



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 97109659.7

[43] 授权公告日 2003 年 3 月 5 日

[11] 授权公告号 CN 1102599C

[22] 申请日 1997.3.27 [21] 申请号 97109659.7

[30] 优先权

[32] 1996. 3.28 [33] US [31] 623016

[71] 专利权人 联合碳化化学品及塑料技术公司

地址 美国康涅狄格州

[72] 发明人 L · L · 杰科伯森 李圭希

J · R · 帕里什

[56] 参考文献

DYNAMIC MODELING OF PRODUCT GRADE TRANSITION FOR OLDFIN POLM 1994 - 03 - 01 J. A. Debling

OPTIMAL GRADE TRANSITION IN A GAS PHASE POLY-ETHYLENE REACTOR 1992 - 10 - 01 NcAuley

审查员 仲惟兵

[74] 专利代理机构 北京纪凯知识产权代理有限公司

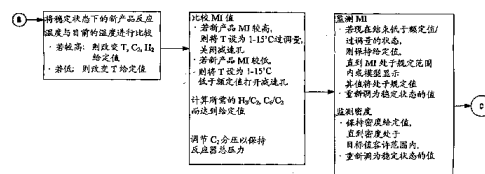
代理人 程 伟

权利要求书 2 页 说明书 11 页 附图 5 页

[54] 发明名称 控制气相流化床聚合反应器的方法

[57] 摘要

用产品融体指数, 反应温度和控制反应体的分压实现气相聚合反应器的控制。



1、一种在反应器内当在第一种给定条件下生成的第一种产品转变成在第二种给定条件下生成的第二种产品时控制气相聚合反应的方法，所述的工艺包括步骤如下：

(a) 比较第一产品反应温度和第二产品反应温度，如果第二产品反应温度低于第一产品反应温度则改变产品反应温度给定值到第二产品反应温度；

(b) 调整融体指数给定值高于要求的第二产品融体指数值 0—150% 或低于要求的第二产品融体指数值 0—70%；

10 (c) 调整反应温度给定值到下列值：如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值则其值在所要求的第二产品反应温度以上 1—15℃，或者如果第二产品融体指数值低于第一产品融体指数值则其值在实际的第二产品反应温度以下 1—15℃；

15 (d) 调整产品限速反应分压给定值到下列值：如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值则其值在第一产品限速反应分压以下 1—25psig，或者如果第二产品融体指数值低于第一产品融体指数值则其值在第一产品限速反应分压以上 1—25psig；

20 (e) 保持所述的融体指数给定值，温度给定值和限速反应体分压给定值，直到所述的聚合产品显示平均融体指数和平均产品密度在所要求的第二产品融体指数值和第二产品密度值的容许范围内；

(f) 改变所述的融体指数给定值到所要求的第二产品融体指数值；

25 (g) 改变所述的产品反应温度给定值到下列值：如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值则其值在所要求的第二产品反应温度以上 0—15℃，或者如果第二产品融体指数值低于第一产品融体指数值则其值在所要求的第二产品反应温度以下 0—15℃；

(h) 改变所述的限速分压给定值到下列值：(I) 如果第二融体指数值大于第一融体指数值则其值在所要求的第二产品限速分压以下 0—25psig，或者 (II) 如果第二融体指数值小于第一融体指数值则其值在所要求的第二产品限速分压以上 0—25psig；

30 (i) 当反应产品显示平均融体指数值在第二产品融体指数值的容许范围内时，

改变反应温度给定值和限速反应分压给定值到要求的第二产品反应温度和第二限速反应体分压值。

2、按照权利要求1的方法，其中第一产品的融体指数高于第二产品融体指数，所述的方法还包括在所述的反应器内从气体量中排除氢气。

- 5 3、按照权利要求2的方法，其特征在于通过每小时排除所述气体量的1—8wt %排除氢气。

4、按照权利要求2的方法，其特征在于在氢化催化剂上通过至少一部分气体量排除氢气。

5、按照权利要求1的方法，其特征在于所述的限速反应体是乙烯。

- 10 6、按照权利要求1的方法，其特征在于所述的第一产品和所述的第二产品是在相同要求的产品容许范围内，聚合反应是在稳态下生产。

7、按照权利要求6的方法，其特征在于所述的第一种产品选自乙烯均聚物，丙烯均聚物，乙烯和至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃的共聚物，乙烯、至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃和二烯的三元共聚物。

- 15 8、按照权利要求7的方法，其特征在于所述的第一种产品选自乙烯—丙烯共聚物，乙烯—丁烯共聚物，乙烯—己烯共聚物和乙烯丙烯—二烯橡胶，丙烯和至少一种 $C_4-C_{12}\alpha$ 烯烃的共聚物，丙烯己烯共聚物，聚丁二烯和聚异戊二烯。

9、按照权利要求1的方法，其特征在于所述的第一种产品和第二种产品是不同产品级别的，聚合反应改变生成第一种产品的条件到生成第二种产品的条件。

- 20 10、按照权利要求1的方法，其特征在于所述的第一种产品选自乙烯均聚物，丙烯均聚物，乙烯和至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃的共聚物，乙烯、至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃和二烯的三元共聚物。

11、按照权利要求10的方法，其特征在于所述的第一种产品选自乙烯—丙烯共聚物，乙烯—丁烯共聚物，乙烯—己烯共聚物和乙烯丙烯—二烯橡胶，丙烯和至

- 25 少一种 $C_4-C_{12}\alpha$ 烯烃的共聚物，聚丁二烯和聚异戊二烯。

控制气相流化床聚合反应器的方法

5 本发明涉及一种控制气相流化床反应器操作的方法，以达到当从一种类型的产品转变成另一种类型的产品或者在控制稳态生产中的波动时，能够缩短转变的时间以及减小其体积。

今天，可以调整在烯烃聚合反应器中使用的流化床技术以生产出许多种类的产品，这已在聚乙烯生产中得到很好的证实。目前，还经常要求流化床系统
10 生产树脂用于注射模塑，吹塑模塑，旋转模塑产品，线缆涂料，管道和制管以及薄膜。流化床技术广泛用于制造各种各样的聚烯烃产品例如：聚乙烯，聚丙烯， $C_4 - C_{12}\alpha$ 链烯；乙烯-丙烯-二烯单体（EPDM），聚丁二烯，聚异戊二烯和其它橡胶的均聚物和共聚物。一般，聚合物产品通过给定的反应系统用相同的反应体，不同的比例，和不同的温度制得。这些聚合物产品的每个都可用
15 许多不同性质和等级的树脂制造。每个等级的聚合物产品在其例如密度和融体指数性质上都具有狭窄的范围。

为生产特定类型的聚合物所用的反应器的时间跨度取决于产品的市场要求。一些产品可流行几周而不会变化，生产的另一些产品时间周期可能非常短。令人遗憾的是，为调整到新的条件（例如温度，反应物压力，和反应物比
20 率）和稳定地转变并且其性能（例如融体指数点和密度）不是在老产品或是新产品内的生产中间物料的反应器需要时间。新产品不能瞬间制得并且要求可量化的在适合调整到新要求的条件的短暂周期。同样的，在不变条件例如在“稳态”下的反应器操作可产生波动，从而造成“不合格”物料产品。这种带来经济损失的不合格物料希望减至最少。

25 通常，用于气相流化床聚合反应器的工业控制系统容许操作机构控制的反应器通过使操作机构选择需要的融体指数和密度进行设计。这些性能的相互关系由于操作机构和在现有技术中用于特定反应器设计和所使用的催化剂，通常已为人们所知了。

现有技术已经设计了许多方法降低瞬时值，不合格物料。一般，这些方法
30 包括一些对在最大要求值的或是在最大要求值（拨入转变和过调量）以上的新

的值的自动控制流体流/比率控制器，完全除去反应气体（气体量），降低催化剂水平（低床层）和添加不反应气体（加入氮气）的结合。

DE 4, 241, 530 公开用一种破坏气体停止聚合反应，吹送气体量用于脱离反应器的反应，和改变用于新产品的的新气体量。这种方法减少了过渡物料，而
5 为最接近相关等级间的工业过渡量与排除原气体量和改变用于新量的有关费用太昂贵。因而，大量的同种物料等级间的最大转变通过调节反应条件来进行。
McAuley 等人（在气相聚乙烯反应器中的最佳等级转变（“Optimal Grade Transition in a Gas Phase Polyethylene Reactor”, *AIChE J.*, Vol. 38, NO. 10, 1992, pp. 1564-1576））公开了三种用于气相聚乙烯反应器的人工集中
10 转变对策。第一是调整控制过调量的融体指数和密度值，增加氢气供给量和共聚单体供给量以满足设计性能。实际要求的给定值是指测量元件指示生产出符合要求的产品的值。第二是提高温度和控制减速孔（slow vent）以移动已生成的产品的融体指数。第三是下降低床层催化剂水平，同时稳定的保持床层树脂滞留时间以减少不合格产品。

15 Debbling 等人（“用于烯烃聚合方法的产品等级转变的动态模型化”（“Dynamic Modeling of Product Grade Transitions for Olefin Polymerization Processes”, *AIChE J.*, Vol. 40, no. 3: 1994, pp. 506-520））比较了不同类型的聚乙烯反应器的转变性能。该文献公开七种分离的人工集中转变对策：（1）拨入最终目标转变；（2）气体量放空和简单拨入转变；（3）
20 低床层和简单拨入转变；（4）气体量放空，融体指数过调量和密度转变；（5）低床层，气体量放空和过调量转变；（6）低床层和过调量转变；以及（7）气体量放空，过调量和加入氮气转变。

在这些范围广泛的各种可行方案中，不管哪一种，都有一继续需要和要求在向新产品转变期间或在稳态生产期间减少生成的不合格物料量。

25 本发明的目的在于提供一种在等级转变中或稳态生产中减少产生的不合格物料量的方法。

本发明的另一个目的在于提供一种当从一种聚合物产品转换到另一种化学性质相同而其它性质不同的产品时，缩短转换时间，减小转换物料体积的方法。
30 本发明的这些和其它的目的在下述的说明中将会更加清楚，用于反应器中的本发明的方法可用来调节融体指数的设定值，产品反应温度，反应物的

分压,和当在第一种温度和第一种设定条件产生的第一种产品转换到第二种温度和设定条件下产生的第二种产品时在反应器内的催化剂流化床中产生聚合产品的催化剂水平,而不管在产品之间的转换或专门产品经历“级别内”波动的稳态生产。包括步骤如下:

5 (a) 比较第一产品反应温度和第二产品反应温度,如果所述的第二产品反应温度低于所述的第一产品反应温度,则改变产品反应温度设定值到第二产品反应温度;

 (b) 调整融体指数设定值或高于 0 - 150 % 或低于 0 - 70 % 所要求的第二产品融体指数值;

10 (c) 调整反应温度设定值,如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值时其值在所要求的第二产品反应温度以上 1 - 15 °C, 或如果第二产品融体指数低于第一产品融体指数值时其值在实际的第二产品反应温度以下 1 - 15 °C;

 (d) 调整产品限速反应物分压设定值,如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值时其值在第一产品限速反应物温度以下 1 - 25psig, 或如果第二产品融体指数值低于第一产品融体指数值时其值在第一产品限速反应物分压以上 1 - 25psig;

 (e) 保持所述的融体指数设定值,温度设定值,限速反应物分压设定值直到聚合产品显示平均融体指数和平均产品密度在所要求的第二产品融体指数值和第二产品密度值的容许范围内;

 (f) 改变所述的融体指数设定值到所要求的第二产品融体指数值;

 (g) 改变所述的产品反应温度设定值到下列值: (I) 如果第二产品融体指数值高于第一产品融体指数值则其值在所要求的第二产品反应温度以上 0 - 15 °C, (II) 如果第二产品融体指数值低于第一产品融体指数值, 则其值
25 在所要求的第二产品反应温度以下 0 - 15 °C;

 (h) 改变所述的限速分压设定值到下列值: (I) 如果第二融体指数值高于第一融体指数值则其值在所要求的第二产品限速分压以下 0 - 25psig,

 (II) 如果第二融体指数值低于第一融体指数值, 则其值在所要求的第二产品限速分压以上 0 - 25psig; 和

30 (i) 当反应产品显示平均融体指数值在第二产品融体指数值容许范围

内,改变反应温度设定值和限速反应分压设定值到所要求的第二产品反应温度和第二限速反应物分压值;

按照该方法,通过控制反应温度设定值以及限速单体浓度设定压力,缩短了转换周期内的转换时间和减少了产生的不合格物料量;通过排除反应气体中的氢气,控制系统可以进一步缩短转换时间;本发明的控制方法可以很好的用于自动控制整个聚合反应系统,用计算机检验产品性能和调整到设定值。

图1和图2是使用现有技术步骤进行人工转变从第一种产品向第二种产品的流程图。

图3-5是比较人工控制与使用连接到反应系统动态模型的自动转变方法的流程图。

本发明针对减小在使用限速烯烃气体的烯烃聚合反应器中不合格物料的体积的方法。特别的,通过调整温度设定值以及限速反应物的分压设定值减小当从第一种产品级向第二种产品级转换或在稳态生产期间在设定的产品“级别”中的波动转换时产生的不合格物料的体积。这二种控制的结合加速了反应剂向生成所要求的产品移动的速度。当然,不合格物料的体积同用于反应器从第一种设定的条件(温度,分压,单体比等)向第二种设定所要求的条件转变的时间有关。限速反应物的分压是一种特征。

在气体反应器物料量的氢气浓度还可用来缩短转变时间,因为氢气终止聚合反应,即使少量的反应器中的氢气可对平均产品融体指数的等级有很大的影响。氢气浓度可通过排除相当少量例如1-8wt%,优选3-6wt%气体物料量或在带有固定床或流化床的辅助系统内的氢化催化剂上通过一定比率的总量气体物料量进行调节,氢化将转变一些量的烯烃成为一种稀释剂的不反应的烷烃。

本控制方法可在许多反应设备中进行,所述的设备适用于进行催化气相流化床聚合,可以顺序或并行使用一种或多种反应器。通常,这种反应器设计可用于工业操作,适于控制调整融体指数,产品反应温度,反应物比率,供料比率,反应物分压以及在反应器中的催化剂水平的设定值。最优选的反应器是商标为UNIPOL®的从Unino Carbide Corporation, Danbury, Connecticut 购得的反应器,可参见US4,302,565和US4,482,687,其中公开在此引作参考。

可在反应器中使用任意聚合催化剂用本发明的方法控制顺序控制,适宜的

催化剂包括过渡金属，齐格勒-纳塔型，金属茂和稀土组分。催化剂可是可溶的或不溶的，支持的或不支持的。

用本发明的方法生成的聚合物通常是烯烃聚合物，产品实例包括乙烯均聚物，丙烯均聚物，乙烯和至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃的共聚物；乙烯和至少一种 $C_3-C_{12}\alpha$ 烯烃以及一二烯的三聚物。可生成特殊产品聚合物的实例包括乙烯-丙烯共聚物，乙烯-丁烯共聚物，乙烯-己烯（hexane）共聚物以及乙烯丙烯-二烯基橡胶，丙烯和至少一种 $C_4-C_{12}\alpha$ 烯烃（例如丙烯-丁烯共聚物和丙烯己烯共聚物），聚丁二烯和聚异戊二烯。

在控制方法中使用的反应条件和催化剂一般是用来生成给定产品的，通常，在反应器中被完全置换的气体量高达 5 倍/小时（ $<5GHSV$ ），优选 0.5-3GHSV。在流化床中的催化剂量每 2 - 4 小时（0.25-0.5 CSV）周转。

本发明的控制方法用限速反应物的给定值分压加速转换成所要求的产品，对于任何特定产品，限速反应物将是现有技术中那些已知的。一般，当同丁烯，己烯，辛烯，或丁烯和己烯一起聚合时则乙烯是限速反应物；当同丁烯，己烯，辛烯，或丁烯和己烯一起聚合时则丙烯是限速反应物；当同丙烯聚合生成乙丙橡胶（EPR）时则乙烯是限速反应体；对于均聚合物，限速反应体是单体浓度。为方便起见，在本文中描述本发明参照了乙烯和己烯的共聚物，其中乙烯是限速反应体。

通常，转变从初始操作条件开始，在该条件下，第一产品显示第一产品融体指数值（或在分子量改变方面的任何其它表示例如流动指数，流比以及有关的标准方法），它是由第一产品反应温度给定值和第一产品限速反应体浓度给定值产生的。所希望的第二产品将有不同的融体指数和较高或较低的反应体供料比。在该温度和限速反应体分压值下改变用于缩短催化剂床开始生成新产品要求的时间。重要的是，转变可在稳态操作条件之间或在子条件下在给定的稳态生产方法容许的上限和下限范围内发生。

一定给定值的转变用于开始并控制从一种产品向另一种产品的转变，这取决于特定系统和在整个工艺中能够用计算机控制的程度，操作机构将能够改变融体指数，反应温度，氢气供料比，限速反应体供料比，和/或分压，共聚用单体供料比和/或分压和在反应器内的催化剂水平的给定值。

通常，在要求的融体指数内改变取决于加入系统和与改变反应温度给定值

成正比例的氢气的流量；相反，限速反应体分压和排除氢气量与融体指数的改变成反比。另外说明，伴随温度升高，限速反应体的分压和氢气排除量的降低，融体指数值增加。

对于本发明的方法，温度改变可以在乙烯分压和氢气供料给定值改变以前或同时改变，以引起在催化剂床内的反应产品的平均融体指数的改变。融体指数给定值的改变，不管它是直接给出还是计算给出，如果第二产品融体指数高于第一产品的融体指数则其值应是高于新产品的目标给定值约 0 - 150 %，如果第二产品融体指数低于第一产品的融体指数则其值应是低于新产品的目标给定值约 0 - 70 %，融体指数伴随着氢气浓度的改变而改变。

用抽样提取和试验测定或通过联机自动抽样器测定确定平均融体指数，每 2 - 4 小时进行实际抽样，联机抽样器进行这种试验每小时 3 - 4 次。

接着控制整个温度和限速反应体给定值用来加速转变新产品而在催化剂床内不超出所要求的平衡反应条件，在新的融体指数值给定后，改变温度给定值到自新产品稳态生产目标给定值约 1-15 °C 范围内（如果融体指数增加则其值在原给定值以上，如果融体指数减小则其值在原给定值以下）并改变乙烯分压给定值到自目标给定值以上 1 - 25psig 范围内（如果融体指数增加则其值在原给定值以下，如果融体指数减小则其值在原给定值以上）。这些改变的实际实现取决于现行的设备，而这些改变可通过独立步骤增益发生或以平稳地变化改变发生。

当达到温度和乙烯分压给定值时，在催化剂床内反应产品开始接近新产品的目标融体指数值以前，反应器保持在给定值的 $\pm 10\%$ 内，优选 $\pm 5\%$ 内。总反应器压力可容许在给定的上限和下限范围内波动，一般约 $\pm 20\%$ 内，优选约 $\pm 10\%$ 内。另外，控制整个目标反应温度和限速分压给定值将提高转变速度和缩短在容许的范围内（即融体指数和密度）开始生成产品所需要的时间。

应当了解，可以改变聚合反应器中的气体量，使新的目标组分快速地远远多于催化剂床开始生产的新产品，例如，用约 15 分钟调节气体组分，但是，通常即使用本发明的方法控制，2 - 6 小时内，反应器将不生成新产品。这种由床的惰性是可以由适合的已知的质量转换微分方程式定量，上述的方程式是用于建立反应系统的计算机模型的。从而改变温度，限速反应体分压而强使反应系统引起变化。

作为抽样反馈，当产品融体指数是在床惰性提供的一个变化点或是在所要求的产品容许的上限和下限范围内时，改变给定值返回到稳态用于新产品的目标给定值，那么反应器可开始实现稳态操作并与聚合物的产品等级相一致。该技术涉及这种变化率的减小作为转变的“恢复”阶段，即恢复到稳态。

- 5 在恢复阶段期间，向稳态目标值调整温度，限速反应分压以减弱迫使对床的改变并接近稳态。再调节给定值的反应温度到下列值：如果融体指数上升到新目标值，其值在目标值以下 $0 - 15^{\circ}\text{C}$ ，如果融体指数向新目标值下降，其值在目标值以上 $0 - 15^{\circ}\text{C}$ 。同样的，调整乙烯分压值到如下值，如果融体指数上升到新目标值，其值在目标值以下 $0 - 25\text{psig}$ ，如果融体指数向新目标值下降，其值在目标值以上 $0 - 25\text{psig}$ 。因为产品融体指数的改变速度是缓慢的并接近目标融体指数容许上限和下限范围内的一个值，并经常地和仔细地检测瞬时融体指数读数。当反应产品融体指数落在温度和乙烯分压的容许的上限和下限范围内，调整上述值到目标值。接着控制反应器，保持稳态操作。

- 15 在某些情况下，操作者经验和计算机模型可被用来确定时间以改变给定值，确认给定值改变太早或太晚所带来的危险，这种危险将会延长返回时间和转变时间，增加生成的不合格物料量。

用计算机模型控制转变

- 20 为了进一步减小转变体积并节省劳动力，集中控制整个稳态生产可以通过从反应器的现计算机模型控制温度，限速反应体分压和氢气排除给定值得到实现。这种模型可被用作专门的数据库，用来控制转变规则和关键的供料程序。这种系统一般包括一组“IF - THEN”语句和按照所用的专门系统从预先拟定的鉴别答案的数据库中详细的答复的条件分支显示。以反应器的转变和稳态操作性能而建立的计算机模型的细节是本领域的专业技术人员的水平所熟知的，所以，这里不在深入讨论技术和数学关系。参见，Ignizio 引入专门系统：Rule-Based 专门系统的研究和执行程序 (Introduction to Expert Systems: the Development and Implementation of Rule-Based expert Systems) McGraw-Hill(1991)，该文在此引作参考。

- 30 一种专门控制系统，特别适用于自动控制温度，限速反应体，和氢气排除值以及任意改变的计时，为了便于解释，参照转变描述专门系统以生产具有高融体指数的产品，要求低于额定值的温度给定值[“低于额定值”]

(undershoot)]和过调量[“过调量” (overshoot)]的限速反应体以及氢气排除给定值。一般, 氢气排除量被调整到 “0” 到保持全部过量的氢。同样的方法和关系适用于相反的情况, 即在转变开始时转变成低融体指数要求低于额定值的温度给定值和过调量的限速反应体分压值以及氢气排除给定值。

- 5 用于级别间转变的相同控制方法和控制也被用来控制稳态生产, 如果其显示产品性能开始远离所要求的中间值而趋向容许范围极值的一端则通过检测产品性能和校正条件实现上述的控制。用可容许的上限和下限范围参数表和中间设定的性能值 (即在产品体积 - 性能图中的区域内, 50 % 产品体积应落在该范围内) 生产产品的自动检测容许计算机在不合格物料生成之前校正上述的
- 10 值。如果需要, 该系统将检测产品性能并且从初始值再调整给定值到新的值, 作为一种方法促成反应器生成与质量相一致的 “级别内” (in grade) 的物料。

- 使用计算机具有许多优于人工操作的优点, 至少, 自动控制可以减少在进行校正动作人的注意力, 使给定值方法比较容易。重要的是, 计算机的控制容
- 15 许操作员直接记录新的熔点指数和密度值。用一合适的与反应器, 催化剂, 供料比等这些值有关的数据库, 计算机将给出必需的过调量/低于额定值的温度, 反应体的分压, 反应体的比率以及氢气排除比率值的解释。

- 如上所述, 控制过量值太长或太短将延长转变时间和增大生成不合格物料的体积, 通过合适的一组 “if -then” 语言, 用一控制系统连接到一反应器的
- 20 准确的计算机模型上, 任意过量或少量的给定值的定时和持续时间可以自动控制。特别有利的是, 在同一计算机上的模型运转, 作为控制系统使系统参数可以连续的适量的写在普通参数表上, 由控制系统读出给定值和校正的持续时间信息的变化。这种模型控制转变能够根据模型产品反应信息调整给定值, 这常常优于即使根据联机性能测定值的可行的用人工校正的方法。从而, 转换时间
- 25 和不合格物料可减少到最小。

 参照附图描述本发明, 图 1 和图 2 描述了从第一种产品向较高融体指数和密度的第二产品转变时人工控制典型现有技术流程图。

- 反应器在初始操作时在稳态下生成第一种产品, 然后决定用新 “方法”,
- 30 即反应体比率, 反应体温度, 氢气/单体比率等进行转变成产品 2。接着, 操

作机构使催化剂床水平降低转变状态水平，然后同时进行不同程度的四种操作。

第一，保持催化剂床在它的低转换状态水平 2 小时，然后逐步提高到它的正常的生产水平。第二，记录进入温度控制盘使生成第二种产品的新温度给定值 5 和使改变到新的给定值保持稳定。第三，也是最后的，操作机构选择新的氢气与乙烯的的比率，“氢气比率”和为共聚单体“过调量”要求值即给定值是在稳态，用于新产品的目标值以上。通过经验并在给定值保持 2 小时以上进行过调量的选择。然后再调节该比率至新产品的目标值并保持该值直到反应产品显示要求的融体指数和密度值。转变持续时间约 12 小时。

10 图 3 - 5 描述本发明的控制方法的流程图。初始步骤是类似的，开始，反应器在稳态操作，降低该床的水平到转变水平并保持 2 小时。

与仅仅设定新的产品温度的现有方法不同，如果它是在第一产品温度以上或以下，观察被校正的第二产品温度。如果第二温度较低，性能给定值没有改变，反应器温度以台阶式的或平滑梯度倾斜下降。如果第二温度高于第一温度，以 15 相同时间改变性能给定值，录入新的温度给定值。这种分析特别有利于反应器操作，因为生成树脂接近它们的黏着温度，在转变期间，在不变的温度下操作反应器可帮助防止黏着。

在专门的方法 2 中，用计算机模型调整温度，限速反应体分压（例如乙烯分压或“C2PP”）和氢气排除比率（例如减速孔）低于额定值或过调量值以及融体指数的持续时间和密度给定值将它们录入与初始的，稳态条件有关的计 20 算机模型中。检测并校正反应产品和反应器条件的改变，保持根据反应器模型的最佳转变路径。改变给定值必需达到最短的转变时间。

计算机控制系统也可用作质量控制系统以检测生产的产品和级别，转变返回到要求的稳态操作范围即第一产品（偏差产品）和第二产品（目标产品）是 25 在相同的特定的所要求的产品等级容许范围内。这种系统可以通过在本文中描述的方法控制，以改变适用的给定值并促使系统在该要求的产品的合适的范围内生产产品。

本发明参照下述的实施例详细说明；

30 实施例 1

本发明的控制方法适用于在流化床反应器中乙烯和己烯之间的气相聚合反应。从第一种产品级向第二种产品级的转变要求如下的改变：融体指数上升 56 %，密度增大 0.023g/cm^3 ，温度降低 20°C 。催化剂从钛基液体转变成钛基 F 催化剂，而水平保持不变。

5 通过改变一些控制设定值的数开始转变，融体指数调整到所要求的新级别的目标值以上 25 %，密度设定值调整在新级别目标值以下 0.002g/cm^3 处，温度降落为在稳态成新级别的目标温度以上增长 2°C ，乙烯分压降低 46psig（磅/英寸²），氢对乙烯（ H_2/C_2 ）和己烯对乙烯（ C_6/C_2 ）的摩尔比连续按这些新设定值计算，大量氢气和己烯加入反应器内。

10 5 小时后，床平均融体指数为在目标级别的这点，融体指数设定值改变为最终产品的目标值，温度设定值调整下降保持 2°C 到最终产品目标反应温度，乙烯分压移上 3psig。打开减速孔 45 分钟使来自反应器物料量的氢气过量。

6 小时后，床平均密度在容许的目标密度范围内，然后密度设定值改变为最终产品的目标值，融体指数在它的目标值保持，这样，所有控制被转变成稳态模式。

实施例 2

一种现有技术的人工转换控制特征的方法用于实施例 1 的气相反应，最初和最后产品用的催化剂是一干钛基催化剂。

20 通过增加供给反应器的氢气流量转换开始直到瞬时融体指数达到最后目标值以上 25 %，人工开启供己烯进料直到其密度达到目标值，温度设定值降到最后的目标值，总反应器压力基本保持稳定，加入大量的己烯和氢气。

在融体指数过调量达到后，保持 H_2/C_2 比，同样的当密度落在目标值容许范围内保持 C_6/C_2 比。

25 5 小时后， H_2/C_2 设定值改变到要求最终值的推定值必需使融体指数落在目标范围内。温度或减速孔没有发生变化或扰动，控制乙烯分压以保持大致稳定的总压力。

12 小时后，床平均密度在目标范围内，控制 H_2/C_2 和 C_6/C_2 调整到稳态。

这种旧的控制方法产生不合格物料为实施例 1 的方法的二倍的量。

30 实施例 3

本发明的转换控制方法被用于有下列产品变化的流化床: (a) 改变融体指数: -71% ; (b) 改变密度: $-0.011\text{g}/\text{cm}^3$; 和 (c) 降低温度 $2\text{ }^\circ\text{C}$; 催化剂类型和床面不变以产生新产品级。转变进行有下列变化:

- (a) 调整融体指数小于目标产品值 23% ;
- 5 (b) 调整密度设定值在超过目标产品密度 $0.002\text{g}/\text{cm}^3$;
- (c) 保持温度设定值与最初产品需要的值相同;
- (d) 提高乙烯分压 6psig , 同时, 不断的按照融体指数和密度设定值计算 H_2/C_2 和 C_6/C_2 设定值; 和
- (e) 打开减速孔每小时释放反应器气体量 8% 。
- 10 2.5 小时后, 融体指数和密度达到它们的设定值, 然后关闭减速孔。保持融体指数, 密度值以及 H_2/C_2 和 C_6/C_2 比。

然后融体指数调整到新产品值, 温度降低 $2\text{ }^\circ\text{C}$ 到目标反应温度, 乙烯分压提高 3psig 。打开限速孔 45 分钟, 释放 8% 气体/小时, 从反应器内排出过量氢气。

- 15 6 小时后, 在床中产生的产品的平均密度在目标值的容许范围内。接着, 密度设定值调整到新产品值, 所有控制被转换到稳态。

实施例 4

- 本发明的控制方法在稳态下被用到反应器操作。稳态产品有一目标融体指数设定值为 $104\text{dg}/\text{min}$, 容许的产品融体指数为在该设定值 $\pm 10\text{dg}/\text{min}$ 。所要求的产品性能分布为 50% 产品融体指数在 $99\text{--}109\text{dg}/\text{min}$ 范围内。
- 20

在生产的一个周期内, 产品的融体指数上升到 $>109\text{dg}/\text{min}$, 上述通过联机融体指数装置测定。自动控制系统改变融体指数设定值到 $99\text{dg}/\text{min}$ 并计算反应器含有的过量氢气。打开减速孔每小时释放 8% 反应器气体量。

- 45 分钟后, 关闭减速孔, 通过联机测量元件测定融体指数, 回到 50% 中心级别区域内。融体指数设定值回到 $104\text{dg}/\text{min}$ 。在控制周期内, 没有不合格树脂产生。
- 25

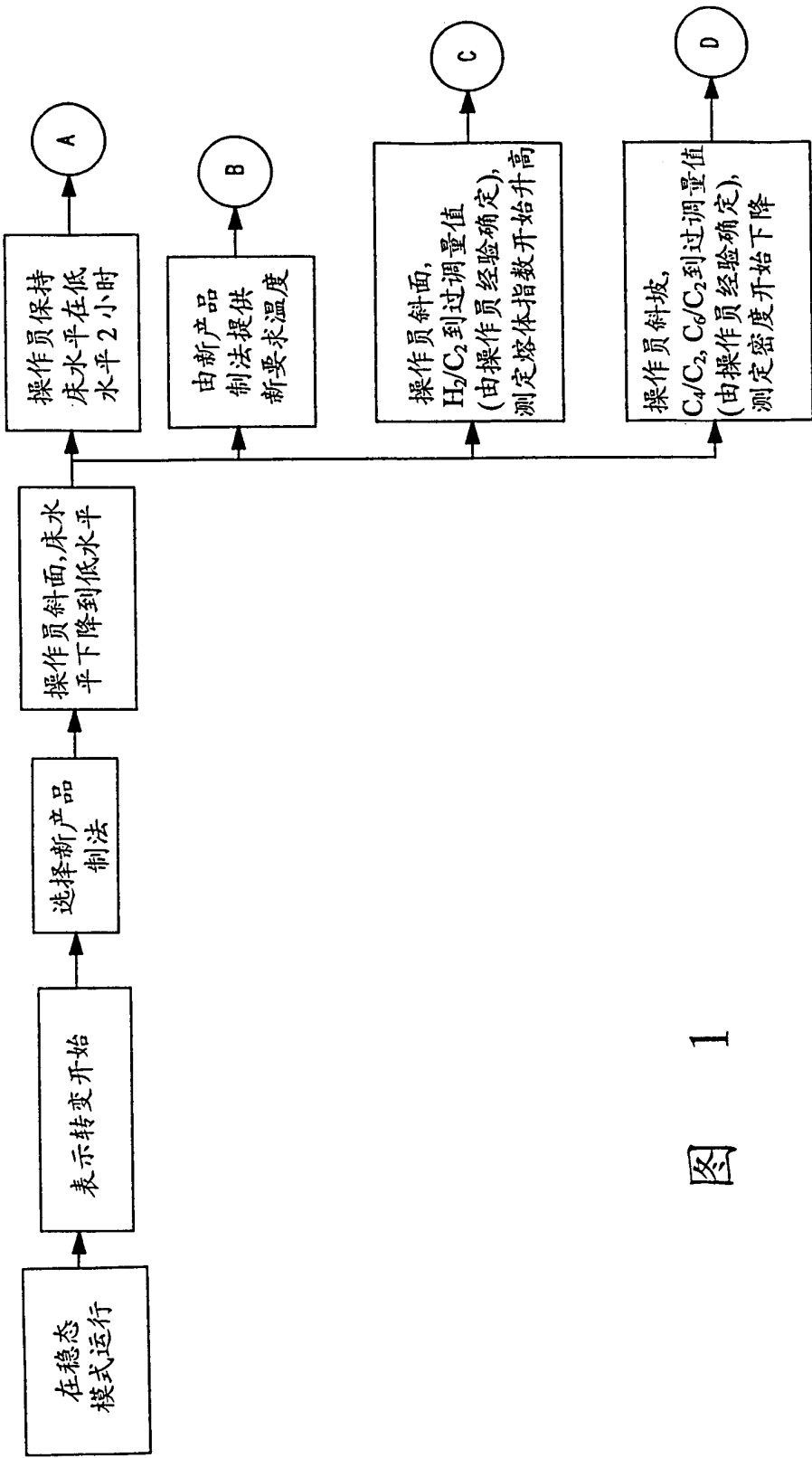


图 1

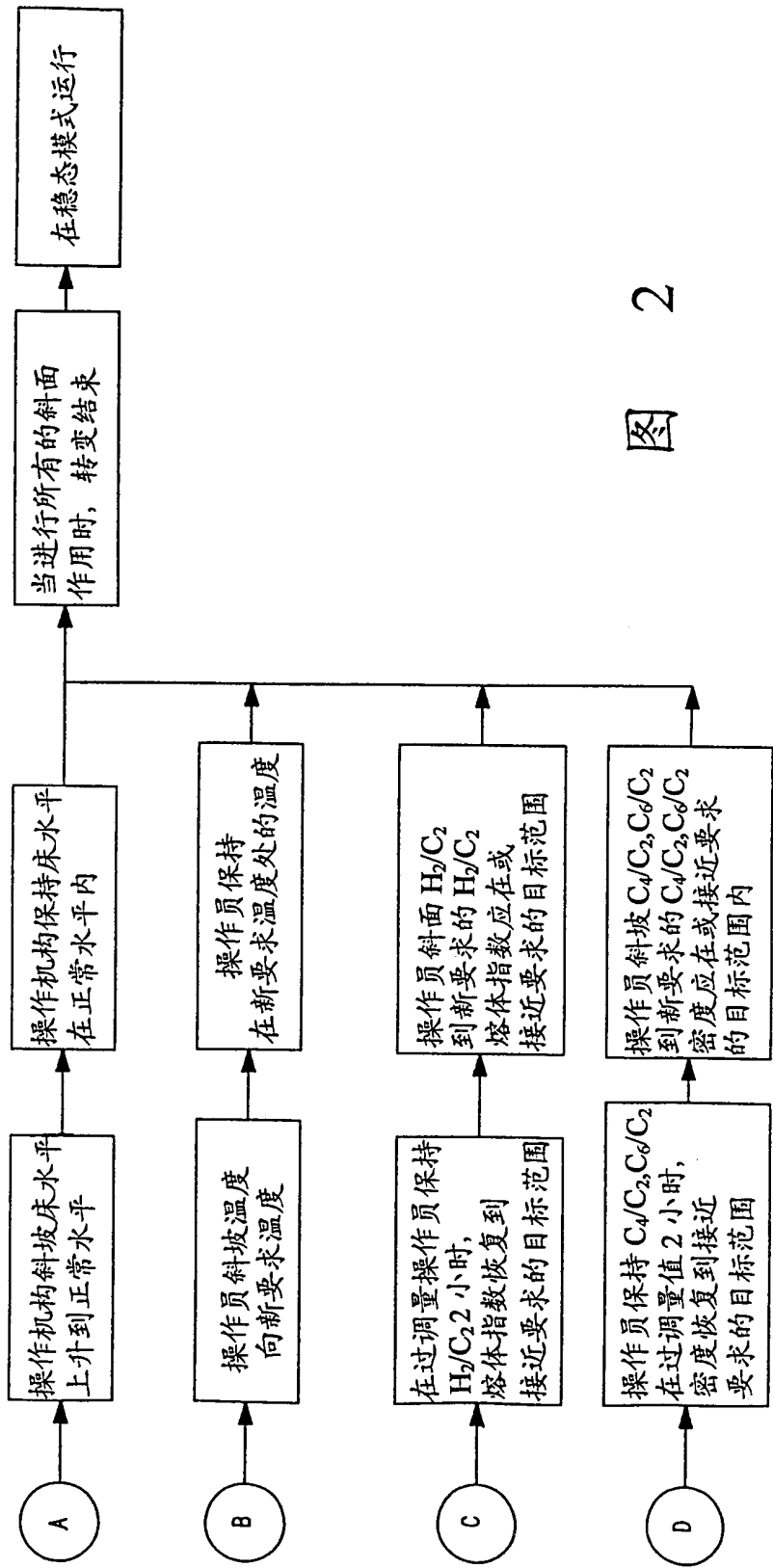


图 2

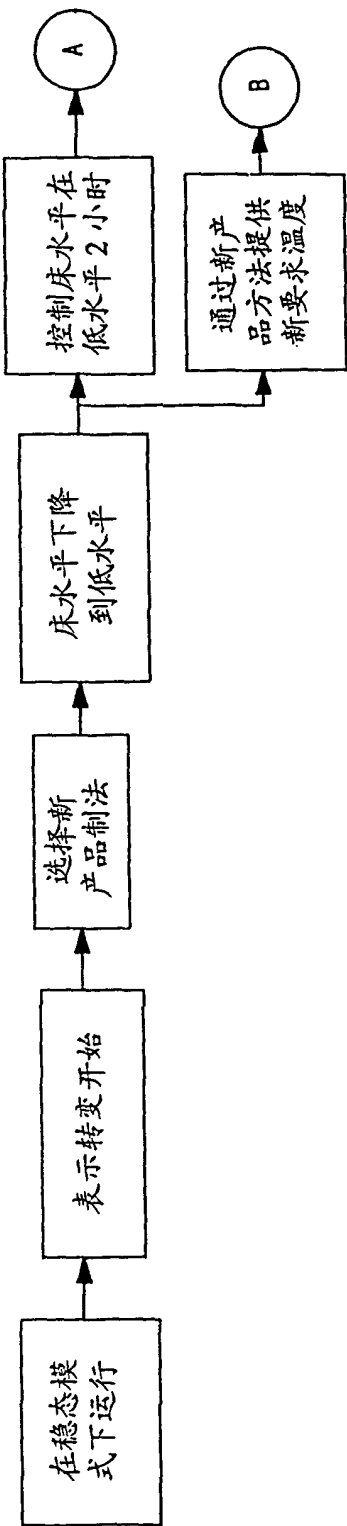


图 3

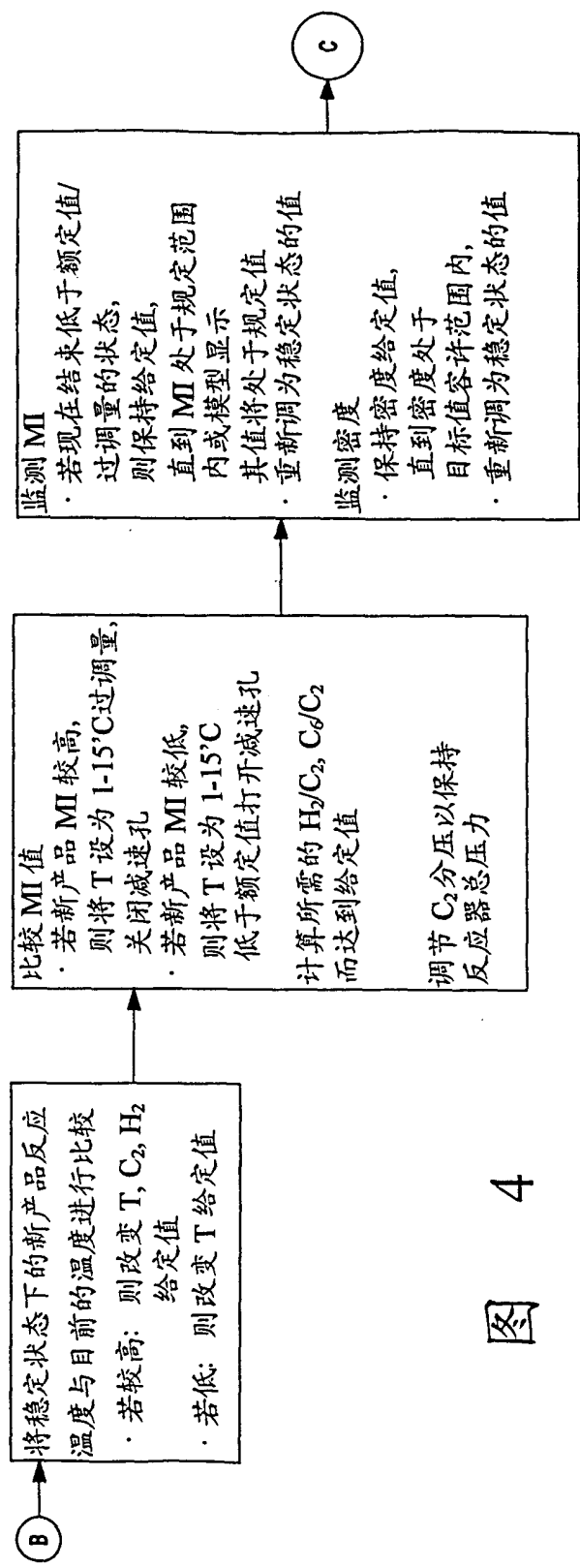


图 4

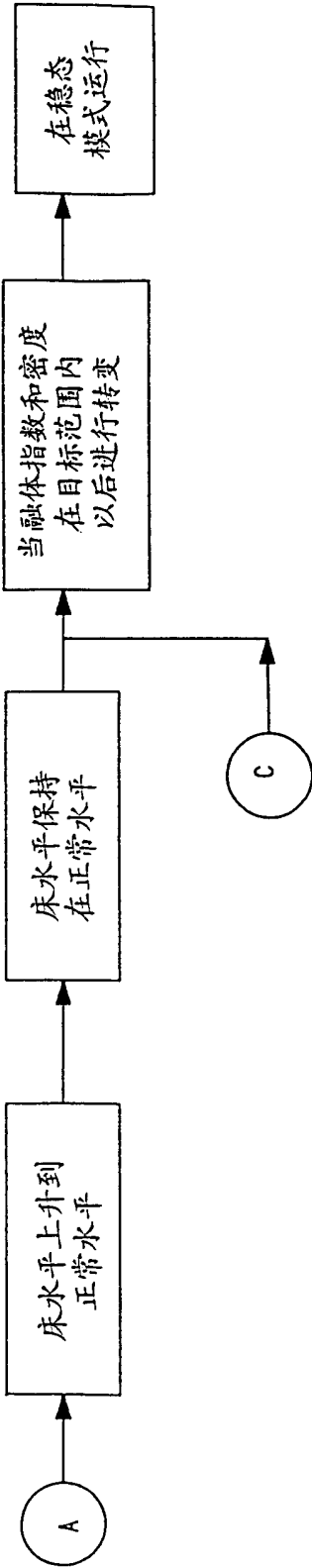


图 5