



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1009406A3

NUMERO DE DEPOT : 09500506

Classif. Internat. : C08F G05B G05D

Date de délivrance le : 04 Mars 1997

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 09 Juin 1995 à 10H50 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : SOLVAY (Société Anonyme)
rue du Prince Albert 33, B-1050 BRUXELLES(BELGIQUE)

représenté(e)(s) par : MEYERS Liliane, SOLVAY - Département Prop. Indus., Rue de Ransbeek, 310 - 1120 BRUXELLES.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : METHODE DE REGULATION DE PROCEDES DE SYNTHESE DE PRODUITS CHIMIQUES.

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 04 Mars 1997
PAR DELEGATION SPECIALE :

WUYTS L
Directeur.

Méthode de régulation de procédés de synthèse de produits chimiques

La présente invention concerne une méthode de régulation de procédés de synthèse en continu de produits chimiques. Elle concerne également un dispositif de régulation pour la mise en oeuvre de cette méthode et un procédé de synthèse en continu de polymères régulé par cette méthode.

5 Dans un procédé de synthèse de produits chimiques conduit conventionnellement, des régulateurs de type PID (proportionnel - intégral - différentiel) sont utilisés pour réguler individuellement un nombre plus ou moins important de paramètres (avant tout des températures, des débits et des pressions) ayant une influence sur le déroulement de la synthèse. En
10 d'autres termes, pour chaque température, débit ou pression à réguler, on mesure en continu (ou en intermittence) sa valeur effective, et un régulateur PID compare cette valeur effective à une valeur de consigne et agit sur la grandeur à commander de façon à réduire, le cas échéant, la différence entre la valeur de consigne et la valeur mesurée.

15 Vu la complexité d'un procédé de synthèse chimique, les valeurs de consignes des différents régulateurs doivent aujourd'hui encore être ajustées empiriquement pour obtenir finalement les propriétés souhaitées du produit synthétisé. On utilise à cette fin des recettes, qui fournissent des combinaisons de paramètres déterminées empiriquement pour obtenir, en
20 régime établi, les propriétés souhaitées du produit synthétisé.

De ces recettes pourraient être déduites, à l'aide d'outils statistiques plus ou moins sophistiqués, des relations empiriques entre les paramètres régulés et les propriétés du produit de synthèse. Il est cependant évident que ces relations empiriques ne peuvent guère tenir compte des multiples
25 interdépendances existant entre les différents paramètres régulés séparément, pas plus que des perturbations inconnues telles que les teneurs en impuretés des matières premières.

Il est aussi évident qu'une régulation classique à boucle fermée, utilisant comme corrections de retour des mesures de propriétés essentielles du
30 produit synthétisé, est difficilement applicable à la plupart des procédés de synthèse. En effet, les temps morts intervenant soit dans le procédé, soit

dans les mesures ou analyses utilisées comme corrections de retour, sont trop élevés, et les interdépendances entre les différents paramètres régissant le procédé sont trop compliquées.

5 Il est cependant connu depuis longtemps que les procédés de synthèse continus, notamment les procédés de synthèse en continu de polymères (polymérisation), équipés de régulations avec ajustage empirique des valeurs de consignes, ont des inconvénients majeurs, qui peuvent être résumés comme suit :

- 10 - les démarrages du procédé de synthèse prennent beaucoup de temps et génèrent des quantités importantes de produit "hors normes";
- les transitions de qualité sont lentes, ce qui entraîne également la production de quantités importantes de produits de transition "hors normes";
- l'allure de marche d'un réacteur, c'est-à-dire le débit du ou des produits fabriqués, peut difficilement être modifiée sans altérer les propriétés de ce
- 15 ou ces produits;
- la constance des propriétés essentielles du produit de synthèse laisse souvent à désirer, même en régime normal.

Afin d'éviter un ajustage empirique des valeurs de consigne, il a été proposé dans la littérature spécialisée d'utiliser des méthodes de régulation de procédés de synthèse qui ont recours à des équations caractéristiques modélisant le procédé de synthèse pour relier certaines propriétés des produits synthétisés aux conditions de marche du ou des réacteurs lors de la

20 synthèse. Cependant, afin de limiter la complexité de ces équations caractéristiques, on est obligé en pratique soit de considérer exclusivement le cas statique (régime continu), soit de se limiter à une modélisation empirique très simplifiée de la dynamique du procédé. L'utilisation d'un modèle statique est limitée au contrôle d'un régime de production assez stable.

25 Dans le cas d'une modélisation empirique, les équations caractéristiques ne sont valables que pour une plage de validité étroite (à proximité du point où la modélisation a été effectuée). Dans les deux cas, les phases de

30 démarrage et les phases de transition sont mal maîtrisées. Il est certes envisageable de "couvrir" une plage plus large de conditions de fonctionnement en procédant à une telle modélisation locale en plusieurs points distincts de l'espace des paramètres de fonctionnement, mais une telle

35 approche devient prohibitive dès que l'on tente de réguler plusieurs gran-

deurs en agissant sur de multiples paramètres.

Il serait par conséquent souhaitable de disposer d'une méthode et d'un dispositif de régulation simples, mieux adaptés aux spécificités de la dynamique de procédés de synthèse de produits chimiques.

- 5 Ce but est atteint par une méthode de régulation d'un procédé de synthèse en continu d'un produit chimique, dans un appareillage de synthèse comprenant un ou plusieurs réacteurs, qui comprend les étapes suivantes :
- entrée de consignes de propriétés du produit à synthétiser dans un algorithme maître;
 - 10 - entrée de la consigne de débit du produit à synthétiser dans un algorithme esclave;
 - calcul des consignes de concentration de matières dans le ou les réacteurs à l'aide de l'algorithme maître, en fonction des consignes de propriétés ainsi que des mesures de propriétés du flux sortant et des concentrations mesurées ou calculées;
 - 15 - transmission des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître comme grandeurs d'entrée à l'algorithme esclave;
 - calcul des consignes de débit pour les flux entrant dans le ou les réacteurs, à l'aide de l'algorithme esclave, en fonction de la consigne de débit du produit à synthétiser, des consignes de concentration, et des mesures de débit des flux entrant dans le ou les réacteurs, et
 - 20 - utilisation des consignes de débits calculées à l'aide de l'algorithme esclave pour régler les débits des flux entrant dans le ou les réacteurs.

De préférence, l'algorithme esclave prend également en compte des mesures de la composition du ou des flux sortant du ou des réacteurs.

De manière avantageuse, la méthode de régulation comprend en outre une étape de calcul à l'aide de l'algorithme esclave, en fonction des mesures de débits, de prédictions de concentrations transmises à l'algorithme maître pour calculer des prédictions de propriétés servant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans le calcul des consignes concentrations.

30 Les deux algorithmes maître et esclave forment une régulation du type cascade où chaque algorithme se base sur des équations qui sont spécifiques pour le domaine du procédé dont il est responsable. Il est particulièrement avantageux que l'algorithme maître et/ou l'algorithme esclave soient adaptatifs, c'est-à-dire que certains de leurs paramètres soient

35 périodiquement recalculés (à intervalles réguliers ou irréguliers).

L'algorithme maître est basé sur une modélisation du procédé de synthèse de façon à réaliser le contrôle des propriétés du produit à l'aide d'équations caractéristiques reliant les propriétés du produit aux concentrations des différents réactifs dans le ou les réacteurs, ainsi qu'éventuellement à la ou
5 les températures régnant dans le ou les réacteurs. L'algorithme esclave réalise le contrôle des concentrations et des débits d'alimentation des réactifs, des solvants et des catalyseurs éventuels en dressant un bilan massique pour chaque réactif et en calculant les valeurs pour les débits entrants des différents réactifs.

10 L'intérêt de cette cascade "maître-esclave" réside dans le fait que le modèle maître détermine avec précision les concentrations au réacteurs nécessaires à l'obtention des propriétés voulues pour le produit synthétisé, et que le modèle esclave maintient les valeurs voulues par le maître. Piloté par le maître, l'esclave est par conséquent capable :

- 15 - d'amener rapidement les concentrations aux valeurs désirées par le maître et de les y maintenir;
- de contrôler efficacement le débit du produit à synthétiser sans perturber les concentrations.

L'algorithme esclave peut en outre être conçu de manière à fournir à
20 l'algorithme maître des prédictions de concentrations fiables.

De ces prédictions de concentrations, l'algorithme maître déduit des prédictions de propriétés fiables du produit chimique en train d'être synthétisé dans le réacteur. En comparant ces prédictions de propriétés aux consignes de propriétés, l'algorithme maître peut, le cas échéant, intervenir
25 et corriger les consignes de concentrations. Cette correction est possible avant même qu'un écart entre une variable et sa consigne ne se présente. La prise en considération de prédictions de propriétés basées sur des prédictions de concentrations permet de réduire considérablement les fluctuations des propriétés du produit chimique synthétisé au cours du temps
30 et il en résulte une meilleure constance de la qualité du produit.

Si les propriétés du produit chimique à synthétiser sont dépendantes de la température dans le ou les réacteurs, il est préférable de prévoir une régulation de la température par l'algorithme esclave. Ce dernier dresse le bilan thermique de chaque réacteur et détermine la chaleur qu'il faut ajouter
35 ou évacuer pour respecter des consignes de température calculées par l'algorithme maître. De ces résultats il déduit des consignes d'entrée pour

des organes de régulation thermique de l'appareillage de synthèse. Il sera apprécié que cette façon de procéder permet d'intervenir sur les organes de régulation thermique de l'appareillage de synthèse avant même que la température ne change. Des mesures de températures interviennent par ailleurs avantageusement comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans l'algorithme esclave.

- L'algorithme maître comprend avantageusement la structure suivante :
- un modèle direct prédit les propriétés du produit synthétisé, en fonction des prédictions de concentrations calculées par l'algorithme esclave;
 - 10 - un module de comparaison compare les prédictions de propriétés calculées par le modèle direct à des valeurs effectivement mesurées sur le produit synthétisé et déduit de cette comparaison des paramètres d'adaptation, ces paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit modèle direct; et
 - 15 - un algorithme de régulation, basé sur l'inverse du modèle direct, calcule, en fonction des consignes de propriétés pour le produit à synthétiser et des prédictions de propriétés du produit synthétisé, des consignes de concentrations pour l'algorithme esclave, les paramètres d'adaptation susmentionnés intervenant également comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit algorithme de régulation.

- L'algorithme esclave comprend avantageusement la structure suivante :
- un modèle direct prédit des concentrations dans le ou les réacteurs, sur base du bilan de matière pour ce ou ces réacteurs;
 - un module de comparaison compare ces prédictions de concentrations calculées par le modèle direct à des mesures de concentrations et déduit de cette comparaison des paramètres d'adaptation, ces paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit modèle direct; et
 - un algorithme de régulation, basé sur l'inverse du modèle direct, calcule, en fonction des consignes de production, des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître et des prédictions de concentration du modèle direct, les consignes pour les débits entrant dans le ou les réacteurs, les paramètres d'adaptation susmentionnés intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit algorithme de régulation.

La dynamique du procédé est avantageusement décrite et calculée au moyen de fonctions du type $x=LAG(u,\tau)$

cette fonction étant la solution de l'équation différentielle $\frac{dx}{dt} + \tau x = u$, où les arguments u et τ varient dans le temps. L'utilisation de cette fonction conformément aux théorèmes 1 et 2 exposés ci-dessous permet de résoudre de manière séquentielle les bilans de matière utilisés par l'algorithme esclave et de décrire la cinétique du procédé par des équations caractéristiques simples dans l'algorithme maître. La fonction LAG permet encore de réduire considérablement le volume des calculs nécessaires et rend par conséquent inutile l'utilisation d'ordinateurs rapides et chers. De plus, cette fonction permet d'établir de façon particulièrement simple les modèles directs et inverses des algorithmes de calcul.

Les principales qualités de la régulation proposée peuvent être résumées comme suit :

- anticipation : la régulation commence à corriger les perturbations mesurées avant même que leur effet ne se soit manifesté sur les mesures des propriétés (utilisation de prédictions de concentrations, de prédictions de propriétés et de prédictions de températures dans les algorithmes);
- précision même en présence de perturbations : le modèle et son inverse sont recalibrés en permanence en utilisant les mesures des propriétés (adaptation);
- validité étendue : l'algorithme garde sa validité durant les transitions de régime et de qualité, ainsi que lors des démarrages et des arrêts (mise en équation de la dynamique du procédé, utilisation de prédictions pour les paramètres à temps morts importants);
- simplicité : le développement et la mise en oeuvre sont facilités grâce à une méthode originale de mise en équation de la dynamique du procédé (fonction LAG et utilisation de modèles directs et inverses).

Avantageusement, le procédé de synthèse à réguler est modélisé sous la forme d'un "modèle de connaissance" ("first principle model"), c'est-à-dire que son modèle est élaboré à partir d'équations reflétant le déroulement physico-chimique détaillé du procédé. Une telle approche permet d'obtenir, au moyen d'un jeu d'équations relativement simple sur le plan mathématique, des résultats supérieurs à ceux qui auraient été obtenus au moyen d'un modèle empirique de type boîte noire, en fournissant notamment des paramètres reliés à des grandeurs réelles et une meilleure validité à l'extérieur de l'espace d'identification (extrapolation). La plupart des modèles empiriques utilisent des équations complexes, souvent d'ordre

élevé si l'on désire obtenir une simulation correcte de la dynamique du procédé, et dont les paramètres (notamment les constantes de temps) doivent être identifiés pour un point de fonctionnement précis; le modèle n'est valable que dans le voisinage immédiat de ce point de fonctionnement. Une telle approche peut difficilement être généralisée à un grand nombre de points de fonctionnement dans le cas d'un procédé de synthèse chimique réel faisant intervenir de nombreuses variables.

Au contraire, selon la méthode de régulation de l'invention, on utilise un ensemble d'équations simples, purement statiques, la dynamique du procédé étant simulée par d'autres fonctions simples (cf. la fonction LAG ci-dessus), dont les constantes de temps peuvent, en cas de besoin, être adaptées selon le point de fonctionnement courant. On obtient en fin de compte un ensemble d'équations extrêmement simples et faciles à résoudre en temps réel.

Il sera apprécié que la méthode de régulation proposée est avantageusement applicable à des procédés de synthèse en continu de polymères (polymérisation), et notamment à la polymérisation en continu d'oléfines telles que par exemple l'éthylène ou le propylène.

La présente invention concerne également un procédé de synthèse en continu d'un ou plusieurs produits chimiques, régulé au moyen d'une méthode de régulation conforme à l'invention.

L'invention concerne également un dispositif de régulation destiné à mettre en oeuvre la méthode de régulation de l'invention, ainsi qu'une installation de synthèse en continu d'un ou plusieurs produits chimiques comprenant un tel dispositif de régulation.

En particulier, de bons résultats ont été obtenus lorsque le procédé de synthèse à réguler est un procédé de polymérisation en continu.

Une exécution concrète de l'invention est illustrée sur base d'un procédé de synthèse en continu de polyéthylène (PE), en se référant aux Figures 1 à 6. Celles-ci montrent :

Figure 1 : un schéma d'un circuit de fabrication de polyéthylène;

Figure 2 : un schéma simplifié de la structure d'une régulation avancée selon l'invention;

Figure 3 : un schéma de principe de la régulation avancée appliquée au circuit de fabrication de la Figure 1;

Figure 4 : un schéma de principe d'un algorithme de contrôle adaptatif, tel

qu'utilisé dans le système de régulation avancée selon la Figure 2;

Figure 5 : un schéma de la structure de l'algorithme maître dans le système de régulation avancée selon la Figure 2;

5 Figure 6 : un schéma de la structure de l'algorithme esclave dans le système de régulation avancée selon la Figure 2;

On se réfère d'abord à la Figure 1 qui représente schématiquement un circuit de synthèse en continu de polyéthylène (PE). La polymérisation de l'éthylène se fait dans un réacteur boucle 10, en suspension dans un solvant adéquat, tel que par exemple l'hexane. Le processus est continu, c'est-à-dire que les réactifs sont injectés en continu, et qu'une partie du contenu du réacteur 10 est continuellement soutirée. Une pompe de circulation (non représentée) assure l'homogénéité du contenu du réacteur 10.

15 Les réactifs introduits dans le réacteur sont l'éthylène "Et", l'hydrogène "Hy" et le butène "Bt" (cf. référence 11). Un catalyseur est également injecté en continu. Il importe de bien maîtriser les concentrations des réactifs dans le réacteur, car les propriétés de la résine PE sont principalement déterminées par les rapports de concentrations Hy/Et et Bt/Et.

20 La température de polymérisation dans le réacteur est un paramètre additionnel qui influence les propriétés de la résine PE. Vu que la réaction de polymérisation est fortement exothermique, la température du réacteur doit être régulée en ayant recours à un circuit de refroidissement 12.

25 Le réacteur 10 en fonctionnement contient donc du solvant, du polymère et des réactifs n'ayant pas encore réagi et du catalyseur. Son contenu est soutiré en permanence à travers la conduite de soutirage 14. Ce contenu soutiré entre dans un stripper STP 16, qui sépare le polymère PE et les fluides (solvant et réactifs). Ces fluides sont vaporisés par injection de vapeur d'eau et évacués dans un condenseur CD 18. Dans ce dernier le solvant est de nouveau condensé avant d'être recyclé. Les réactifs qui sont plus légers sont séparés du solvant et sont aussi recyclés. Un chromatographe en phase gazeuse 20 placé à la sortie du condenseur 20 permet de déterminer les concentrations Hy/Et, Bt/Et des réactifs.

35 Le polymère évacué du stripper 16 est concentré dans une centrifugeuse CFG 22, puis séché dans un sécheur à lit fluide SHLF 24, avant d'être envoyé vers le finishing pour y être granulé. Des échantillons sont prélevés à la sortie du sécheur 24 pour y mesurer les propriétés de la résine :

crystallinité (mesurée par la masse volumique spécifique "MVS") et propriétés rhéologiques (indice de fusion ou "melt index" "MI" et viscosité " μ_2 ").

La dynamique de ce processus de synthèse de PE est lente et complexe :

- 5 - Le réacteur boucle 10 se comporte comme un réacteur parfaitement mélangé. Dès lors, toute modification du débit d'alimentation d'un des réactifs ne se traduira que progressivement sur la concentration de ce réactif dans le réacteur. En effet, le nouveau débit doit se mélanger au volume tout entier du réacteur 10 pour l'amener à la nouvelle concentration d'équilibre.
- 10 - La mesure des concentrations des réactifs se fait par un chromatographe en phase gazeuse 20; il s'agit d'un appareil discontinu, qui procède par étapes successives : prélèvement d'un échantillon de gaz, analyse, puis élaboration des résultats. Il y a donc un temps mort (de 5 à 10 min.)
- 15 entre les changements de concentration et leur mesure.
- Les propriétés du polymère fabriqué à chaque instant dépendent principalement des concentrations des réactifs. Toute modification de ces concentrations affecte donc instantanément les propriétés du polymère fabriqué. Par contre, les propriétés moyennes dans le réacteur ne se modifient que
- 20 progressivement, car le polymère fraîchement produit doit se mélanger au polymère déjà présent dans le réacteur 10 (temps de séjour : ± 2 h).
- Lorsque le polymère est soutiré du réacteur 10, il subit à nouveau une série de mélanges dans les différents appareils (STP, CFG et SHLF) destinés à le sécher (temps de séjour : ± 2 h). Des échantillons de
- 25 polymère sont alors prélevés et analysés par le laboratoire de l'usine. Les résultats de ces analyses ne seront donc communiqués à la fabrication qu'après un nouveau temps mort, qui peut être important (± 2 h).

Modélisation du procédé à l'aide d'une fonction LAG

Selon la méthode de l'invention, la modélisation dynamique d'un

30 procédé de synthèse en continu est réalisée en ayant recours à des hypothèses de mélanges parfaits et de délais purs. Les mélanges parfaits sont mis en équation au moyen d'une fonction bien connue des ingénieurs, la fonction "LAG", ou filtre passe bas (du 1er ordre); cette fonction est linéaire et aisément programmable.

35 On définit :

$x = LAG(u, \tau)$ (dit "LAG de u durant τ ") comme étant la solution de

l'équation différentielle $\frac{dx}{dt} * \tau + x = u$, dont les arguments u et τ varient dans le temps.

Cette fonction "LAG" est bien connue dans toutes les disciplines techniques : les électriciens l'appellent "filtre (passe-bas du 1er ordre)", les
5 mécaniciens "amortissement", les statisticiens "lissage" ou "EWMA", etc.

Elle peut se résoudre numériquement (même en temps réel) par une équation algébrique du 1er ordre, ayant pour arguments les variables suivantes :

- la période d'échantillonnage "T" (ou temps écoulé depuis la dernière
10 itération)
 - le temps de séjour (ou "constante" de temps) " τ " à l'instant "t"
 - la grandeur d'état "x" à l'itération précédente "t-T"
 - la grandeur de commande "u" à l'instant présent "t"
- (u et τ représentent en fait la mesure effectuée à l'instant "t" sur les gran-
15 deurs "u" et " τ ", que l'on suppose avoir été constante dans tout l'intervalle précédent "T").

Elle peut se calculer par exemple par la formule suivante :

$$x(t) = x(t-T) * e^{-T/\tau(t)} + u(t) * (1 - e^{-T/\tau(t)})$$

La modélisation du procédé à l'aide de la fonction LAG se base sur les
20 théorèmes suivants :

Soit un réacteur parfaitement mélangé (CSTR), de volume V_R . Divers constituants (réactifs ou inertes) l'alimentent, parmi lesquels le réactif "x" (débit entrant $F_{x_{IN}}$) ayant la propriété " $P_{x_{IN}}$ " à l'entrée. On mesure également le débit de sortie " F_{OUT} " (soutirage).

25 **Théorème 1** : Application de la méthode LAG au calcul d'un bilan massique :

A chaque instant, la masse " M_{x_R} " d'un constituant "x" dans un réacteur parfaitement mélangé (CSTR) est égale au LAG du produit du débit massique entrant " $F_{x_{IN}}$ " par un temps " τ_X ", durant ce même temps " τ_X " :

$$30 \quad M_{x_R} = LAG (F_{x_{IN}} * \tau_X , \tau_X) \quad (\text{en kg})$$

Le temps " τ_X " est le "temps de séjour de x"; il vaut la masse du constituant M_{x_R} , divisée par la somme des débits massiques "sortants" (débit sortant " $F_{x_{OUT}}$ ", quantité consommée par réaction " FR_x ", etc.).

$$\tau_X = M_{x_R} / (F_{x_{OUT}} + FR_x + \dots) \quad (\text{en h})$$

35 Ce théorème donne ainsi une méthode exacte pour le calcul dynamique (même en temps réel) des concentrations dans un réacteur parfaitement

mélangé. En effet, la concentration " C_{xR} " du constituant "x" exprimée en kg/m^3 vaut, si " V_R " est le volume du réacteur :

$$C_{xR} = M_{xR} / V_R \quad (\text{en kg/m}^3)$$

5 Connaissant le débit volumique total " FV_{OUT} " sortant du réacteur, on définit le temps de séjour du réacteur " τ_R " :

$$\tau_R = V_R / FV_{OUT}$$

Dès lors, le débit massique " Fx_{OUT} " du constituant "x" en sortie du réacteur (soutirage) vaut :

$$Fx_{OUT} = M_{xR} / \tau_R$$

10 On remarquera que si "x" est un inerte (ne subissant pas de réaction et ne sortant du réacteur que par soutirage), on a :

$$\tau_X = \tau_R$$

Par ailleurs, dans le cas fréquent où la vitesse de réaction de "x" est proportionnelle à sa concentration C_{xR} , avec un facteur de proportionnalité R_X , on a :

$$\tau_X = 1 / (R_X + 1/\tau_R)$$

Théorème 2 : Application de la méthode LAG au calcul d'une propriété d'un mélange :

20 Soit une propriété " P_x " d'un constituant, répondant à la loi de mélange linéaire :

$$P_{x1+2} = w_1 * P_{x1} + w_2 * P_{x2}$$

où w_1 et w_2 sont les fractions massiques de propriété P_{x1} et P_{x2}

A chaque instant la propriété P_{xR} dans un réacteur parfaitement mélangé (CSTR) est égale au LAG de la propriété à l'entrée P_{xIN} , durant un temps de séjour qui vaut le rapport de la masse M_{xR} du constituant dans le réacteur divisé par le débit massique entrant F_{xIN} :

$$P_{xR} = \text{LAG} (P_{xIN} , M_{xR} / F_{xIN})$$

Il est ainsi possible de tenir compte de la dynamique du procédé, et de recalculer en permanence ses constantes de temps.

30 Principe de la régulation :

Le modèle du procédé de synthèse étant établi, il faut un algorithme qui calcule les paramètres nécessaires à la régulation de ce procédé.

35 La Figure 2 montre un schéma général simplifié du type de régulation avancée (Advanced Process Control ou "APC") adopté pour le procédé de polymérisation décrit plus haut. On voit que ce système de régulation comprend une cascade de deux algorithmes, cette cascade pilotant notam-

ment les régulateurs PID des débits d'alimentation en réactifs.

Les deux algorithmes en cascade, appelés algorithme maître et algorithme esclave, sont tous deux des algorithmes dynamiques adaptatifs basés sur des modèles issus de la connaissance du processus (par opposition aux modèles empiriques), basés notamment sur les bilans de matière et la cinétique du procédé régulé. Ils utilisent la fonction LAG prédéfinie.

Sur la Figure 3, qui montre le principe du système de régulation dans le contexte du procédé de polymérisation décrit plus haut, on voit que :

- l'algorithme maître est basé sur les équations caractéristiques des catalyseurs, c'est-à-dire des équations fournissant les propriétés du PE en fonction de la température de polymérisation et des concentrations des réactifs dans le réacteur; il fournit à l'algorithme esclave les consignes des concentrations en réactifs pour satisfaire les consignes pour les propriétés du PE;
- l'algorithme esclave est basé sur un bilan matière et la cinétique chimique des réactions; il fournit aux régulateurs d'alimentation les débits de réactifs nécessaires pour satisfaire les consignes de concentrations imposées par l'algorithme maître et la consigne de débit du produit à synthétiser. Il calcule également un terme anticipatif ("feed-forward") pour la température, améliorant la régulation de température lors des changements de débit du produit à synthétiser.

Ce type de régulation n'est d'une précision parfaite que si le modèle est parfait et prend en compte toutes les perturbations possibles. Cela n'est en général pas le cas. C'est pourquoi en général (voir Figure 4) on recalcule en continu les modèles (direct et inverse) en comparant les prédictions du modèle direct avec les mesures des propriétés. Cette "adaptation" des modèles de calcul utilisés permet de maintenir la précision des modèles en présence de perturbations non modélisées et ainsi d'obtenir une régulation précise en toutes circonstances.

L'algorithme esclave

La Figure 6 illustre le principe de l'algorithme esclave :

1. un modèle direct prédit, à partir des mesures des débits alimentant le réacteur, les concentrations en réactifs et en polymère;
2. un module d'adaptation compare les concentrations en éthylène (Et), hydrogène (Hy) et butène (Bt) mesurée par un analyseur (chromatographe à gaz) aux valeurs prédites par le modèle direct, de façon à

déterminer trois paramètres d'adaptation :

- l'activité spécifique du catalyseur pour l'éthylène "A_{Et}", en kg/h de polyéthylène par kg de catalyseur et par kg/m³ d'éthylène
 - l'erreur de gain sur la mesure de débit d'hydrogène "KfHy"
 - 5 - la pureté de l'alimentation en butène "KfBt"
3. l'algorithme de régulation calcule, à partir des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître et de la consigne de production, les consignes pour les débits d'alimentation des réactifs; ces consignes de débit sont composées d'un feed-forward basé sur le modèle inverse,
- 10 et d'un feed-back proportionnel à l'écart entre le modèle direct et les consignes de concentration.

Pour comprendre les calculs effectués par l'algorithme esclave, il faut d'abord savoir qu'il est généralement admis que la vitesse de polymérisation "VitP_{Et}" est proportionnelle :

- 15 - à la concentration en Et non polymérisé c_{EtR} (en kg/m³),
- à la concentration en catalyseur actif dans le réacteur c_{CA_R} (en kg/m³),
- et
- à un facteur de proportionnalité, fonction difficilement quantifiable de la température, des concentrations en Hy, en Bt et en co-catalyseur, de la
- 20 présence de poisons, etc. Ce terme est appelé "activité catalytique" pour l'éthylène A_{Et}. Sauf dysfonctionnement majeur (poison, etc.), il varie raisonnablement peu en cours de campagne.

$$\text{VitP}_{\text{Et}} = A_{\text{Et}} * c_{\text{CA}_R} * c_{\text{Et}_R} \quad (\text{kg/m}^3 \cdot \text{h})$$

- 25 La quantité d'éthylène "FpEt" qui polymérise dans le réacteur à chaque unité de temps ("débit de polymérisation") vaut donc, si V_R est le volume du réacteur :

$$\begin{aligned} \text{FpEt} &= \text{VitP}_{\text{Et}} * V_R (\text{kg/h}) \\ &= A_{\text{Et}} * c_{\text{CA}_R} * \text{MEt}_R \end{aligned}$$

- où MEt_R est la masse d'éthylène en solution dans le réacteur (en kg)

- 30 On sait par ailleurs que la vitesse d'incorporation de l'Hy est environ 100 fois plus lente que l'Et, et 10 fois plus lente pour le Bt. On en déduit :

$$\text{FpHy} = A_{\text{Et}} * c_{\text{CA}_R} * \text{MHy}_R / 100$$

$$\text{FpBt} = A_{\text{Et}} * c_{\text{CA}_R} * \text{MBt}_R / 10$$

- où MHy_R est la masse d'hydrogène en solution dans le réacteur (en kg) et

- 35 MBt_R est la masse de butène en solution dans le réacteur (en kg)

Le modèle esclave utilise maintenant les mesures suivantes :

- FEt_{IN} = débit d'alimentation en éthylène (monomère) (kg/h)
 FSv_{IN} = débit d'alimentation en solvant (hexane) (kg/h)
 FCA_{IN} = débit d'alimentation en catalyseur (kg/h)
 FHy_{IN} = débit d'alimentation en hydrogène (agent de transfert) (kg/h)
 5 FBt_{IN} = débit d'alimentation en butène (co-monomère) (kg/h)

Il utilise également les paramètres d'adaptation suivants :

- A_{Et} = "activité catalytique" pour l'éthylène
 $KfHy$ = erreur de gain sur la mesure de l'alimentation en hydrogène
 $KfBt$ = pureté de l'alimentation en butène

- 10 Le volume du réacteur étant constant, le débit volumique sortant équivaut au débit volumique entrant (fluides incompressibles). Le débit volumique sortant " FV_{OUT} " peut dès lors être calculé comme la somme des débits massiques entrants divisés par la masse volumique qu'ils ont dans le réacteur :

- 15 $FV_{OUT} = FSv_{IN}/650 + FEt_{IN}/950 + FBt_{IN}/600$ (m³/h)
 (où les masses volumiques sont les suivantes : 650 kg/m³ pour le solvant, 950 kg/m³ pour le polyéthylène, 600 kg/m³ pour le butène). On fait ici l'hypothèse que tout l'éthylène se transforme instantanément en polyéthylène, et on néglige le débit d'hydrogène et de catalyseur (quelques kg).

- 20 Le solvant est chimiquement inerte et ne sort du réacteur que par soutirage du réacteur. On calcule sa masse " MSv_R " dans le réacteur en utilisant le théorème 1 :

$$MSv_R = LAG (FSv_{IN} * \tau_R, \tau_R) \quad (\text{kg})$$

avec : $\tau_R = V_R / FV_{OUT}$ (h) (temps de séjour dans le réacteur)

- 25 Le catalyseur se désactive avec une constante de temps "kd" ; la masse " MCA_R " de catalyseur actif dans le réacteur vaut donc :

$$MCA_R = LAG (FCA_{IN} * \tau_{CA}, \tau_{CA}) \quad (\text{kg})$$

avec : $\tau_{CA} = 1 / (1/\tau_R + kd)$ (h)

et donc la concentration " cCA_R " de catalyseur actif dans le réacteur vaut :

- 30 $cCA_R = MCA_R / V_R$ (kg/m³)

L'éthylène "sort" du réacteur dans le débit de soutirage ainsi que dans la réaction de polymérisation. Sa masse dans le réacteur " MEt_R " vaut donc :

$$MEt_R = LAG (FEt_{IN} * \tau_{Et}, \tau_{Et}) \quad (\text{kg})$$

- 35 avec : $\tau_{Et} = 1 / (1/\tau_R + A_{Et} * cCA_R)$ (h)

D'une façon similaire, on calcule la masse "brute" (non calibrée)

d'hydrogène dans le réacteur "MHy_{RAW}" :

$$MHy_{RAW} = LAG (FHy_{IN} * \tau_{Hy}, \tau_{Hy}) \quad (\text{kg})$$

$$\text{avec : } \tau_{Hy} = 1 / (1/\tau_R + A_{Et} * cCA_R / 100) \quad (\text{h})$$

5 La masse "MHy_R", corrigée pour prendre en compte l'erreur de gain sur la mesure de l'alimentation en hydrogène, vaut :

$$MHy_R = KfHy * MHy_{RAW} \quad (\text{kg})$$

Le rapport Hy:Et dans le réacteur vaut donc :

$$HyEt_R = MHy_R / MEt_R$$

D'une façon similaire, on calcule la masse de butène "brute"

10 "MBt_{RAW}" :

$$MBt_{RAW} = LAG (FBt_{IN} * \tau_{Bt}, \tau_{Bt}) \quad (\text{kg})$$

$$\text{avec : } \tau_{Bt} = 1 / (1/\tau_R + A_{Et} * cCA_R / 10) \quad (\text{h})$$

La masse "MBt_R", corrigée pour prendre en compte la pureté de l'alimentation en butène, vaut :

$$15 \quad MBt_R = KfBt * MBt_{RAW} \quad (\text{kg})$$

Le rapport Bt:Et dans le réacteur vaut donc :

$$BtEt_R = MBt_R / MEt_R$$

On a vu que le débit de polymérisation "FpEt" (production instantanée) vaut :

$$20 \quad FpEt = A_{Et} * cCA_R * MEt_R \quad (\text{kg/h})$$

Le polymère étant inerte et ne subissant pas de réaction, sa masse dans le réacteur "MPE_R" vaut :

$$MPE_R = LAG (FpEt * \tau_R, \tau_R) \quad (\text{kg})$$

Le débit de polymère sortant du réacteur "FPE_{OUT}" vaut dès lors :

$$25 \quad FPE_{OUT} = MPE_R / \tau_R \quad (\text{kg/h})$$

Adaptation du modèle esclave :

Le bloc d'adaptation utilise un analyseur (par exemple un chromatographe à gaz "GC") pour obtenir les mesures des concentrations dans le réacteur en éthylène "cEt_{GC}", en hydrogène "cHy_{GC}" et en butène "cBt_{GC}" (exprimées par exemple en kg/m³). Ces mesures sont comparées aux valeurs prédites par le modèle direct, afin de déterminer les trois paramètres d'adaptation suivants :

- l'activité spécifique du catalyseur pour l'éthylène "A_{Et}", en kg/h de polyéthylène par kg de catalyseur et par kg/m³ d'éthylène
- 35 - l'erreur de gain sur la mesure de débit d'hydrogène "KfHy"
- la pureté de l'alimentation en butène "KfBt"

Le chromatographe à gaz fournit des mesures échantillonnées avec un retard d'environ 6 minutes.

Le calcul de l'activité spécifique pour l'éthylène "AEt" découle des égalités suivantes :

$$\begin{aligned}
 5 \quad c_{Et_{GC}} &= c_{Et_R} (\text{kg/m}^3) \\
 &= M_{Et_R} / V_R \\
 &= LAG (FEt_{IN} * \tau_{Et}, \tau_{Et}) / V_R \\
 &= LAG (FEt_{IN} / (1/\tau_R + A_{Et} * c_{CA_R}), \tau_{Et}) / V_R \\
 \Rightarrow A_{Et} &= (FEt_{IN} / LEAD (c_{Et_{GC}} * V_R, \tau_{Et}) - 1/\tau_R) / c_{CA_R}
 \end{aligned}$$

10 La mesure $c_{Et_{GC}}$ étant échantillonnée et bruitée, on ne souhaite pas la trouver dans un LEAD; dès lors, on utilise plutôt :

$$\begin{aligned}
 A_{Et}' &= LAG (A_{Et}, \tau_{Et}) \\
 &\approx LAG (FEt_{IN}/c_{CA_R}, \tau_{Et}) / (c_{Et_{GC}} * V_R) - 1 / LAG (\tau_R * c_{CA_R}, \tau_{Et})
 \end{aligned}$$

15 On tient compte du retard de 6 minutes sur la mesure de $c_{Et_{GC}}$ en introduisant deux LAGs en série de 3 minutes chacun sur les valeurs du modèle, et on obtient la formule finale :

$$\begin{aligned}
 A_{Et} &= LAG (FEt_{IN} / c_{CA_R}, \tau_{Et}, 3/60, 3/60) / (c_{Et_{GC}} * V_R) \\
 &\quad - 1 / LAG (\tau_R * c_{CA_R}, \tau_{Et}, 3/60, 3/60)
 \end{aligned}$$

20 Le calcul du gain du débit d'hydrogène "KfHy" découle des égalités suivantes :

$$\begin{aligned}
 c_{Hy_{GC}} &= c_{Hy_R} (\text{kg/m}^3) \\
 &= M_{Hy_R} / V_R \\
 &= KfHy * M_{Hy_{RAW}} / V_R \\
 \Rightarrow KfHy &= c_{Hy_{GC}} * V_R / M_{Hy_{RAW}}
 \end{aligned}$$

25 On tient compte du retard de 6 minutes sur la mesure de $c_{Hy_{GC}}$ en introduisant deux LAGs en série de 3 minutes chacun sur la valeur du modèle, et on obtient la formule finale :

$$\Rightarrow KfHy = c_{Hy_{GC}} * V_R / LAG (M_{Hy_{RAW}}, 3/60, 3/60)$$

30 D'une façon similaire à KfHy, on calcule le paramètre de correction pour la pureté du butène "KfBt" :

$$KfHy = c_{Bt_{GC}} * V_R / LAG (M_{Bt_{RAW}}, 3/60, 3/60)$$

L'algorithme de régulation a pour entrées :

- les consignes de concentration calculées par l'algorithme maître; plus précisément les consignes pour les rapports de concentration c_{Hy_R}/c_{Et_R}
- 35 "HyEt_{SP}" et c_{Bt_R}/c_{Et_R} "BtEt_{SP}" (en kg/kg)
- la consigne pour le débit du produit à synthétiser $Fp_{Et_{SP}}$, fixée par

l'opérateur

- la consigne pour la concentration en éthylène c_{EtSP} , fixée par l'opérateur;
- les concentrations calculées par le modèle.

Il calcule les consignes pour les débits d'alimentation des réactifs FEt_{SP} , FCA_{SP} , FHy_{SP} et FBt_{SP} . Différents algorithmes peuvent être utilisés, parmi lesquels le MBPC (Model Based Predictive Control). Ils peuvent en général se décomposer en un feed-forward basé sur le modèle inverse, et un feed-back proportionnel à l'écart entre le modèle direct et les consignes de concentration.

10 Régulation de l'alimentation en éthylène :

Feed-forward : valeur pour maintenir la concentration actuelle, basée sur l'inversion de la valeur stationnaire de l'équation suivante :

$$MEt_R = LAG (FEt_{IN} * \tau_{Et} , \tau_{Et}) \quad (kg)$$

$$\Rightarrow FEt_{FF} = MEt_R / \tau_{Et}$$

15 Feed-back : proportionnel à l'écart entre la consigne c_{EtSP} , et le modèle

$$FEt_{FB} = 5 * (c_{EtSP} * V_R - MEt_R)$$

Consigne :

$$FEt_{SP} = FEt_{FF} + FEt_{FB}$$

Régulation de l'alimentation en catalyseur :

20 Feed-forward : valeur pour maintenir la concentration actuelle, basée sur l'inversion de la valeur stationnaire de l'équation suivante :

$$MCA_R = LAG (FCA_{IN} * \tau_{CA} , \tau_{CA}) \quad (kg)$$

$$\Rightarrow FCA_{FF} = MCA_R / \tau_{CA}$$

25 Feed-back : proportionnel à l'écart entre la consigne $FpEt_{SP}$, et le modèle, selon la formule suivante :

$$FpEt = A_{Et} * MEt_R * MCA_R / V_R$$

$$\Rightarrow FCA_{FB} = 5 * (FpEt_{SP} / (A_{Et} * MEt_R / V_R) - MCA_R)$$

Consigne :

$$FCA_{SP} = FCA_{FF} + FCA_{FB}$$

30 Régulation de l'alimentation en hydrogène :

Feed-forward : valeur pour maintenir la concentration actuelle, basée sur l'inversion de la valeur stationnaire de l'équation suivante :

$$MHy_R = LAG (FHy_{IN} * \tau_{Hy} , \tau_{Hy}) \quad (kg)$$

$$\Rightarrow FHy_{FF} = MHy_{RAW} / \tau_{Hy}$$

35 Feed-back : proportionnel à l'écart entre la consigne de rapport $HyEt_{SP}$, et le modèle.

$$FHy_{FB} = 5 * (HyEt_{SP} * MEt_R - MHy_R)$$

Consigne :

$$FHy_{SP} = FHy_{FF} + FHy_{FB}$$

Régulation de l'alimentation en butène (similaire à l'hydrogène) :

$$5 \quad FBt_{FF} = MBt_{RAW} / \tau_{Bt}$$

$$FBt_{FB} = 5 * (BtEt_{SP} * MEt_R - MBt_R)$$

$$FBt_{SP} = FBt_{FF} + FBt_{FB}$$

Les équations qui précèdent résument les équations de l'algorithme esclave. Elles sont exécutées toutes les 10 secondes par le système numérique de contrôle et de commande (SNCC).

L'algorithme maître

La Figure 5 illustre le principe de l'algorithme maître :

1. le modèle direct prédit les propriétés principales du polymère (MI et MVS); il utilise pour cela la mesure de la température de polymérisation, les prédictions pour les concentrations dans le réacteur, fournies par le modèle esclave, et les temps de séjour du PE dans les différents appareils.
2. l'adaptation compare les mesures de MI et de MVS effectuées (à la sortie du sécheur également), soit par le laboratoire de mesure toute les 2 h, soit par un analyseur en continu, aux valeurs prédites par le modèle direct, de façon à déterminer les 2 paramètres d'adaptation, qui sont des paramètres correctifs, multiplicatif pour le MI et additif pour la MVS.
3. l'algorithme de régulation calcule, à partir des consignes de MI et de MVS fournie par l'opérateur, les consignes pour les concentrations dans le réacteur (rapports Hy:Et et Bt:Et). Comme pour l'algorithme esclave, ce calcul est composé d'un feed-forward basé sur le modèle direct, et d'un feed-back proportionnel à l'écart entre le modèle direct et les consignes de l'opérateur.

Pour un catalyseur donné, les propriétés des résines en régime établi sont des fonctions de la température de polymérisation et des concentrations des réactifs. Parmi les différentes équations statiques renseignées dans la littérature, on a choisi les équations suivantes :

$$\log(MI) = a_0 + a_1 * T^\circ + a_2 * \log(Hy/Et) + a_3 * Bt/Et$$

$$MVS = b_0 + b_1 * T^\circ + b_2 * (Bt/Et)^{b_3} + b_4 * \log(MI)$$

Les paramètres a_0 à a_3 et b_0 à b_4 sont obtenus par identification en régime établi, pour plusieurs résines fabriquées avec le même catalyseur.

Par ailleurs, les différents appareils rencontrés par le polyéthylène jusqu'au moment où ses propriétés sont mesurées (réacteur, stripper, centrifugeuse puis sécheur), peuvent tous être assimilés en première approximation à des réacteurs parfaitement mélangés.

5 Le modèle maître utilise maintenant comme entrées les mesures suivantes :

T_R = température au réacteur (°C)

V_{stp} = volume liquide dans le stripper (obtenu par mesure de niveau) (m³)

MI_{MES} = mesure de MI (melt-index)

10 MVS_{MES} = mesure de MVS (Masse Volumique Spécifique)

ainsi que les calculs suivants réalisés par le modèle esclave :

F_{pEt} = production instantanée de polymère (kg/h)

FPE_{OUT} = débit de PE sortant du réacteur (kg/h)

MPE_R = masse de PE dans le réacteur (kg)

15 $HyEt_R$ = rapport Hy sur Et dans le réacteur (kg/kg)

$BtEt_R$ = rapport Bt sur Et dans le réacteur (kg/kg)

Les valeurs instantanées brutes (avant adaptation) de la MVS et du logarithme du MI sont calculées par :

$MVS_{INS} = b_0 + b_1 * T_R + b_2 * (BtEt_R)^{b3} + b_4 * IMI_{INS}$

20 $IMI_{INS} = a_0 + a_1 * T_R + a_2 * \log (HyEt_R) + a_3 * BtEt_R$

En utilisant le théorème 2, on calcule les propriétés moyennes brutes à la sortie du réacteur :

$IMIr = LAG (IMI_{INS}, MPE_R / F_{pEt})$

$MVSr = LAG (MVS_{INS}, MPE_R / F_{pEt})$

25 En effet :

- les propriétés IMI et MVS répondent assez bien à une loi de mélanges linéaire

- le réacteur boucle peut être assimilé à un réacteur parfaitement mélangé

- le débit massique de PE "entrant" dans le réacteur est effectivement F_{pEt} ,

30 la quantité de PE qui polymérise à chaque instant.

Propriétés brutes à la mesure : Sachant qu'on a dans le stripper environ 500 kg de PE par m³, et si l'on prend l'hypothèse que le stripper est un réacteur parfaitement mélangé, on calcule les propriétés brutes en sortie du stripper comme suit :

35 $IMI_{stp} = LAG (IMIr, 500 * V_{stp} / FPE_{OUT})$

$MVS_{stp} = LAG (MVSr, 500 * V_{stp} / FPE_{OUT})$

Le temps de séjour dans la centrifugeuse étant très court, on peut l'ignorer.

Le sécheur est à lit fluide; il contient en permanence environ 1 400 kg de PE. On peut faire l'hypothèse que le niveau dans le stripper change peu, et que le débit qui en sort égale celui qui y rentre. Dès lors, le débit de PE entrant dans le sécheur vaut FPE_{OUT} . On a alors en sortie du sécheur, à l'endroit où l'échantillon est prélevé pour la mesure de propriété, les valeurs brutes suivantes :

$$10 \quad \begin{aligned} IMI_{sh} &= LAG (IMI_{stp}, 1400 / FPE_{OUT}) \\ MVS_{sh} &= LAG (MVS_{stp}, 1400 / FPE_{OUT}) \end{aligned}$$

Les propriétés après adaptation sont obtenues en faisant intervenir les paramètres d'adaptation kMI (paramètre multiplicatif) et $kMVS$ (paramètre additif); les propriétés après adaptation sortie réacteur, stripper et sécheur valent donc :

$$15 \quad \begin{aligned} MI_{rC} &= kMI * 10^{IMI_r} \\ MVS_{rC} &= kMVS + MVS_r \\ MI_{stpC} &= kMI * 10^{IMI_{stp}} \\ MVS_{stpC} &= kMVS + MVS_{stp} \\ MI_{shC} &= kMI * 10^{IMI_{sh}} \\ 20 \quad MVS_{shC} &= kMVS + MVS_{sh} \end{aligned}$$

Adaptation du modèle maître :

Les mesures de propriétés prennent un certain temps à être réalisées (± 5 min. si analyseur en ligne, ± 1 h si effectuées par le laboratoire). Pour pouvoir calculer les paramètres d'adaptation, il faut donc recalculer dans le temps les prédictions brutes du modèle avec les mesures. Cela se fait au moyen d'un registre à décalage (appelé ici "fonction DELAY") :

$$25 \quad \begin{aligned} IMI_{DEL} &= DELAY (IMI_{sh}, \tau_{MI}) \\ MVS_{DEL} &= DELAY (MVS_{sh}, \tau_{MVS}) \end{aligned}$$

avec : τ_{MI} et $\tau_{MVS} = \pm 5$ min. ou ± 1 h, suivant que la mesure est

réalisée par un analyseur continu ou par le laboratoire.

A chaque nouvelle mesure de MI ou de MVS, on recalcule le paramètre d'adaptation brut kMI' ou $kMVS'$, en comparant la valeur modèle brute recalculée dans le temps à la valeur mesurée :

$$35 \quad \begin{aligned} kMI' &= \log (MI_{MES}) - IMI_{DEL} \\ kMVS' &= MVS_{MES} - MVS_{DEL} \end{aligned}$$

Ces valeurs brutes sont filtrées afin d'atténuer les réactions précipitées

que les mesures et leur bruit infligeraient au procédé :

$$kMI = LAG (kMI', \pm 1 h)$$

$$kMVS = LAG (kMVS', \pm 1 h)$$

Algorithme de régulation :

- 5 L'algorithme de régulation a pour consignes les valeurs MI_{SP} et MVS_{SP} , entrées par l'opérateur. Il calcule les consignes pour les rapports des concentrations dans le réacteur $HyEt_{SP}$ et $BtEt_{SP}$ nécessaire pour obtenir rapidement les propriétés voulues MI_{SP} et MVS_{SP} . Ce calcul se fait en 2 étapes :
- 10 1. l'algorithme de régulation calcule, à partir des consignes MI_{SP} et MVS_{SP} fournies par l'opérateur, et des valeurs après adaptation du MI et de la MVS dans les différents appareils, les consignes MIi_{SP} et $MVSi_{SP}$ pour la production instantanée. Ces consignes instantanées sont composées d'un feed-forward, et d'un feed-back proportionnel à
- 15 l'écart entre le modèle direct et les consignes de l'opérateur.
2. les consignes pour les rapports de concentration $HyEt_{SP}$ et $BtEt_{SP}$ sont alors calculées en inversant l'équation statique utilisée plus haut pour le calcul de la valeur instantanée du MI et de la MVS.
- 20 Consignes pour les propriétés instantanées : On compare les propriétés sortie sécheur aux consignes de propriété, pour déterminer les consignes voulues pour les propriétés à la sortie du stripper (on néglige la centrifugeuse) :
- $$MIst_{SP} = 10 (\log(MISP) + 0.1 * (\log(MISP) - \log(MIshC)))$$
- $$MVSst_{SP} = MVS_{SP} + 0.1 * (MVS_{SP} - MVSshC)$$
- 25 De même, à partir de l'écart entre ces consignes sortie stripper et des valeurs calibrées au stripper, on calcule les consignes voulues en sortie du réacteur :
- $$MIr_{SP} = 10 (\log(MIst_{SP}) + 0.5 * (\log(MIst_{SP}) - \log(MIst_{PC})))$$
- $$MVSr_{SP} = MVSst_{SP} + 0.5 * (MVSst_{SP} - MVSst_{PC})$$
- 30 Enfin, à partir de l'écart entre ces consignes sortie réacteur et des valeurs calibrées correspondantes, on calcule les consignes voulues pour la production instantanée :
- $$MIi_{SP} = 10 (\log(MIr_{SP}) + 2 * (\log(MIr_{SP}) - \log(MIrC)))$$
- $$MVSi_{SP} = MVSr_{SP} + 2 * (MVSr_{SP} - MVSrC)$$
- 35 Consignes pour les rapports de concentrations : Les consignes pour les rapports de concentration $HyEt_{SP}$ et $BtEt_{SP}$ s'obtiennent en inversant

l'équation statique utilisée plus haut pour le calcul de la valeur instantanée du MI et de la MVS, en substituant aux termes MI et MVS les consignes voulues pour la production instantanée et en appliquant le paramètre d'adaptation.

5 Partant de :

$$\log (MI_{SP} / kMI) = a_0 + a_1 * T_R + a_2 * \log (HyEt_{SP}) + a_3 * BtEt_R$$

$$MVS_{SP} - kMVS = b_0 + b_1 * T_R + b_2 * (BtEt_{SP})^{b_3} + b_4 * IMI_{INS}$$

on obtient :

$$a_2 * \log (HyEt_{SP}) = \log (MI_{SP} / kMI) - (a_0 + a_1 * T_R + a_3 * BtEt_R)$$

10 ce qui donne :

$$HyEt_{SP} = 10 \left(\left(\log (MI_{SP} / kMI) - a_0 - a_1 * T_R - a_3 * BtEt_R \right) / a_2 \right)$$

et :

$$b_2 * (BtEt_{SP})^{b_3} = MVS_{SP} - kMVS - (b_0 + b_1 * T_R + b_4 * IMI_{INS})$$

ce qui donne :

$$15 BtEt_{SP} = \left(\left(MVS_{SP} - kMVS - b_0 - b_1 * T_R - b_4 * IMI_{INS} \right) / b_2 \right)^{1/b_3}$$

Les équations qui précèdent résument les équations de l'algorithme maître. Elles sont exécutées toutes les 30 secondes par le SNCC.

Avec ce procédé, il est possible de piloter la polymérisation avec une grande précision. En particulier :

- 20 - les propriétés contrôlées (MI et MVS) sont maintenues au plus près des valeurs voulues, avec une dispersion minimale
- les changements de qualité (et donc des propriétés MI et MVS) sont réalisés avec rapidité et précision
- 25 - les démarrages et arrêts de la polymérisation, ainsi que les changements de débit du produit à synthétiser, sont réalisés d'une façon accélérée, tout en maintenant le MI et la MVS fort proches des valeurs voulues.

Bien que la méthode de régulation selon l'invention ait été présentée à l'aide d'un procédé de synthèse de polyéthylène par polymérisation en continu d'éthylène, il est entendu que cette méthode de régulation sera de

30 façon générale efficace pour d'autres procédés de synthèse continus, présentant notamment plusieurs des caractéristiques suivantes :

- une régulation multivariable est nécessaire parce que plusieurs variables influent sur l'ensemble des propriétés à régler;
- 35 - la dynamique du processus est lente : mélanges en série, temps morts importants;
- les mesures des propriétés sont échantillonnées avec une faible fréquence,

et/ou bruitées;

- la régulation doit être dynamique, c'est-à-dire valable quelle que soit le débit du produit à synthétiser, ainsi que durant les transitions de débit et de qualité du produit à synthétiser;

5 - il y a intérêt à estimer certaines variables non directement mesurées.

Pour pouvoir être facilement mise en oeuvre avec les techniques présentées, il suffit que :

- 10 - les équations statiques du processus soient connues (souvent, elles le sont au moins dans une certaine mesure, sinon le procédé ne pourrait être maîtrisé);
- la dynamique du processus puisse être approchée par des mélanges parfaits et des temps morts;
- 15 - les mesures nécessaires soient disponibles et d'une qualité suffisante (en particulier, les débits des réactifs et les débits traversant les réservoirs concernés).

L'utilisation particulière de la fonction LAG décrite ci-dessus, notamment dans les théorèmes 1 et 2, peut naturellement être étendue à des méthodes de régulation basées sur une structure autre que celle qui a été exposée, qui comprend un algorithme maître et un algorithme esclave
20 distincts. Elle peut par exemple être appliquée dans une méthode de régulation ne comportant qu'un algorithme unique.

Tableau des abréviations utilisées

	a_I	paramètres pour l'équation statique du MI ($I = 0$ à 3)	
	b_I	paramètres pour l'équation statique de la MVS ($I = 0$ à 4)	
	A_{Et}	activité catalytique pour l'éthylène	$(m^3 \cdot kg^{-1} \cdot h^{-1})$
5	Cx_{GC}	concentration de "x" obtenue par la mesure de l'analyseur	(kg/m^3)
	Cx_R	concentration de "x" dans le réacteur	(kg/m^3)
	Cx_{SP}	consigne pour la concentration de "x" dans le réacteur	(kg/m^3)
	F_{px}	débit massique de polymérisation de "x"	(kg/h)
	FV_{OUT}	débit volumique sortant du réacteur	(m^3/h)
10	Fx_{IN}	débit massique de "x" entrant	(kg/h)
	Fx_{OUT}	débit massique de "x" sortant	(kg/h)
	k_d	constante de désactivation du catalyseur	$(1/h)$
	Kf_{Bt}	paramètre correctif (d'adaptation) pour le butène	
	Kf_{Hy}	paramètre correctif (d'adaptation) pour l'hydrogène	
15	k_{MI}	paramètre correctif (d'adaptation) pour le MI	
	k_{MVS}	paramètre correctif (d'adaptation) pour la MVS	
	$LAG(,)$	fonction filtre passe-bas du 1er ordre	
	MI_{MES}	mesure du MI (Melt Index) (indice de fusion)	
	MI_y	MI (Melt Index) brut (non calibré) dans "y"	
20	MI_{yC}	MI calibré (avec adaptation) dans "y"	
	MI_{ySP}	consigne de MI (calibrée) pour "y"	
	MVS_{MES}	mesure de la MVS (Masse Volumique Standard)	
	MVS_y	MVS (Masse Volumique Standard) brute (non calibré) dans "y"	
	MVS_{yC}	MVS calibrée (avec adaptation) dans "y"	
25	MVS_{ySP}	consigne de MVS (calibrée) pour "y"	
	Mx_{RAW}	masse de "x" brute (non calibré) dans le réacteur	(kg)
	Mx_Y	masse de "x" calibrée (avec adaptation) dans "y"	(kg)
	V_Y	Volume de "y"	(m^3)
	τ_R	temps de séjour dans le réacteur	(h)
30	τ_X	temps de séjour pour "x" dans le réacteur	(h)
	"x" peut représenter les constituants suivants :		
	Bt	Butène	
	CA	Catalyseur	
	Et	Ethylène	
35	Hy	Hydrogène	
	Sv	Solvant	
	"y" peut représenter les appareils suivants :		
	r	Réacteur de polymérisation	
	stp	Stripper	
40	sh	Sécheur (à lit fluide)	

Légende des figures

- 10 réacteur de polymérisation
11 alimentation en réactifs (matières premières), catalyseur, solvant
12 circuit de refroidissement
5 14 conduite de soutirage
16 stripper
18 condenseur
20 chromatographe en phase gazeuse
22 centrifugeuse
10 24 sécheur à lit fluide
25 solvant et réactifs à recycler
26 polyéthylène
27 réactifs à recycler
28 solvant à recycler
15 30 consignes de propriété du polymère
31 consigne de débit du produit à synthétiser
32 algorithme maître
33 algorithme esclave
34 consignes de concentration
20 35 consignes de débits entrants
36 régulation (PID) des débits
37 mesures
38 régulation de température
39 feed-forward de température
25 40 dynamique de la polymérisation : cinétique chimique et bilan matière
41 simulations du débit du produit à synthétiser et des rapports Hy/Et et Bt/Et
42 mesures de température, de débits et de concentrations
43 procédé
30 44 analyse
51 mesure de grandeurs liées au procédé
52 mesure de propriétés du polymère
53 modèle direct ; prédiction des propriétés à la mesure
54 comparaison : correction du modèle (adaptation)
35 55 algorithme de régulation, basé sur le modèle inverse (feed-forward +

- feed-back)
- 56 consignes pour les grandeurs liées au procédé
 - 57 mesures et consignes de débits entrants
 - 58 mesure de la température et prédiction des concentrations
 - 5 59 modèle direct : équations des propriétés en fonction des concentrations
 - 60 prédiction des propriétés
 - 61 consignes pour les concentrations dans le réacteur
 - 62 mesure des débits entrants
 - 63 mesure des concentrations dans le réacteur
 - 10 64 modèle direct ; prédiction des concentrations sur base du bilan matière
 - 65 prédictions de concentration
 - 66 comparaison ; calcul des paramètres d'adaptation

REVENDEICATIONS

1 - Méthode de régulation d'un procédé de synthèse en continu d'un produit chimique, dans un appareillage de synthèse comprenant un ou plusieurs réacteurs, qui comprend les étapes suivantes :

- 5 - entrée de consignes de propriétés du produit à synthétiser dans un algorithme maître;
- entrée de la consigne de débit du produit à synthétiser dans un algorithme esclave;
- 10 - calcul des consignes de concentration de matières dans le ou les réacteurs à l'aide de l'algorithme maître, en fonction des consignes de propriétés ainsi que des mesures de propriétés du flux sortant et de concentrations mesurées ou calculées;
- transmission des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître comme grandeurs d'entrée à l'algorithme esclave;
- 15 - calcul des consignes de débit pour les flux entrant dans le ou les réacteurs, à l'aide de l'algorithme esclave, en fonction de la consigne de débit du produit à synthétiser, des consignes de concentration, et des mesures de débit des flux entrant dans le ou les réacteurs, et
- 20 - utilisation des consignes de débits calculées à l'aide de l'algorithme esclave pour régler les débits des flux entrant dans le ou les réacteurs.

2 - Méthode de régulation selon la revendication 1, comprenant en outre une étape de calcul à l'aide de l'algorithme esclave, en fonction des mesures de débits, de prédictions de concentrations qui sont transmises à l'algorithme maître pour calculer des prédictions de propriétés utilisées
25 comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans le calcul des consignes de concentrations.

3 - Méthode selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle l'algorithme maître et/ou l'algorithme esclave sont adaptatifs.

4 - Méthode de régulation selon l'une des revendications 1 à 3, caracté-
30 risée par les étapes supplémentaires suivantes :

- calcul à l'aide de l'algorithme maître, en fonction des consignes de propriétés, de consignes de températures dans le ou les réacteurs; et/ou
- calcul à l'aide de l'algorithme esclave d'un bilan thermique pour le ou les

réacteurs, sur base notamment de mesures de température;

- résolution de ces bilans thermiques par l'algorithme esclave de façon à déterminer la chaleur qu'il faut ajouter ou évacuer pour respecter les consignes de température et déduction de consignes d'entrée pour des
- 5 organes de régulation thermique de l'appareillage de synthèse; et
- régulation en boucle fermée desdits organes de régulation thermique en respectant lesdites consignes d'entrée.

5 - Méthode de régulation selon la revendication 4, caractérisée en ce que dans l'algorithme maître interviennent comme grandeurs d'entrée

10 supplémentaires des mesures de températures.

6 - Méthode de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'algorithme maître comprend :

- un modèle direct pour la prédiction des propriétés du produit synthétisé, en fonction des prédictions de concentrations calculées par l'algorithme
- 15 esclave;
- un module de comparaison, comparant les prédictions de propriétés calculées par le modèle direct à des valeurs effectivement mesurées sur le produit synthétisé et déduisant de cette comparaison des paramètres
- 20 d'adaptation, lesdits paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit modèle direct; et
- un algorithme de régulation, basé sur l'inverse du modèle direct, pour calculer en fonction des consignes de propriétés pour le produit à synthétiser et des prédictions de propriétés du produit synthétisé des
- 25 consignes de concentrations pour l'algorithme esclave, lesdits paramètres d'adaptation intervenant également comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit algorithme de régulation.

7 - Méthode de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que l'algorithme esclave comprend :

- un modèle direct pour la prédiction des concentrations sur base du bilan
- 30 de matière dans le ou les réacteurs;
- un module de comparaison, comparant les prédictions de concentrations calculées par le modèle direct à des mesures de concentration et déduisant de cette comparaison des paramètres d'adaptation, lesdits paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans

ledit modèle direct; et

- un algorithme de régulation, basé sur l'inverse du modèle direct, pour calculer, en fonction des consignes de production, des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître et des prédictions de concentration du modèle direct, les consignes pour les débits entrant dans le ou les réacteurs, lesdits paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit algorithme de régulation.

8 - Méthode de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que pour la modélisation de la dynamique du procédé de synthèse on utilise essentiellement des fonctions du type :

$$x = LAG(u, \tau) ,$$

cette fonction étant la solution de l'équation différentielle $\frac{dx}{dt} + \tau x = u$,
où les arguments u et τ varient dans le temps.

9 - Méthode de régulation selon la revendication 8, caractérisée en ce que la masse " Mx_R " d'un constituant " x " dans un réacteur parfaitement mélangé est déterminée comme suit :

$$Mx_R = LAG (Fx_{IN} * \tau_x , \tau_x)$$

où Fx_{IN} est le débit massique entrant dans le réacteur;

τ_x est le temps de séjour de x ; il vaut la masse du constituant Mx_R , divisée par la somme des débits massiques sortants (débit sortant " Fx_{OUT} ", quantité consommée par réaction " FRx ", etc.) :

$$\tau_x = Mx_R / (Fx_{OUT} + FRx + \dots)(\text{en h}).$$

10 - Méthode de régulation selon la revendication 8 ou 9, caractérisée en ce que la propriété Px_R d'un constituant " x " dans un réacteur parfaitement mélangé est calculée comme suit :

$$Px_R = LAG (Px_{IN}, Mx_R / Fx_{IN})$$

où " Px " est une propriété d'un constituant " x ", répondant à la loi de mélange linéaire $Px_{1+2} = w_1 * Px_1 + w_2 * Px_2$, w_1 et w_2 étant les fractions massiques de propriété Px_1 et Px_2 ;

Px_{IN} est la propriété du constituant " x " à l'entrée du réacteur.

11 - Procédé de synthèse en continu d'un polymère auquel est associée une méthode de régulation selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que les propriétés du polymère intervenant dans la

méthode de régulation sont la masse volumique spécifique (MVS) du polymère et/ou des propriétés rhéologiques du polymère et/ou sa teneur en comonomère.

5 12 - Procédé de synthèse en continu d'un polymère selon la revendication 11, caractérisé en ce que les propriétés rhéologiques intervenant dans la méthode de régulation sont le "melt index" du polymère et/ou sa viscosité.

10 13 - Procédé de synthèse en continu d'un polymère selon la revendication 11 ou 12, caractérisé en ce qu'il est appliqué à la synthèse en continu de polyéthylène par polymérisation d'éthylène dans un réacteur, les réactifs étant l'éthylène, l'hydrogène et/ou un comonomère optionnel, la réaction de polymérisation ayant lieu dans un solvant en présence d'un catalyseur et une partie du contenu du réacteur étant prélevé en permanence ou par intermittence.

15 14 - Procédé de synthèse selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'un module d'adaptation de l'algorithme esclave compare les concentrations en éthylène (Et), hydrogène (Hy) et/ou comonomère optionnel (Bt), mesurées par un analyseur, aux valeurs prédites par le modèle direct, de façon à déterminer au moins l'un des paramètres d'adaptation suivants :

20 a) l'activité spécifique du catalyseur pour l'éthylène "AEt", en kg/h de polyéthylène par kg de catalyseur et par kg/m^3 d'éthylène ;
b) l'erreur de gain sur la mesure de débit d'hydrogène "KfHy" ;
c) la pureté de l'alimentation en comonomère "KfBt".

25 15 - Procédé de synthèse selon l'une quelconque des revendications 11 à 14, caractérisé

- en ce que l'on mesure à des intervalles de temps réguliers le "melt-index" MI et/ou la masse volumique standard MVS du polymère et/ou sa teneur en comonomère;
- en ce que l'algorithme maître calcule des prédictions brutes de MI et MVS
- 30 en fonction de la température au réacteur, des concentrations dans le réacteur et des temps de séjour dans les différents appareils du circuit de polymérisation;
- en ce qu'un module d'adaptation de l'algorithme maître :

- recale dans le temps les prédictions brutes de MI et MVS, en tenant compte du temps écoulé entre la prise des mesures de MI et MVS et l'obtention du résultat des mesures, et compare les prédictions brutes de MI et MVS recalées dans le temps aux mesures de MI et MVS,
- 5 - calcule un paramètre d'adaptation multiplicatif kMI appliqué à la prédiction brute du MI pour obtenir une prédiction calibrée du MI, et
- calcule un paramètre d'adaptation additif kMVS appliqué à la prédiction brute de MVS pour obtenir une prédiction calibrée de MVS.

- 16 - Dispositif de régulation d'un procédé de synthèse d'un produit chimique dans un appareillage de synthèse englobant un ou plusieurs réacteurs, ledit dispositif comprenant :
- au moins une unité de calcul;
 - des moyens pour entrer des consignes de propriétés du produit à synthétiser dans l'unité de calcul;
 - 15 - des moyens pour entrer des consignes de production du produit à synthétiser dans l'unité de calcul;
 - des organes de mesures de débit des flux entrant dans le ou les réacteurs;
 - des organes de mesures de la composition des flux sortant du ou des réacteurs;
 - 20 - des organes de régulation de débits pour régler les débits des flux entrant dans le ou les réacteurs;
 - des moyens de communication entre ladite unité de calcul, lesdits organes de mesures de débit et lesdits organes de régulation;
- caractérisé
- 25 - en ce que l'unité de calcul est apte à calculer à l'aide d'un algorithme maître, en fonction des consignes de propriétés, des consignes de concentration de réactifs dans le ou les réacteurs;
 - en ce que l'unité de calcul est apte à calculer à l'aide d'un algorithme esclave, en fonction des consignes de production et des consignes de concentration, de consignes de débit pour les flux entrant dans le ou les réacteurs, ces consignes de débit étant transmises comme consignes
 - 30 d'entrée aux organes de régulation de débits;
 - en ce que les mesures réalisées par les organes de mesure de débits interviennent comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit
 - 35 algorithme esclave, pour permettre à ce dernier de calculer, en fonction de

ces mesures de débits, des prédictions de concentrations, ces prédictions de concentrations intervenant dans l'algorithme maître pour calculer des prédictions de propriétés utilisées comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans le calcul des consignes concentrations.

- 5 17 - Dispositif de régulation selon la revendication 16, caractérisé
- en ce que l'appareillage de synthèse comprend en outre :
 - des organes de régulation thermique apte à contrôler la température dans le ou les réacteurs, et
 - des capteurs de températures;
- 10 - en ce que l'algorithme maître est apte à calculer, en fonction des consignes de propriétés, des consignes de températures pour le ou les réacteurs;
- en ce que l'algorithme esclave est apte
 - à calculer un bilan thermique pour le ou les réacteurs,
 - à résoudre ce ou ces bilans thermiques de façon à déterminer la chaleur qu'il faut ajouter à, respectivement retrancher de la synthèse pour respecter les consignes de température, et
 - à déduire de ce ou ces bilans thermiques des consignes d'entrée pour les organes de régulation thermique de l'appareillage de synthèse, et
 - à recevoir comme grandeurs d'entrée supplémentaires les mesures effectuées par les capteurs de température.
- 15
- 20

18 - Dispositif de régulation selon la revendication 17, caractérisé en ce que dans l'algorithme maître interviennent comme grandeurs d'entrée supplémentaires des mesures effectuées par les capteurs de température.

- 25 19 - Dispositif de régulation selon l'une quelconque des revendications 16 à 18, comprenant
- au moins un analyseur apte à fournir des mesures des propriétés intervenant dans l'algorithme maître; et
 - des moyens pour entrer ces mesures de propriétés dans l'unité de calcul; ladite unité de calcul comprenant :
 - 30 - un premier modèle direct pour la prédiction des propriétés du produit synthétisé, en fonction des prédictions de concentrations calculées par l'algorithme esclave;
 - un premier module de comparaison, comparant les prédictions de propriétés calculées par le modèle direct aux valeurs effectivement

mesurées sur le produit synthétisé et déduisant de cette comparaison des paramètres d'adaptation, lesdits paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit premier modèle direct; et

- 5 - un premier algorithme de régulation, basé sur l'inverse du premier modèle direct, pour calculer, en fonction des consignes de propriétés et des prédictions de propriétés, des consignes de concentrations pour l'algorithme esclave, lesdits paramètres d'adaptation intervenant également comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit
- 10 algorithme de régulation.

20 - Dispositif de régulation selon l'une quelconque des revendications 16 à 19, comprenant en outre

- au moins un analyseur apte à fournir des mesures de concentration des réactifs; et
- 15 - des moyens pour entrer ces mesures de concentration dans l'unité de calcul;
- ladite unité de calcul comprenant :
- un deuxième modèle direct pour la prédiction des concentrations, en fonction du bilan de matière dans le ou les réacteurs;
- 20 - un deuxième module de comparaison, comparant les prédictions de concentrations calculées par le modèle direct aux mesures de concentration et déduisant de cette comparaison des paramètres d'adaptation, lesdits paramètres d'adaptation intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit deuxième modèle direct; et
- 25 - un deuxième algorithme de régulation, basé sur l'inverse du deuxième modèle direct, pour calculer, en fonction des consignes de production, des consignes de concentration calculées par l'algorithme maître et des prédictions de concentration du modèle direct, des consignes pour les débits entrant dans le ou les réacteurs, lesdits paramètres d'adaptation
- 30 intervenant comme grandeurs d'entrée supplémentaires dans ledit algorithme de régulation.

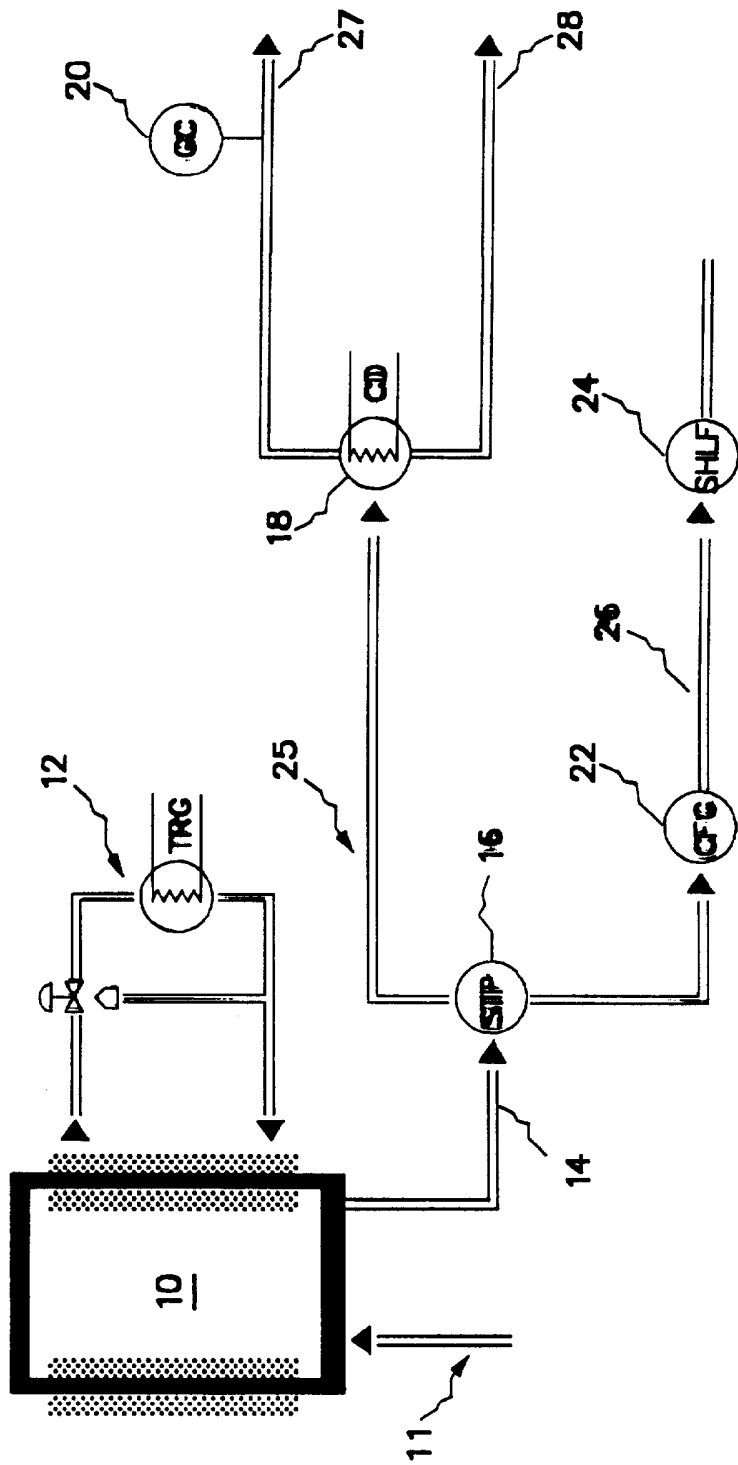


Fig 1

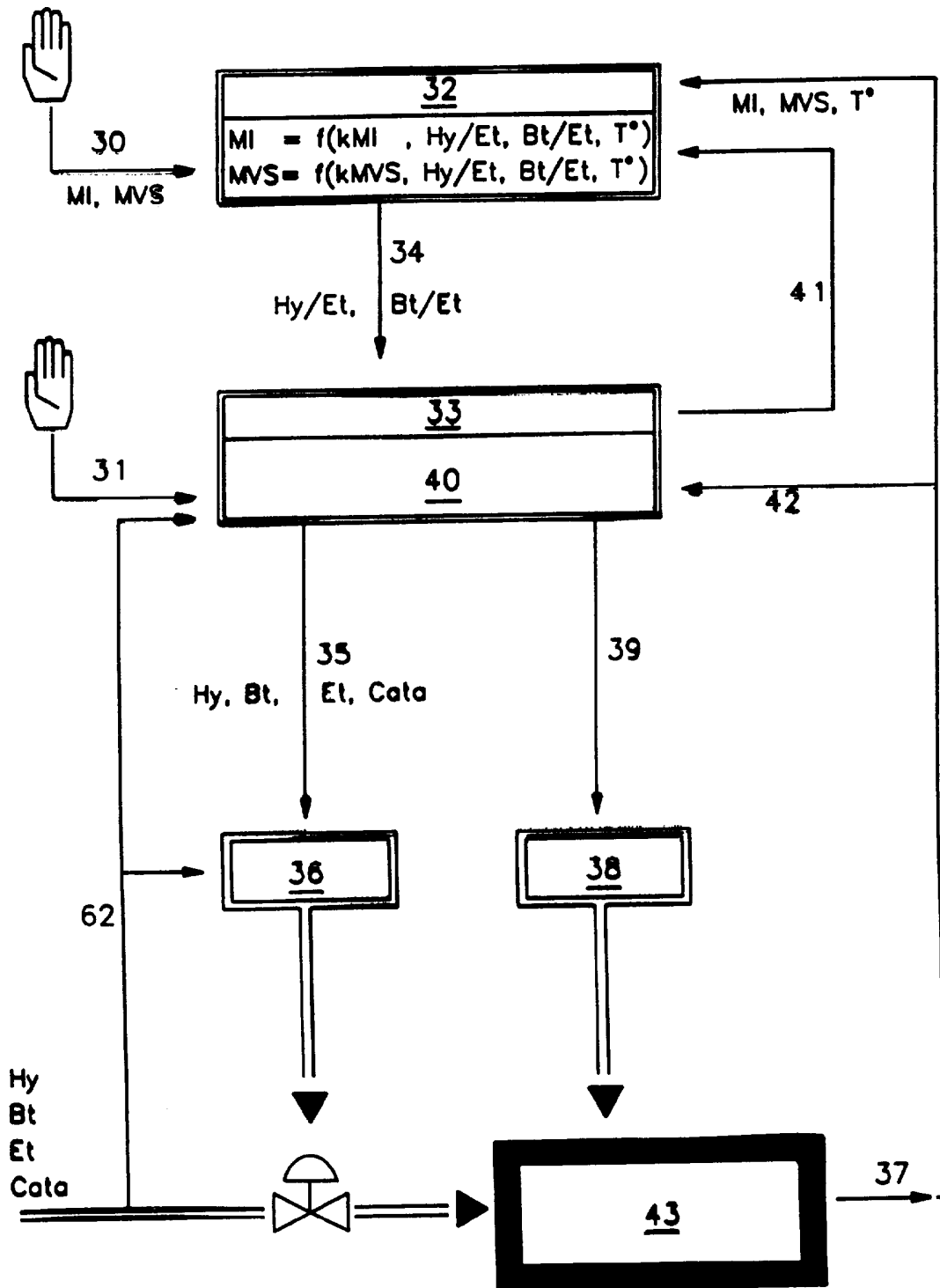


Fig. 3

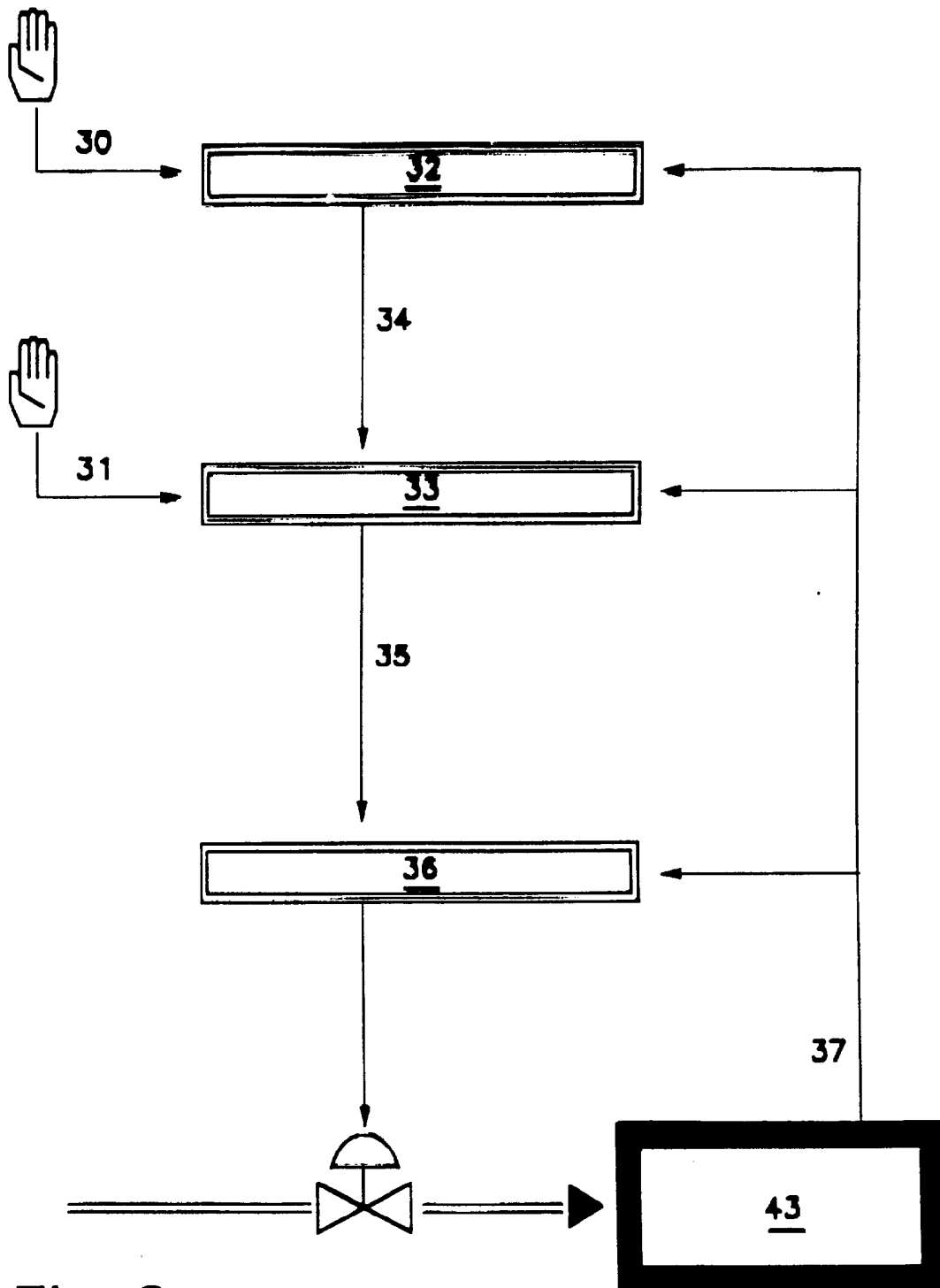


Fig. 2

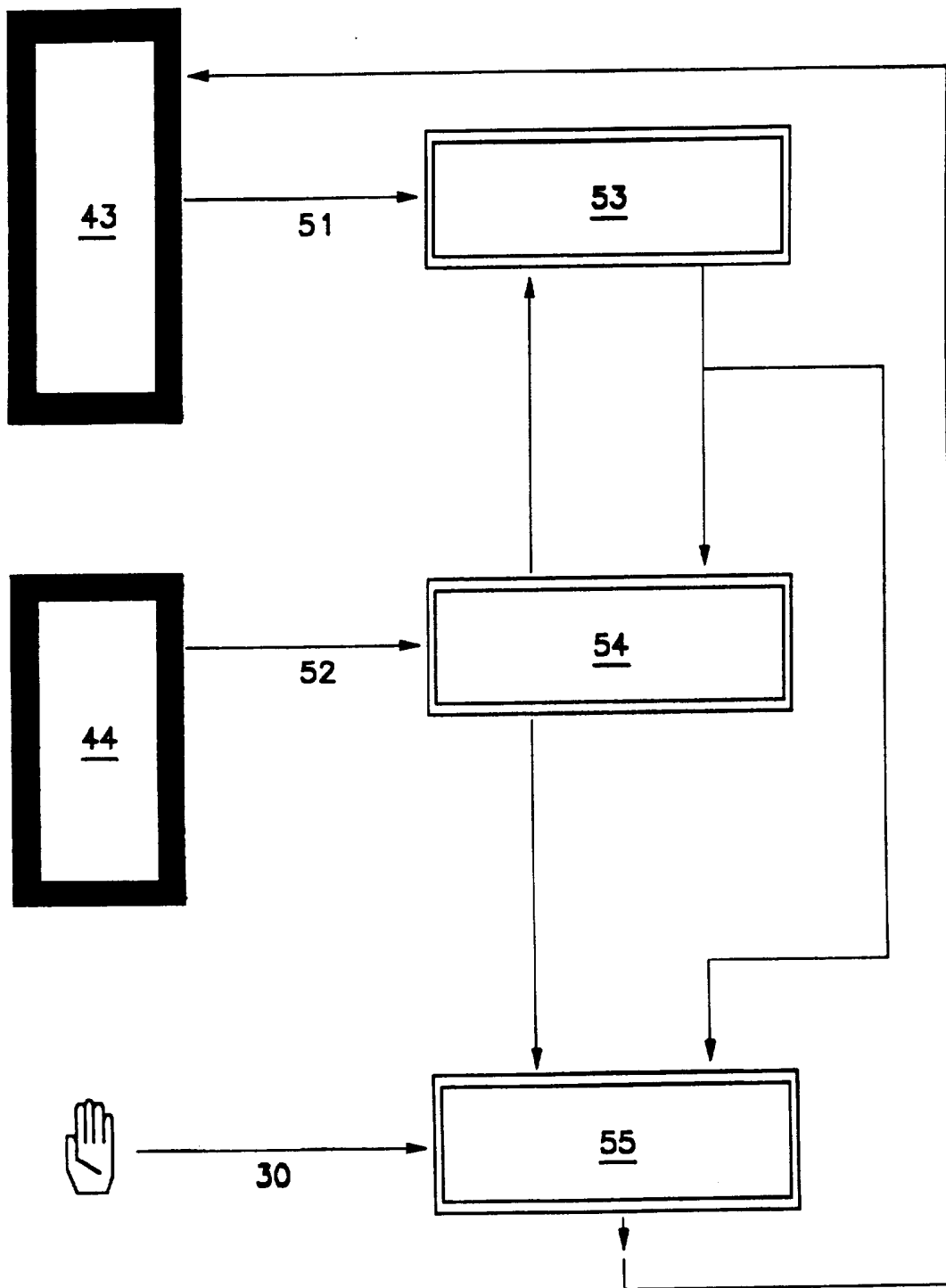


Fig. 4

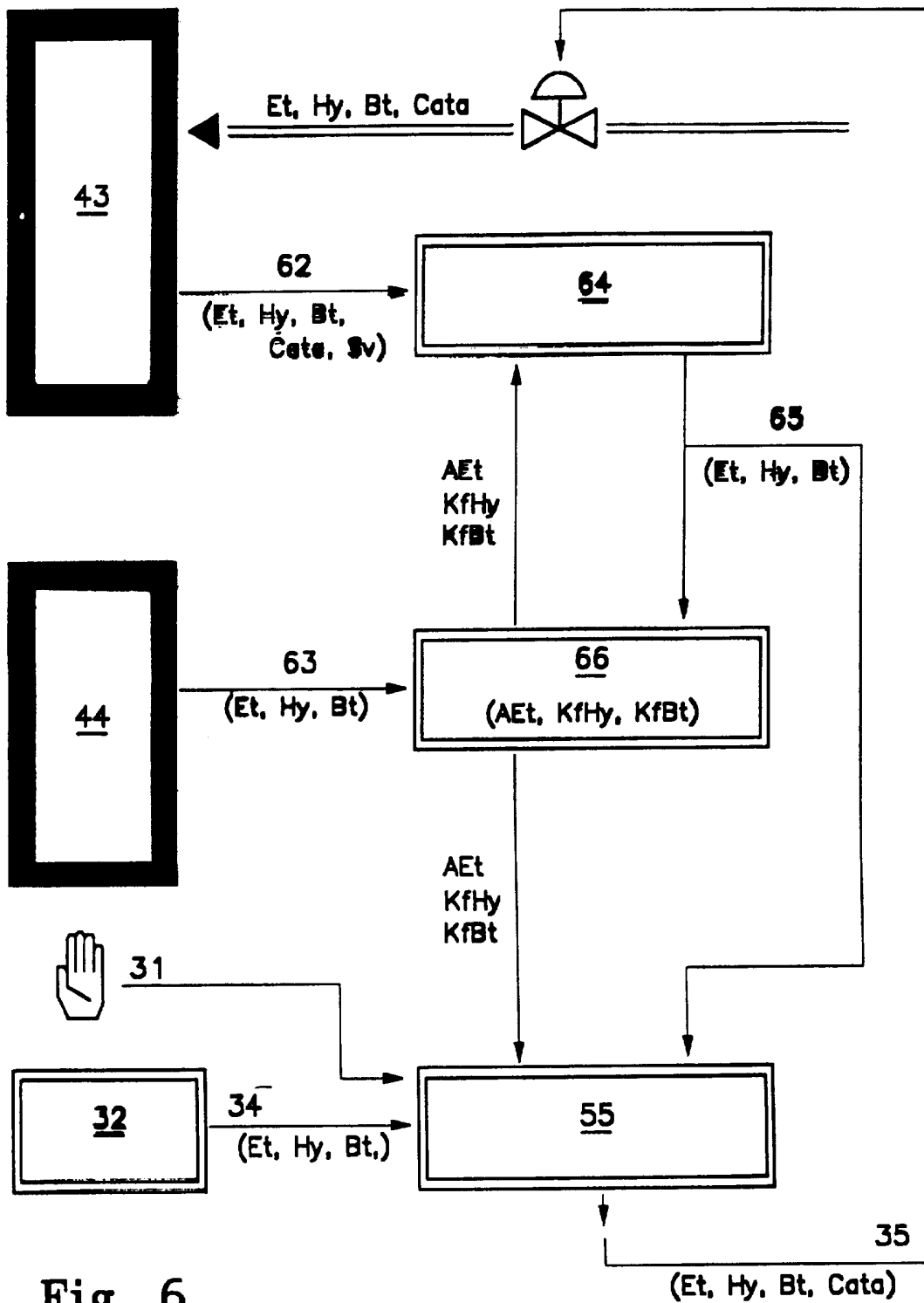


Fig. 6



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 5617
BE 9500506

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	EP-A-0 176 611 (DOW CHEMICAL CO) 9 Avril 1986 * le document en entier * ---	1-20	
A	EP-A-0 398 706 (DU PONT) 22 Novembre 1990 * le document en entier * ---	1-15	
A	EP-A-0 486 262 (VINAMUL LTD) 20 Mai 1992 * le document en entier * ---	1-15	
A	CHEMICAL ENGINEERING PROGRESS, vol. 79, no. 6, Juin 1983 NEW YORK, pages 77-83, ARDELL G ET AL. 'Model Prediction for Reactor Control' -----	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		27 Février 1996	Kaumann, E
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

1

EPO FORM 1503 (3.12 (P04/C6))

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 5617
BE 9500506

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

27-02-1996

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO-A-9324533	09-12-93	CN-A- 1081683	09-02-94
		EP-A- 0642534	15-03-95
		HU-A- 70863	28-11-95
		JP-T- 7504708	25-05-95
EP-A-124333	07-11-84	AU-B- 565167	10-09-87
		AU-B- 2722484	01-11-84
		CA-A- 1222863	16-06-87
		JP-A- 59206414	22-11-84
		US-A- 4668473	26-05-87
EP-A-0176611	09-04-86	US-A- 4725654	16-02-88
		US-A- 4572819	25-02-86
		AU-B- 579114	17-11-88
		AU-B- 3375284	10-04-86
EP-A-0398706	22-11-90	US-A- 5065336	12-11-91
		JP-A- 3115302	16-05-91
EP-A-0486262	20-05-92	AUCUN	

EPO FORM P0663

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82