

414226

PATENTE DE INVENCION

Docket No. 2230.

414226



Ent. Cl. C O 8 F

F. E. 24-4-75

Memoria Descriptiva
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZACION DE UNA OLEFINA

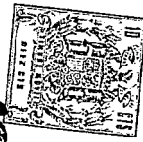
=====

Solicitante: NATIONAL PETRO-CHEMICALS CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 99 Park Avenue, City and State of New York, EE.UU. de A.

=====

La presente invención se relaciona con un procedimiento mejorado para extraer una lechada de polímero desde una zona de polimerización.

En la polimerización de olefinas de acuerdo con
5. el proceso de polimerización en forma de partículas, el



efluente del reactor de polimerización se encuentra en forma de una lechada del polímero olefínico sólido en un diluyente. Con anterioridad se han propuesto muchos métodos para la separación de la lechada de producto del reactor de polimerización y para la ulterior separación del diluyente líquido del polímero sólido. La presente invención proporciona un procedimiento mejorado para separar la lechada de polímero del reactor de polimerización y para separar el polímero sólido de una porción principal del diluyente, con lo cual se facilita y simplifica la ulterior recuperación del producto deseado.

Ya es conocido realizar la polimerización en forma de partículas de etileno, por ejemplo, en un reactor tubular continuo del cual puede extraerse la lechada de producto a través de un brazo o brazos de decantación los cuales son periódicamente descargados. El empleo de dicho sistema posee ciertos problemas a la vista de la relativa complejidad mecánica de los brazos de decantación y a las pulsaciones indeseables de presión que se crean en el reactor tubular mediante la descarga periódica de los brazos de decantación.

Se ha descubierto ahora un procedimiento mediante el cual la lechada de producto puede extraerse fácil y eficazmente del reactor de polimerización sin emplear los citados brazos de decantación y sin sus desventajas concomitantes, separándose simultáneamente el polímero sólido, en su mayor parte, del diluyente líquido y recuperándose en forma concentrada lo que facilita el post-tratamiento de forma eficaz y económica. Estos y otros objetos de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, tomada en conexión con el dibujo adjunto el cual

- 3 414226



constituye un diagrama de flujo que representa una porción de un sistema de reacción que incorpora el presente proceso de separación mejorado.

- De acuerdo con la invención, se proporciona un
5. procedimiento para la polimerización de una olefina en el cual se produce una lechada del polímero olefínico sólido en el interior de una zona de polimerización, siendo separada la lechada de la zona y separándose el polímero sólido del diluyente líquido y de cualquier monómero sin reaccionar mezclado con el mismo, cuyo proceso comprende separar el polímero sólido pasando directamente la lechada de producto a través de una zona de separación, extraer una corriente de flujo superior de la zona de separación concentrada en el diluyente líquido, extraer una corriente de flujo inferior de
 10. la zona de separación concentrada en el polímero sólido, tomar una porción de la corriente de flujo inferior para recuperar el polímero sólido, combinar la corriente de flujo superior con la corriente de flujo inferior residual, y reciclar la mezcla resultante a la zona de polimerización.
 15. De este modo, proporcionando una disposición de by-pass en un separador ciclónico u otra zona de separación, se asegura un flujo liso y continuo de la lechada de producto desde el reactor y a través del sistema de separación.
 - 20.

- De acuerdo con otra característica de la invención,
25. el separador ciclónico u otra zona de separación, empleado, se conecta de tal modo al reactor de polimerización que se mantenga un gradiente de presión entre la región del reactor a partir de la cual se separa la lechada de polímero y aquella región a la cual se recicla la mezcla de recicló, proporcionando de este modo el gradiente de presión una energía
 - 30.



motriz para alimentar y reciclar las corrientes respectivas a y a través de la zona de separación.

- El empleo de un separador ciclónico en la separación de un polímero olefínico sólido de una lechada efluente de un reactor de polimerización, se describe en la Patente USA de Payne et al No. 3.418.305, concedida el 24 de diciembre de 1.968. Sin embargo, esta patente no sugiere la derivación (by-passing) de la corriente de flujo superior procedente de dicho separador y el reciclaje de la misma junto con una porción de la corriente de flujo inferior del separador, para evitar el bloqueo y mantener un flujo volumétrico constante a través del sistema de separación. Dicha patente no sugiere tampoco la conexión del separador ciclónico a través del reactor de polimerización de modo tal que se cree un gradiente de presión entre la toma del o reciclaje al reactor, cuyo gradiente motiva la corriente de fluido a través del sistema de separación. Estas características, junto con la eliminación del empleo de los brazos de decantación utilizados generalmente para separar lechadas de productos de polímeros olefínicos producidas en el proceso de polimerización en forma de partículas, son las que caracterizan a la presente invención.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- El presente procedimiento puede utilizarse en la separación de cualquier polímero olefínico de una lechada que contiene a dicho polímero olefínico en un diluyente líquido adecuado, formada en la técnica ya bien conocida de forma de partículas para la polimerización de monómeros olefínicos. La presente técnica de separación es particularmente útil en combinación con polimerizaciones de olefinas realizadas en reactores tubulares continuos, tal y como se
- 25.
- 30.



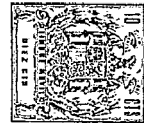
describen, por ejemplo, en la Patente de Norwood No.

- 3.248.179. Igualmente, puede utilizarse en cooperación con cualquiera de las diversas operaciones de secado del polímero o separación del diluyente y de recuperación o reciclado descritas, por ejemplo, en la Patente de Scoggin et al No.

5. 3.152.872, concedida el 13 de octubre de 1.964, Patente de Dietz No. 3.318.857 concedida el 9 de mayo de 1.967 o en la citada Patente de Payne et al No. 3.418.305.

10. La presente invención es útil en la separación y recuperación de polímeros de cualesquiera α -olefinas adecuadas formados de acuerdo con las técnicas conocidas de polimerización a baja presión, realizadas en presencia de óxido de cromo, compuestos organometálicos u otros sistemas catalíticas. Preferiblemente, el proceso se utiliza en la separación
15. de polímeros de etileno formados sobre catalizadores organometálicos. Alternativamente, sin embargo, puede utilizarse en conexión con la polimerización de cualquiera de los monómeros, empleando cualquiera de los catalizadores, o en presencia de los diluyentes, modificadores o similares, y
20. utilizando temperaturas de reacción, presiones y otros parámetros ya conocidos, que se utilizan generalmente en la técnica. Dichas composiciones y condiciones del proceso con las cuales puede utilizarse el proceso de separación de esta invención, se describen, por ejemplo, en las patentes antes men
25. cionadas las cuales, como se comprenderá, solo se citan con fines ilustrativos.

30. En una forma particularmente preferida de la invención, ilustrada en el diagrama de flujos adjunto, se muestra un reactor tubular 1 en el cual se alimentan, a través de una línea 4, una corriente de monómero olefínico 2 y una



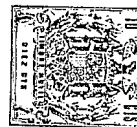
corriente de diluyente 3. Igualmente, y a través de una línea separada 5, se introduce en el reactor tubular 1, un catalizador, adecuadamente en forma de una suspensión en el diluyente. La mezcla de reacción se hace circular continuamente a través del reactor, en la dirección designada por las flechas 6, mediante un impulsor 7 conectado a través de una junta apropiada y accionado por un motor 8. Las condiciones de temperatura y presión dentro del reactor tubular son controladas adecuadamente para efectuar la polimerización del monómero olefínico que circula continuamente por todo el reactor y para formar una lechada del polímero olefínico sólido deseado dentro del reactor.

De acuerdo con esta invención, la lechada de polímero se extrae del reactor tubular 1 a través de una línea 10 valvulada (9) dirigiéndose al interior y a través de un separador ciclónico 11. El separador actúa como un espesador ciclónico de líquidos, tendiendo a separarse las partículas de polímero sólidas relativamente grandes como una corriente de flujo inferior y tendiendo a separarse el diluyente líquido junto con cualquier monómero residual u otros fluidos y finos, como una corriente de flujo superior. La corriente de flujo inferior enriquecida en polímero sólido se separa como la corriente 12, tomándose una porción de la misma a través de la línea 14 valvulada (13) para la recuperación, reciclándose la porción residual de la misma a través de la línea 15. La corriente de flujo superior, por otro lado, se separa del reactor a través de una línea 16 by-pass, se combina con la corriente de flujo inferior residual de la línea 15 y se recicla al reactor 1 a través de una línea 18 valvulada (17). Esta línea by-pass la cual, como antes se ha indicado, ase-



gura un flujo volumétrico constante a través del separador ciclónico y evita el bloqueo del mismo por las lechadas de elevados contenidos en sólidos, es la que se alimenta a través del sistema.

5. La lechada de producto separada por la línea 14 está enriquecida en el producto de polímero sólido deseado. Por ejemplo, las lechadas conteniendo polietileno que tienen contenidos en sólidos del orden del 40 al 65 % en peso aproximadamente, pueden de este modo separarse y extraerse para su
10. ulterior secado y recuperación. Mediante la utilización de la presente técnica de separación, es posible disminuir el ulterior post-tratamiento a la vez que se efectúa simultáneamente por lo menos una clasificación parcial del polímero deseado. El producto de polímero concentrado se trata entonces
15. convencionalmente, por ejemplo, en una tolva de descarga 19, siendo recuperado el polímero sólido a través de la línea 20 y retirándose el diluyente vaporizado a través de la línea 21 (véase, por ejemplo, la citada Patente de Scoggin et al No. 3.152.872).
20. En adición, deberá observarse que la línea 10 de toma de lechada y la línea de recicló 18 están conectadas al reactor tubular 1 aguas abajo y aguas arriba, respectivamente, del impulsor 7 para la mezcla de reacción. La caída de
25. presión a través de esta bomba proporciona un gradiente de presión que sirve para motivar el flujo de fluido a través de la línea 10 al interior del separador ciclónico 11, a través del sistema de separación y a través de la línea de retorno o recicló 18. Empleando un impulsor axial que opera a 90.000 litros/minuto a una presión de $0,65 \text{ kg/cm}^2$, pueden
30. establecerse de este modo gradientes de $0,35$ a $0,7 \text{ kg/cm}^2$



aproximadamente.

- Del modo descrito anteriormente, las lechadas de polímero extraídas del reactor tubular 1 a través de la línea 10 y que tienen contenidos en sólidos del 25 % en peso aproximadamente, pueden concentrarse fácilmente a lechadas de producto recuperadas a través de la línea 14 que tienen contenidos en sólido de hasta un 65 % en peso aproximadamente. Todo ésto se realiza, como anteriormente se ha indicado, sin el empleo de brazos de decantación, sin problemas de bloqueo y sin la necesidad de medios de bombeo externos (motivando la separación las diferencias de presión existentes dentro del reactor tubular mismo).

N O T A

=====

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el No. de Ser. 249.328 de 1 de mayo de 1972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZACION DE UNA OLEFINA; caracterizándose por lo siguiente:

- 1.- Procedimiento para la polimerización de una olefina, en el cual se produce, dentro de una zona de polimerización, una lechada del polímero olefínico sólido, se separa la lechada de la zona y el polímero sólido se separa de

30.



- un diluyente líquido y de cualquier monómero sin reaccionar; caracterizado porque comprende las etapas de: (a) separar el polímero sólido pasando directamente la lechada de producto a través de una zona de separación; (b) separar una corriente de flujo superior de la zona de separación concentrada en el diluyente líquido; (c) separar una corriente de flujo inferior de la zona de separación, concentrada en el polímero sólido; (d) tomar una porción de la corriente de flujo inferior para recuperar el polímero sólido; (e) combinar la corriente de flujo superior con la porción residual de la corriente de flujo inferior; y (f) reciclar la mezcla resultante a la zona de polimerización.
- 5.
- 10.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se mantiene un gradiente de presión en la zona de polimerización entre la región de la cual se extrae la lechada de polímero y la región a la cual se retorna la mezcla de reciclo, efectuando el gradiente de presión la alimentación y reciclo de las corrientes respectivas a y a través de la zona de separación.

15.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el gradiente de presión es de 0,35 a 0,7 kg/cm².

20.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la olefina es etileno.

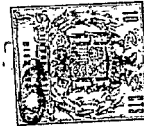
25.

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la polimerización se efectúa en una zona de reacción tubular continua.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 4 y 5, caracterizado porque la corriente de producto que contiene

30.

ky



polietileno, recuperada en la etapa (d), tiene un contenido en sólidos del 40 al 65 % en peso.

5. 7.- Procedimiento para la polimerización de una olefina, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 de Agosto de 1973

NATIONAL PETRO-CHEMICALS CORPORATION.

L. GOMEZ ACEBO Y MONTE
p. p. Firmado: L. Gasta Fernández

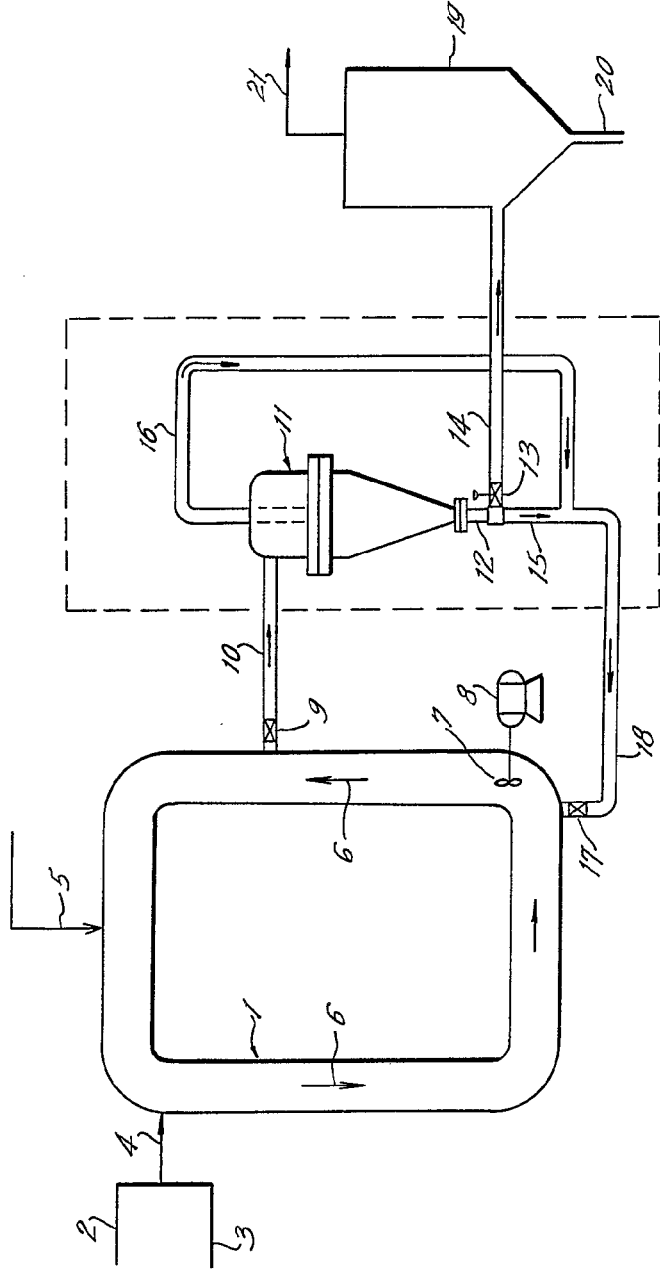
Rey

414226

414226



ESCALA VARIABLE



31 ABR. 1973

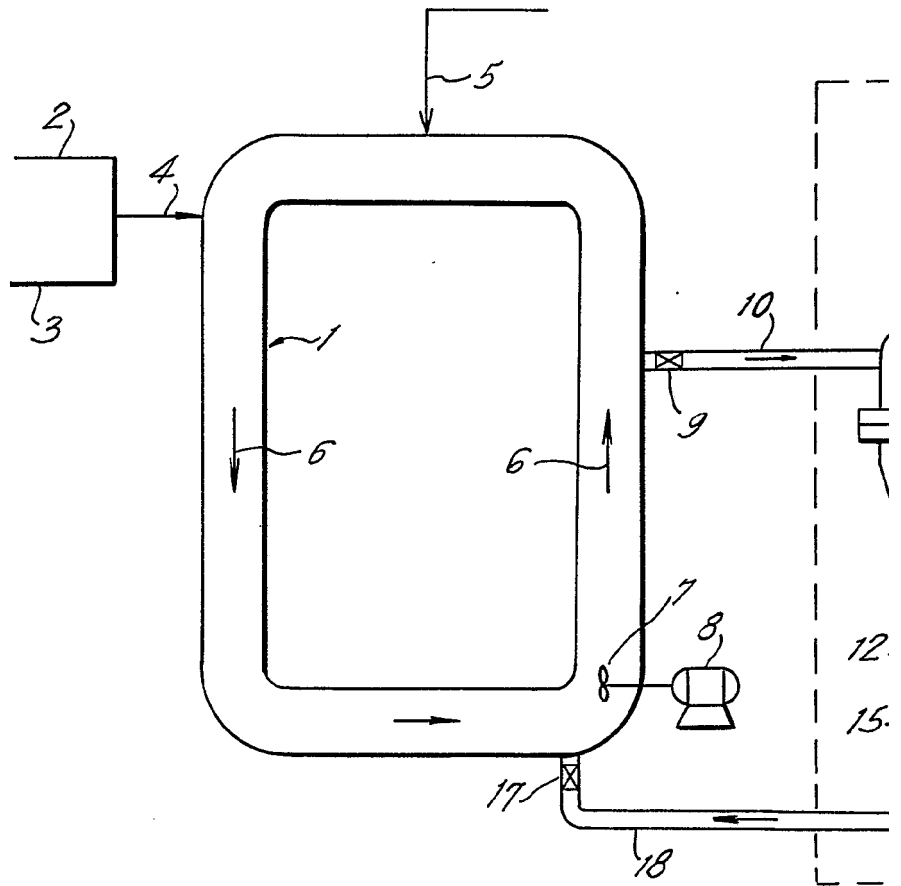
A. GOMEZ ABEJO Y MORET
P. P. FUMADO L. GARCIA FERRELLER

Ms. 112

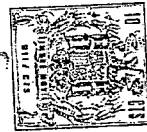
[Handwritten signature]

NATIONAL PETRO-CHEMICALS
CORPORATION

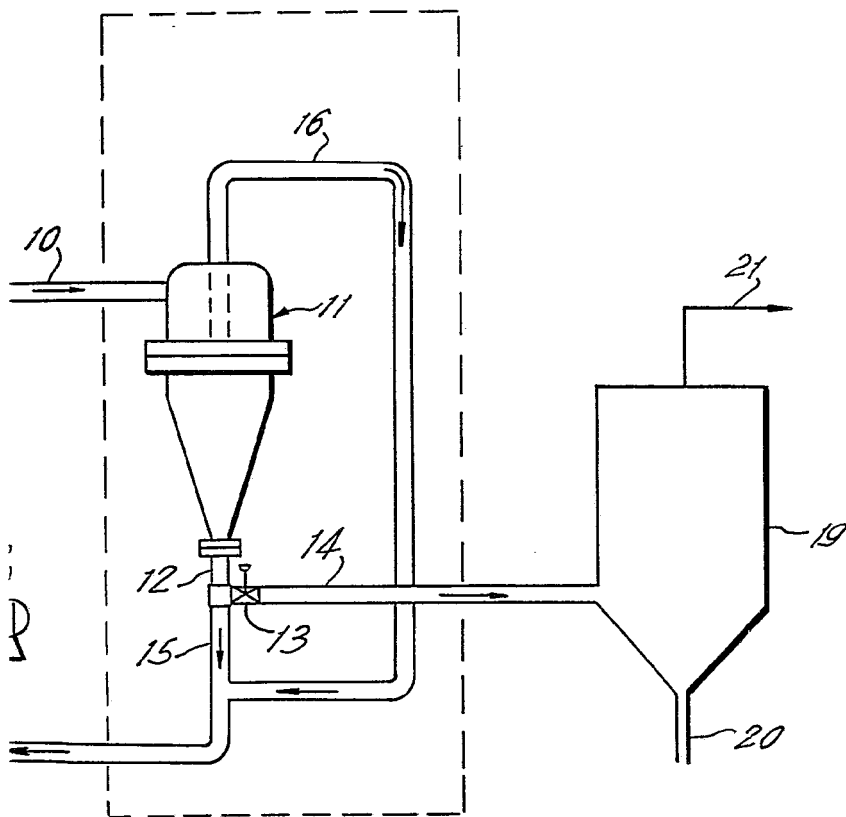
414226



414226



1973



**ESCALA
VARIABLE**

30 ABR. 1973

Ma 542

A. GOMEZ ACEBO Y MOJER
p. p. Firmado: L. Goetz Fernández