(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

Wirtschaftspatent

ISSN 0433-6461 (11) 0154 855

Erteilt gemaeß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

Int.Cl.³ 3(51) G 05 D 21/00

Patentbibliothek
das AfEP

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP G 05 D/ 225 479 (22) 26.11.80 (44) 21.04.82

(71) siehe (72)
(72) LANGNER, SIEGFRIED,DIPL.-ING.;DD;DJAKOW, KONSTANTIN;SU;TSCHISTJATOW, SERGEJ;SU;
ANFINOGENTOW, ALEXEJ;SU;
KUDRJAWZEWA, WALENTINA;SU;MALYCH, WLADIMIR,DR. DIPL.-CHEM.;SU;
WETZEL, HORST,DIPL.-PHYS.;DD;
(73) siehe (72)
(74) VEB CHEMIEFASERWERK GUBEN „HERBERT WARNKE, ABT. SCHUTZR. UND NEUERERWESEN,
7560 WILHELM-PIECK-STADT GUBEN, STRASSE DER CHEMIEARBEITER

(54) VERFAHREN ZUR AUTOMATISCHEN STEUERUNG DES VERESTERUNGSPROZESSES

(57)Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der automatischen Steuerung der Veresterung von Terephthalsaeure mit Aethylenglykol. Das Ziel besteht in der Auswahl einer geeigneten Prozeßgroeße, die aufgabengemaeß in der Lage ist, Stoerungen sichtbar zu machen und ihnen durch gezielte Eingriffe in den Prozeßablauf entgegenzuwirken. Die erfindungsgemaeße Loesung sieht vor, das Aethylenglykol in Abhaengigkeit von der elektrischen Leitfachigkeit des Veresterungsproduktes zu dosieren.

Titel der Erfindung

Verfahren zur automatischen Steuerung des Veresterungsprozesses

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der automatischen Steuerung technologischer Prozesse in der Chemiefaserindustrie, insbesondere auf die Herstellung von faserbildendem Polyäthylenterephthalat (PÄT) auf der Basis von Terephthalsäure (TPS) und Äthylenglykol (ÄG) nach dem kontinuierlichen Verfahren.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Dieses kontinuierliche Verfahren gliedert sich bekanntlich in zwei große technologische Stufen, die Veresterungs- und die Polykondensationsstufe.
In der Veresterungsstufe werden die Rohstoffe TPS und ÄG dosiert, vermischt, die Mischung erhitzt und unter Überdruck zur Reaktion gebracht. Die freiwerdenden flüchtigen Stoffe Wasser und ÄG werden in einer Rektifikationskolonne getrennt. Das Wasser wird verworfen, während das ÄG in den Veresterungsprozeß zurückgeführt wird.
Das erhaltene Veresterungsprodukt, das im wesentlichen ein schmelzflüssiges Gemisch von Oligomeren des PÄT darstellt,

wird kontinuierlich in die nachfolgende Polykondensationsstufe eingespeist und dort unter Vakuum in der Hitze zu PÄT polykondensiert.

Die Geschwindigkeit und der Verlauf der Veresterungsreaktion werden von folgenden vier technologischen Eingangs- oder Betriebsparametern bestimmt:

Die Temperatur des Reaktionsgemisches, der Druck im Reaktionsraum, die mittlere Verweilzeit des Reaktionsgemisches im Reaktionsraum und das summare Mengenverhältnis der in den Reaktionsraum eintretenden Rohstoffe ÄG und TPS oder auch das summare Eingangsmolverhältnis ÄG/TPS .

Gemäß Stand der Technik wird der Veresterungsreaktor in einer kontinuierlichen Anlage zur Herstellung von PÄT zur Kontrolle und automatischen Regelung der technologischen Eingangsparameter mit bekannter MSR-Technik ausgerüstet.

Der Druck und die Temperatur im Reaktionsraum sind mit handelsüblichen Geräten direkt meßbar. Bei einem bestimmten, festen Produktdurchsatz durch einen Veresterungsreaktor wird die mittlere Verweilzeit des Reaktionsgemisches durch den Produktfüllgrad (Füllstand) im Reaktor bestimmt. Diese Größe ist ebenfalls mit handelsüblichen Geräten direkt meßbar.

Das Eingangsmolverhältnis wird auf den erforderlichen Wert eingestellt und stabilisiert durch Dosierung der beiden Komponenten ÄG/TPS in einem guten Verhältnis vor der Herstellung des Gemisches beziehungsweise vor seinem Eintrag in den Veresterungsreaktor. Diese Parameter kontrolliert man durch periodische Probenahme des Gemisches ÄG/TPS, das eine Suspension darstellt, und durch anschließende chemische Analyse, was mit einem erheblichen Arbeits- und Zeitaufwand verbunden ist.

Stellgrößen für die automatische Regelung der technologischen Eingangsparameter sind:

Für die Produkttemperatur - die den Heizflächen des Veresterungsreaktors in der Zeiteinheit zugeführte Wärmeträgermenge beziehungsweise die Temperatur des Wärmeträgers,

für den Druck - die den Reaktor über ein Regelventil in der Zeiteinheit verlassende Dampfmenge,

für den Füllstand - die in der Zeiteinheit in den Reaktor eingetragene beziehungsweise die aus dem Reaktor ausgetragene Produktmenge.
Wie oben ausgeführt, ist der Parameter Eingangsmolverhältnis nach gegenwärtigen Stand der Technik im Reaktionsraum nicht direkt meßbar und nicht automatisch regelbar.
Als technologische Ausgangsparameter des Veresterungsprozesses werden die Qualitätsparameter des Veresterungsproduktes: durchschnittlicher Polykondensationsgrad ($\bar{P}_n$), Gehalt an freiem ÄG, Konzentration der Carboxylendgruppen der TPA und daraus berechnet der Umsatz der Carboxylgruppen, Konzentration des Nebenproduktes Diäthylenglykol (DEG) bestimmt. Diese Parameter werden durch periodische Probenahme und chemische Analyse des Produktes kontrolliert, wozu ein erheblicher Arbeits- und Zeitaufwand notwendig ist. Das führt zwangsläufig zu einer Zeitdifferenz zwischen der Augenblickskonzentration in einer Anlage zur PÄT-Herstellung, die zum Zeitpunkt der Probenahme besteht, und dem Vorliegen der Kontrollergebnisse aus dem chemischen Laboratorium. Notwendige Eingriffe in der Anlage um Störungen vorzubeugen, können nicht recht-zeitig vorgenommen werden. Die Folgen können Qualitätseinbußen und Ausschußproduktion sein.
Aus diesem Grunde verfährt man in der großtechnischen Praxis so, daß man den Veresterungsreaktor mit Reserven betreibt, das heißt beispielsweise bei der vorliegenden Produkttemperatur die Verweilzeit etwas größer als erforderlich wählt, das Ausgangs-Molverhältnis EG/TPA etwas vergrößert.
Das führt zwangsläufig zu Produktivitätsverlusten in den großtechnischen Anlagen. Außerdem ist eine Erhöhung des Molverhältnisses EG/TPA mit Vergrößerung des Energiebedarfs in der Veresterung verbunden, da sich die im Veresterungsreaktor zu verdampfende ÄG-Menge erhöht.

Ziel der Erfindung

Der Erfindung liegt das Ziel zugrunde, eine automatische Steuerung, mittels einer im Aufbau einfachen und kostengünstigen Einrichtung zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur automatischen Steuerung des Veresterungsprozesses zu schaffen, das es ermöglicht, in den Produktionsanlagen auftretende Störungen sofort zu erkennen, ihnen kurzfristig durch gezielte Eingriffe entgegenzuwirken und den Veresterungsreaktor bei optimalen Betriebsparameterwerten zu betreiben.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur automatischen Steuerung des Veresterungsprozesses bei der kontinuierlichen Herstellung von Polyäthylenterephthalat aus Terephthalsäure und Äthylenglykol gelöst, welches dadurch charakterisiert ist, daß der Eintrag der Rohstoffkomponente Äthylenglykol in die Veresterungsreaktionszone in Abhängigkeit von der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes erfolgt.
Es wurde für diesen Zweck eine spezielle Meßzelle entwickelt und in eine kontinuierliche kleintechnische Versuchsanlage in den Produktaustrittsstrom des Veresterungsreaktors eingebaut.

Auf der Basis eines Versuchsprogrammes wurden die technologischen Haupteingangsparameter in den für den Veresterungsprozeß optimalen Wertebereichen systematisch variiert und die Werte der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes nach Austritt aus dem Veresterungsreaktor bei konstanter Temperatur an der Meßzelle gemessen.
Überraschenderweise wurde gefunden, daß der Eingangsparameter Molverhältnis EG/TPA von allen Eingangsparametern im untersuchten Bereich den stärksten Einfluß auf den Wert der Leit-

fähigkeit des Veresterungsproduktes ausübt. Große Molverhältnisse bewirken eine steigende elektrische Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes.
Die elektrische Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes ist bei unveränderlicher Temperatur an der Meßzelle eine Funktion der Zusammensetzung des Produktes. Konstante elektrische Leitfähigkeit läßt auf eine konstante Produktzusammensetzung schließen.
Eine regelungstechnische Stabilisierung der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes durch gezielte Veränderung eines geeigneten technologischen Eingangsparameters gestattet demnach, die Produktzusammensetzung und die Hauptqualitätsparameter des Produktes $\bar{P}_n$, Gehalt an freiem ÄG und andere, nahezu ohne Verzögerung zu stabilisieren.
Auf Grund des genannten Zusammenhanges wurde das Eingangsmolverhältnis EG/TPA als der wirksamste technologische Eingangsparameter für den Aufbau eines derartigen Regelkreises gewählt.
Der Regelkreis bestand aus einer Meßzelle zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes, an der der Meßwert einem Regler zugeführt wurde. Das Steuersignal vom Regler veränderte die Doppelhubzahl einer Kolbendosierpumpe, die ÄG an dem Sumpf der Rektifikationskolonne in den Veresterungsreaktor fördert.

Gegenüber den bekannten Verfahren weist die erfindungsgemäße Lösung folgende Vorteile auf:
Mit Hilfe des Regelkreises gelang es die Qualitätsparameter des Veresterungsprozesses zu stabilisieren, die Anzahl der manuell durchzuführenden Probenahmen und deren chemische Analysen zu reduzieren, die Anlagenleistung um 15 % zu erhöhen, die Anzahl der Betriebsstörungen zu senken und ca. 5 % der im Veresterungsreaktor erforderlichen Prozeßwärme einzusparen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel nachstehend näher erläutert werden.

Das technologische Prinzipschema einer kontinuierlichen Veresterungsanlage ist in Fig. 1 dargestellt.
Der Rohstoff TPS wird aus dem Bunker 1 mit der Dosierbandwaage 2 in den Mischer 3 dosiert. Der Rohstoff ÄG wird aus der Vorlage 4 mit Pumpe 5 ebenfalls in Mischer 3 gefördert. Die Dosierung des ÄG erfolgt mit Hilfe des Durchsatzregelkreises FC 2. Im Mischer 3 werden die Rohstoffe innig vermischt. Die Pumpe 6 fördert das Gemisch, das eine hochkonzentrierte Suspension darstellt, in den Veresterungsreaktor 7. In diesem Apparat läuft die Veresterungsreaktion bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck ab. Das fertige Veresterungsprodukt wird über ein Regelventil, das Bestandteil des Füllstandsregelkreises LC 3 ist, aus dem Reaktor 7 ausgetragen und der Polykondensation zugeführt.
Das Wasser-ÄG-Dampfgemisch wird aus dem Reaktor 7 über ein Regelventil in die Rektifikationskolonne 8 entspannt. Dieses Regelventil ist Stellglied im Druckregelkreis PC des Reaktors 7.
Die Temperatur des Reaktionsgemisches im Reaktor 7 wird mit Hilfe des Regelkreises TC stabilisiert. Stellglied ist dabei ein Regelventil, das den zu den Wärmeübertragungsflächen führenden Wärmeträgerstrom verstellt.
Das am Kopf der Kolonne 8 austretende Reaktionswasser wird verworfen, das im Sumpf anfallende ÄG wird zu einem größeren Teil mit Pumpe 9 in den Reaktor 7 zurückgefördert und zu einem kleineren Teil mit Pumpe 10 in die Vorlage 4 transportiert. Der Produktfüllstand im Sumpf der Kolonne 8 wird mit dem Regelkreis LC 4 stabilisiert, wobei als Stellglied Pumpe 10 fungiert, an der die Doppelhubzahl des Dosier-Kolbens pro Zeiteinheit verstellt wird.
Die Pumpe 9 fördert bei einer bestimmten Durchsatzleistung in der Anlage und einem bestimmten, festen Eingangsmolverhält-

nis TPA/EG eine in der Zeiteinheit konstante Glykolmenge. Im Produktaustrittsstrom aus dem Reaktor 7 ist die Meßzelle 11 zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes eingebaut.

Als summares Eingangsmolverhältnis EG/TPA ist das Verhältnis der Masseströme (kg/h) X plus Y zu Z, das heißt

$$\frac{m_X + m_Y}{m_Z}$$

zu betrachten.

Auf der Basis eines Versuchsplanes wurde in der vorliegenden kontinuierlichen Veresterungsanlage die elektrische Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes bei verschiedenen Werten der technologischen Eingangsparameter gemessen.

Diese Parameter wurden in folgenden Stufen variiert:

Produkttemperatur T [°C]	250, 260, 270
Absolutdruck P [MPa]	0,2, 0,3, 0,4
Molverhältnis EG/TPA	1,88, 2,17, 2,5

Die mittlere Produktverweilzeit bei allen Versuchseinstellungen betrug ca. 2 Stunden. Das Eingangsmolverhältnis EG/TPA wurde durch Variation der Förderleistung der Pumpe 9 (Mengenstrom Y) verändert, während das Molverhältnis EG/TPA im Mengenstrom W konstant auf dem Wert 1,5 gehalten wurde.

Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt:

Tabelle 1

Versuchs-Nr.	T [°C]	P [MPa]	G	E relat. Einheiten
1	250	0,3	2,17	870
2	260	0,3	2,17	860
3	270	0,3	2,17	820
4	260	0,2	2,17	700
5	260	0,3	2,17	860
6	260	0,4	2,17	880
7	260	0,3	1,88	811
8	260	0,3	2,17	860
9	260	0,3	2,5	1350

G = Summares Eingangsmolverhältnis EG/TPA
E = Elektrische Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes

Aus Tabelle 1 ist zu ersehen, daß der Gradient der Leitfähigkeitsänderung mit Änderung von G relativ groß ist. Diese Erkenntnis wurde zum Aufbau eines Regelkreises (QC) genutzt, der aus folgenden Elementen bestand: aus der Meßzelle 11 für die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes, aus dem automatischen Regelgerät und aus der vom Regler als Stellglied angesteuerten Kolbendosierpumpe 9, deren Förderleistung durch Änderung der Doppelhubzahl des Dosierkolbens in der Zeiteinheit verstellbar war.
Mit Hilfe dieses automatischen Regelkreises gelang es, die elektrische Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes im Bereich 850 - 870 relativ-e Einheiten zu stabilisieren.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur automatischen Steuerung des Veresterungsprozesses bei der kontinuierlichen Herstellung von Polyäthylenterephthalat aus Terephthalsäure und Äthylenglykol dadurch gekennzeichnet, daß der Eintrag der Rohstoffkomponente Äthylenglykol in die Veresterungsreaktionszone in Abhängigkeit von der elektrischen Leitfähigkeit des Veresterungsproduktes erfolgt.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

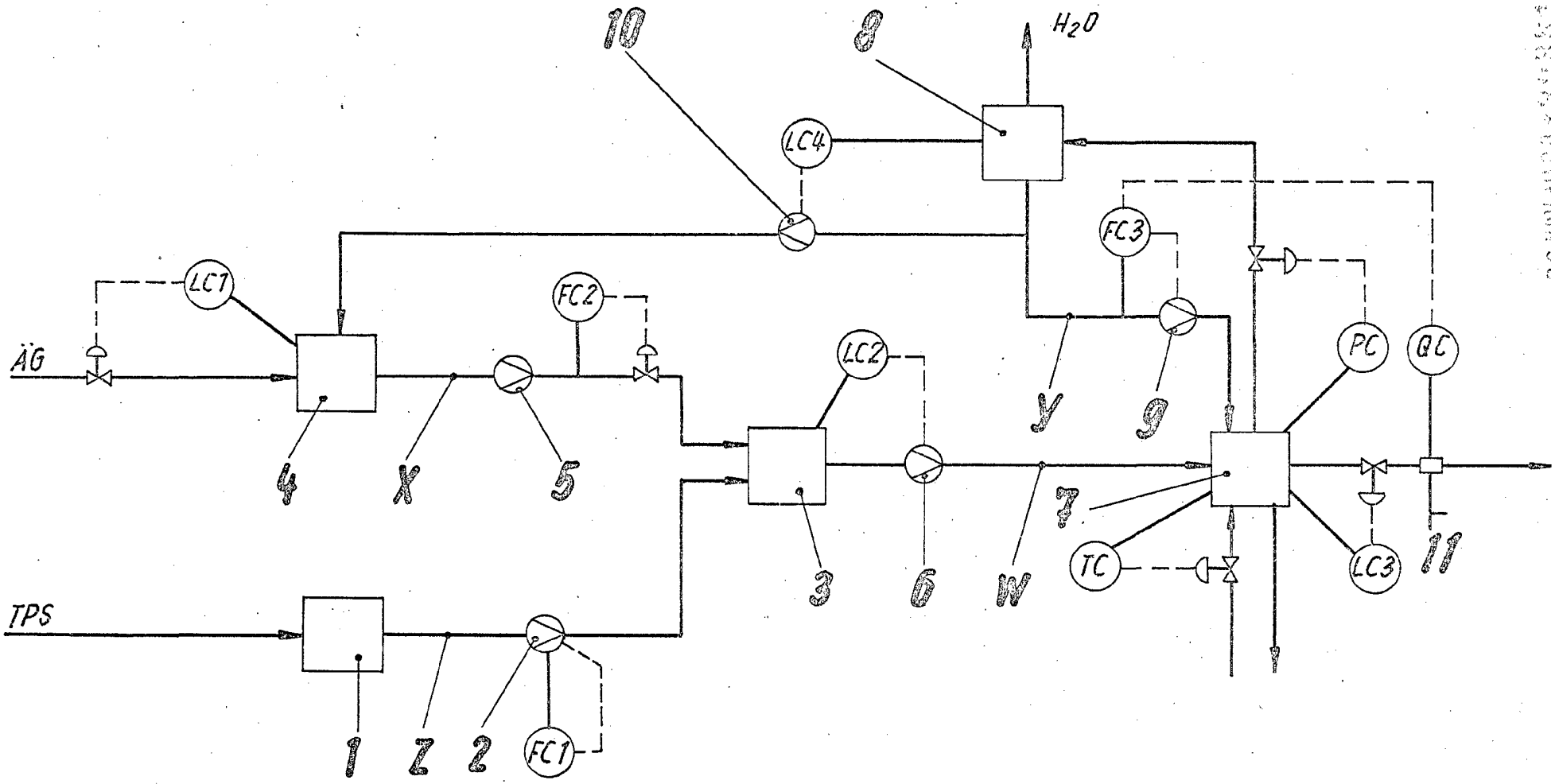

10
8
H_2O
LC4
FC3
LC1
FC2
ÄG
LC2
PC
QC
4
X
5
3
6
W
Y
9
7
TC
LC3
11
TPS
1
Z
2
FC1

Fig. 1