (DA) del lecho fluidizado (LF) en la zona media del reactor de lecho fluidizado (densidad aparente = masa de polvo de polímero dividida por el volumen del reactor, excluyendo la zona de desacoplamiento) a, aproximadamente, 300 kg/m³

iv) Comenzar a inyectar gas de fluidización (es decir, gas de chorro (GC)) a través de un puerto de alimentación situado en la zona media del reactor de lecho fluidizado en un ángulo de introducción de 20 ° directamente en el lecho fluidizado (LF)

5 v) Detener la alimentación de polvo de polímero

vi) Mantener constante la alimentación de gas de fluidización (GF) mientras la densidad aparente (DA) disminuye con el tiempo debido al arrastre de polvo de polímero

10 Ejemplo de referencia 1

En este ejemplo se realizó un experimento de fluidización siguiendo el procedimiento descrito anteriormente sin utilizar gas de chorro (GC), de modo que todo el gas de fluidización se inyectara desde el fondo del reactor de lecho fluidizado. En la tabla 1 se ilustran las condiciones y resultados para el experimento de fluidización de referencia (es decir, división del gas de fluidización, velocidad superficial del gas de fluidización (GF) justo por encima de la rejilla de fluidización (VSG_{GF}), velocidad superficial combinada del gas de fluidización (GF) y el gas de chorro (GC) en la zona media (VSG_{total}), flujo de GF y DA).

Tabla 1: condiciones experimentales de fluidización sin gas de chorro (GC).

Condiciones	Valores
Diferencia de presión de GC [bar]	0
Flujo de GC [m^3/h] (% de división (v/v))	0 (0 % de división)
Velocidad de GC [m/h]	0
Flujo de GF [m^3/h] (% de división (v/v))	150,6 (100 % de división)
Alimentación total de gas [m^3/h]	150,6
VSG_{GF} [m/s]	0,61
VSG_{total} [m/s]	0,61

20 Se descubrió que a un flujo constante de GF, la densidad aparente disminuye de, aproximadamente, 300 kg/m^3 a, aproximadamente, 110 kg/m^3 en un tiempo de, aproximadamente, 40 minutos, debido al arrastre de polvo de polímero.

25 Ejemplo de la invención 2

Se repitió el ejemplo 1 dividiendo el flujo de gas de fluidización en un flujo de gas de chorro (GC) y un flujo de gas de fluidización (GF) con una división de 45:55 (v/v). En la tabla 2 se ilustran las condiciones y resultados para el experimento de fluidización de referencia (es decir, división del gas de fluidización, velocidad superficial del gas de fluidización (GF) justo por encima de la rejilla de fluidización (VSG_{GF}), velocidad superficial combinada del gas de fluidización (GF) y el gas de chorro (GC) en la zona media (VSG_{total}), flujo de GF y DA).

Tabla 2: condiciones experimentales de fluidización con una división GC:GF de 45:55 (v/v).

Condiciones	Valores
Diferencia de presión de GC [bar]	5
Flujo de GC [m^3/h] (% de división (v/v))	68,0 (45,3 % de división)
Velocidad de GC [m/h]	1.053
Temperatura de GC [°C]	25
Flujo de GF [m^3/h] (% de división (v/v))	82,1 (54,7 % de división)
Alimentación total de gas [m^3/h]	150,1
VSG_{GF} [m/s]	0,33
VSG_{total} [m/s]	0,61

35 Se descubrió que a un flujo de GF constante, el flujo de GC adicional minimiza el arrastre de polvo de polímero, lo que se puede observar en la densidad aparente que solo disminuyó de, aproximadamente, 300 kg/m^3 a aproximadamente, 200 kg/m^3 en un tiempo de, aproximadamente, 44 minutos.

40 Ejemplo de la invención 3

Se repitió el ejemplo 1 dividiendo el flujo de gas de fluidización en un flujo de gas de chorro (GC) y un flujo de gas de fluidización (GF) con una división de 15:85 (v/v). En la tabla 3 se ilustran las condiciones y resultados para el experimento de fluidización de referencia (es decir, división del gas de fluidización, velocidad superficial del gas de fluidización (GF) justo por encima de la rejilla de fluidización (VSG_{GF}), velocidad superficial combinada del gas de fluidización (GF) y el gas de chorro (GC) en la zona media (VSG_{total}), flujo de GF y DA).

45

Tabla 3: condiciones experimentales de fluidización con una división GC:GF de 15:85 (v/v).

Condiciones	Valores
Diferencia de presión de GC [bar]	1
Flujo de GC [m ³ /h] (% de división (v/v))	23,3 (15,3 % de división)
Velocidad de GC [m/h]	515
Temperatura de GC [°C]	25
Flujo de GF [m ³ /h] (% de división (v/v))	129,1 (84,7 % de división)
Alimentación total de gas [m ³ /h]	152,3
VSG _{GF} [m/s]	0,52
VSG _{total} [m/s]	0,62

Se descubrió que a un flujo constante de GF, incluso una cantidad menor de flujo de GC minimiza el arrastre de polvo de polímero, lo que se puede observar en la densidad aparente que solo disminuyó de, aproximadamente 320 kg/m³ a, aproximadamente, 160 kg/m³ en un tiempo de, aproximadamente, 46 minutos.

Experimentos adicionales:

El reactor de fase gaseosa mencionado anteriormente se utilizó adicionalmente con las siguientes etapas del procedimiento experimental:

i) Comenzar a inyectar gas de fluidización (GF) en el fondo del reactor de lecho fluidizado para formar la parte inferior del lecho fluidizado (LF)

ii) Alimentar polvo de poliolefina con una alimentación de polvo de 7,65 kg/min a través del puerto de alimentación del catalizador para formar el lecho fluidizado (LF)

iii) Aumentar la densidad aparente del lecho fluidizado (LF) en la zona media del reactor de lecho fluidizado (densidad aparente = masa de polvo de polímero dividida por el volumen del reactor, excluyendo la zona de desacoplamiento) a, aproximadamente, 350 kg/m³

iv) Comenzar a inyectar gas de fluidización (es decir, gas de chorro (GC)) a través de un puerto de alimentación situado en la zona de desacoplamiento del reactor de lecho fluidizado, que tiene un ángulo de introducción de 20 °. Como la zona de desacoplamiento no tiene forma cilíndrica, el ángulo de introducción se define por que la línea perpendicular (b) no es perpendicular al plano tangente (d), sino a una línea que cruza la ubicación de los uno o más puertos de alimentación (e) y se extiende paralela a la superficie generalmente cilíndrica (g) de la zona media.

v) Detener la alimentación de polvo de polímero

vi) Mantener constante la alimentación de gas de fluidización (GF) mientras la densidad aparente (DA) disminuye con el tiempo debido al arrastre de polvo de polímero

Ejemplo de referencia 4

En este ejemplo, se realizó un experimento de fluidización siguiendo el procedimiento descrito anteriormente sin utilizar gas de chorro (GC) de modo que todo el gas de fluidización se inyecta desde el fondo del reactor de lecho fluidizado. En la tabla 4 se ilustran las condiciones y resultados para el experimento de fluidización de referencia (es decir, división del gas de fluidización, velocidad superficial del gas de fluidización (GF) justo por encima de la rejilla de fluidización (VSG_{GF}), velocidad superficial combinada del gas de fluidización (GF) y el gas de chorro (GC) en la zona media (VSG_{total}), flujo de GF y DA).

Tabla 4: condiciones experimentales de fluidización sin gas de chorro (GC).

Condiciones	Valores
Diferencia de presión de GC [bar]	0
Flujo de GC [m ³ /h] (% de división (v/v))	0 (0 % de división)
Velocidad de GC [m/h]	0
Flujo de GF [m ³ /h] (% de división (v/v))	150 (100 % de división)
Alimentación total de gas [m ³ /h]	150
VSG _{GF} [m/s]	0,60
VSG _{total} [m/s]	0,60

Se descubrió que a un flujo constante de GF, la densidad aparente disminuyó de, aproximadamente, 350 kg/m³ a, aproximadamente, 150 kg/m³ en un tiempo de, aproximadamente, 30 minutos debido al arrastre de polvo de polímero.

Ejemplo comparativo 5

- 5 Se repitió el ejemplo 4 dividiendo el flujo de gas de fluidización en un flujo de gas de chorro (GC) y un flujo de gas de fluidización (FD) con una división de 16:84 (v/v). En la tabla 5 se ilustran las condiciones y resultados para el experimento de fluidización de referencia (es decir, división del gas de fluidización, velocidad superficial del gas de fluidización (GF) justo por encima de la rejilla de fluidización (VSG_{GF}), velocidad superficial combinada del gas de fluidización (GF) y el gas de chorro (GC) en la zona media (VSG_{total}), flujo de GF y DA).
- 10 Tabla 5: condiciones de fluidización experimentales con una división GC:GF de 16:84 (v/v). El puerto de inyección de GC está ubicado en la zona de desacoplamiento en dirección descendente hacia la parte inferior de esa zona.

Condiciones	Valores
Diferencia de presión de GC [bar]	1
Flujo de GC [m ³ /h] (% de división (v/v))	24 (16 % de división)
Velocidad de GC [m/h]	156
Temperatura de GC [°C]	25
Flujo de GF [m ³ /h] (% de división (v/v))	126 (84 % de división)
Alimentación total de gas [m ³ /h]	150
VSG_{GF} [m/s]	0,504
VSG_{total} [m/s]	0,60

- 15 Se descubrió que con un flujo de GF constante, la adición del flujo de GC maximiza el arrastre de polvo de polímero, lo que se puede observar en la densidad aparente, que disminuye aún más de, aproximadamente, 350 kg/m³ a, aproximadamente, 110 kg/m³ en un tiempo de, aproximadamente, 30 minutos. Resultó evidente que introducir el flujo GC en la zona de desacoplamiento del reactor de fase gaseosa tiene un efecto negativo de arrastre de sólidos.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para polimerizar uno o más monómeros de olefina en un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos que comprende:

- una zona superior;
- una zona media, que comprende un extremo superior en contacto directo con dicha zona superior y que se encuentra debajo de dicha zona superior, teniendo la zona media una forma generalmente cilíndrica; y
- una zona inferior, que está en contacto directo con un extremo inferior de la zona media y que se encuentra debajo de la zona media;

que comprende las siguientes etapas:

- a) introducir una primera corriente de gas de fluidización en la zona inferior;
- b) polimerizar el o los monómeros de olefina en presencia de un catalizador de polimerización en una fase densa formada por partículas de un polímero del o de los monómeros de olefina suspendidas en una corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media;
- c) retirar una segunda corriente que comprende el gas de fluidización de la zona superior;
- d) introducir la segunda corriente en un enfriador;
- e) retirar la segunda corriente enfriada del enfriador; y
- f) dividir la segunda corriente enfriada en una tercera corriente enfriada y la primera corriente; y
- g) introducir la tercera corriente enfriada a través de uno o más puertos de alimentación en un área de alimentación de la zona media en la fase densa en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos

en el que

el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo superior y el 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media.

2. Proceso, según la reivindicación 1, en el que el área de alimentación de la zona media se encuentra entre el extremo superior de la zona media y el 70 % de la altura de la zona media, en relación con el extremo superior de la zona media.

3. Proceso, según las reivindicaciones 1 o 2, en el que la tercera corriente enfriada se introduce a través de los uno o más puertos de alimentación en la fase densa en la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos, en un ángulo de introducción de 5 ° a 75 °, preferentemente, de 10 ° a 65 °, de la manera más preferente, de 15 ° a 60 °, considerando que el ángulo de introducción es el ángulo entre

- la proyección de la dirección de la tercera corriente enfriada después de la introducción en el reactor en un plano de proyección, que cruza un plano tangente de la forma generalmente cilíndrica de la zona media en la ubicación de los uno o más puertos de alimentación y a lo largo de una línea de intersección entre el plano tangente y la superficie generalmente cilíndrica de la zona media, considerando que el plano de proyección está ubicado perpendicular al plano tangente, y

- una línea perpendicular, que

- cruza la superficie generalmente cilíndrica de la zona media en la ubicación de los uno o más puertos de alimentación,
- está ubicada paralela al plano de proyección, y
- es perpendicular al plano tangente.

4. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el número de puertos de alimentación para introducir la tercera corriente enfriada está en el intervalo de 1 a 15, preferentemente, de 2 a 10, más preferentemente, de 2 a 5.

5. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los puertos de alimentación están distribuidos a través del área de alimentación de la zona media del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos en dirección axial y/o radial, con la condición de que la tercera corriente enfriada se introduzca en la fase densa.

6. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la segunda corriente enfriada se divide en la tercera corriente enfriada y la primera corriente en una proporción de 5:95 (v/v) a 75:25 (v/v), preferentemente, de 7:93 (v/v) a 65:35 (v/v), de la manera más preferente, de 10:90 (v/v) a 50:50 (v/v).

7. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la diferencia de presión entre la tercera corriente enfriada y la presión de polimerización en el reactor de polimerización de gas-sólidos, ΔP , es de, como

mínimo, 0,1 bar, preferentemente de, como mínimo, 0,3 bar, de la manera más preferente de, como mínimo, 0,5 bar.

5 8. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la velocidad superficial del gas de la corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media es de 0,35 a 1,2 m/s, preferentemente, de 0,4 a 1,0 m/s, más preferentemente, de 0,5 a 0,9 m/s.

10 9. Proceso, según la reivindicación 8, en el que la velocidad superficial del gas de la primera corriente de gas de fluidización introducida en la zona inferior es menor que la velocidad superficial del gas de la corriente que fluye hacia arriba del gas de fluidización en la zona media y está en el intervalo de 0,1 a 1,3 m/s, preferentemente, de 0,15 a 1,1 m/s, más preferentemente, de 0,2 a 1,0 m/s.

15 10. Proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la densidad aparente de la fase densa durante la polimerización está en el intervalo de 100 a 500 kg/m³, preferentemente, de 120 a 470 kg/m³, de la manera más preferente, de 150 a 450 kg/m³.

11. Conjunto de reactor para polimerizar el o los monómeros de olefina que comprende un reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos (1) que comprende:

20 una zona superior (4);
 una zona media (3), que comprende un extremo superior en contacto directo con dicha zona superior (4) y que se encuentra debajo de dicha zona superior (4), teniendo la zona media (3) una forma generalmente cilíndrica; y
 una zona inferior (2), que está en contacto directo con un extremo inferior de la zona media (3) y que se encuentra debajo de dicha zona media (3);
 25 una primera tubería (7) para retirar una segunda corriente que comprende gas de fluidización desde la zona superior (4) del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos (1),
 un enfriador (10) para enfriar la segunda corriente;
 una segunda tubería (11) para retirar la segunda corriente enfriada del enfriador (10);
 una tercera tubería (6) que conecta la segunda tubería (11) y la zona inferior (2) del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos (1) para introducir una primera corriente de gas de fluidización en la zona inferior (2) del
 30 reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos (1),
 uno o más puertos de alimentación (13) ubicados en un área de alimentación de la zona media;
 una cuarta tubería (12) que conecta la segunda tubería (11) y los uno o más puertos de alimentación (13) para introducir una tercera corriente enfriada en la zona media (3) del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos (1)
 35 en el que
 el área de alimentación de la zona media se encuentra en la superficie de la zona media entre el extremo superior y el 50 % de la altura total de la zona media, considerando que el extremo inferior corresponde al 0 % y el extremo superior corresponde al 100 % de la altura total de la zona media.

40 12. Conjunto de reactor, según la reivindicación 11, en el que el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos es un reactor de lecho fluidizado que comprende una rejilla de fluidización.

45 13. Conjunto de reactor, según la reivindicación 11, en el que el reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos es un reactor de lecho fluidizado que comprende una zona superior que tiene una forma generalmente cónica, una zona media en contacto directo con y debajo de dicha zona superior que tiene una forma generalmente cilíndrica, una zona inferior en contacto directo con y debajo de la zona media y que tiene una forma generalmente cónica que no contiene una rejilla de fluidización.

50 14. Utilización del proceso, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, para reducir el arrastre de partículas de la poliolefina del o de los monómeros de olefina a la segunda corriente retirada de la zona superior del reactor de polimerización de olefinas de gas-sólidos.

55 15. Utilización del proceso, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, para aumentar la densidad aparente de la fase densa durante la polimerización.

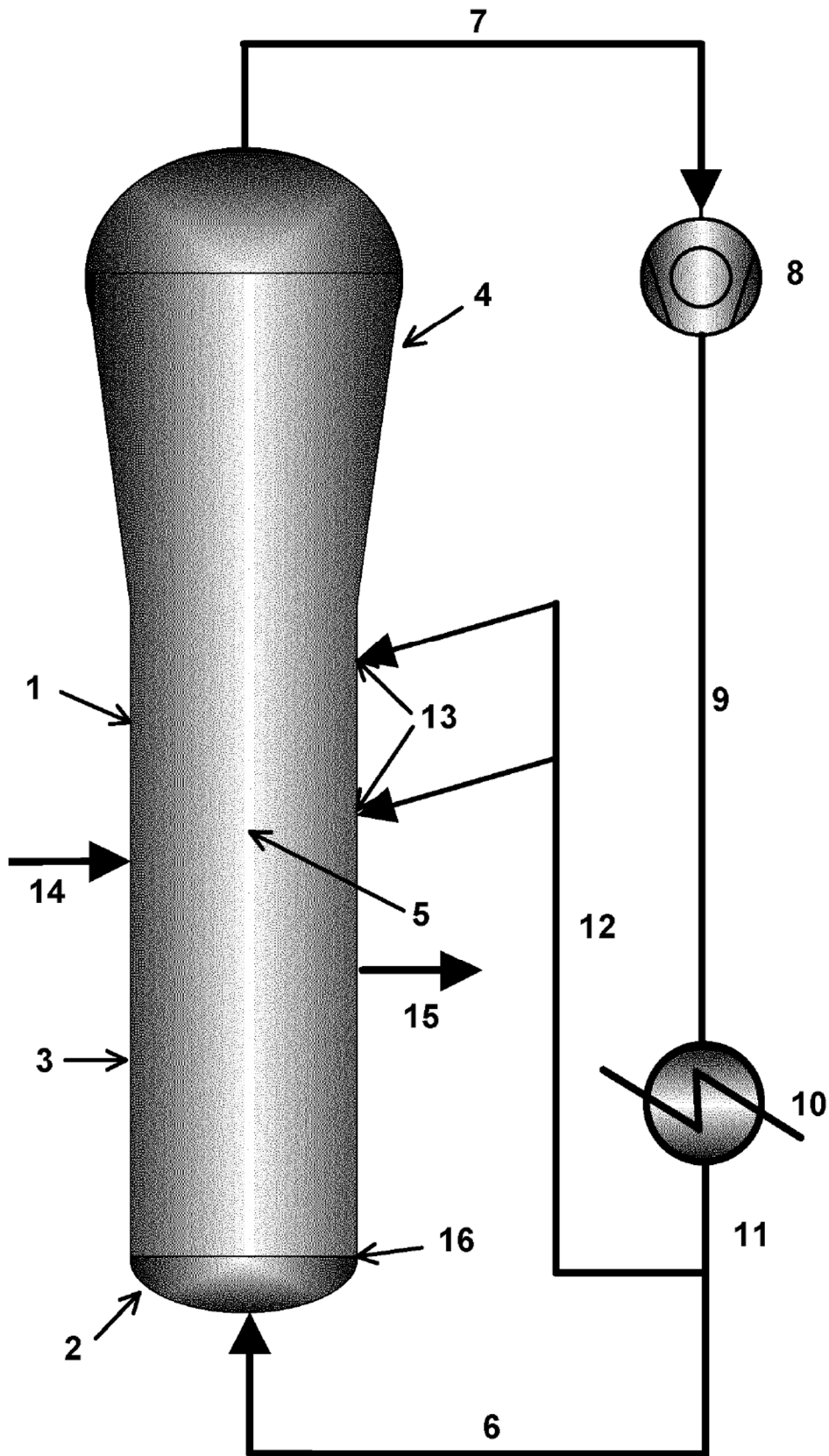


Fig 1

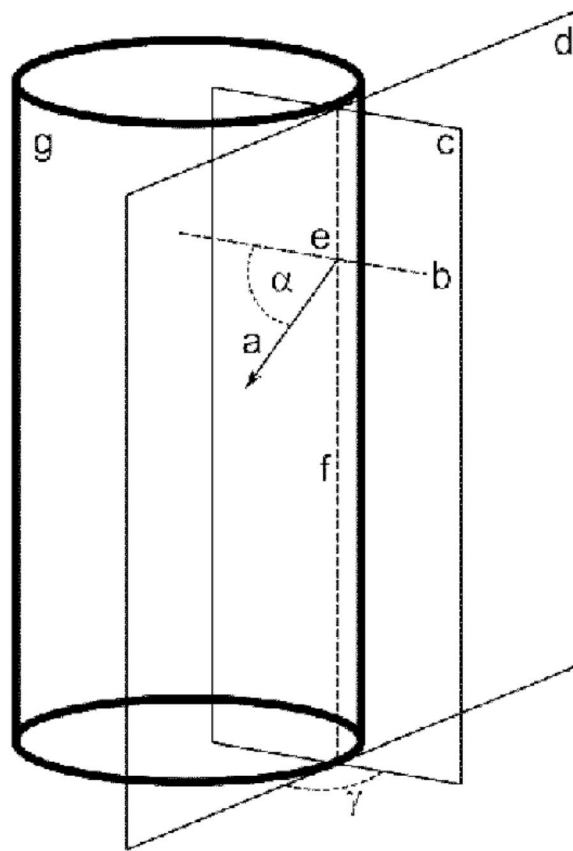


Fig. 2

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 *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

- US 5428118 A
- WO 2017025330 A1
- 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

10