

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-179613

(P2008-179613A)

(43) 公開日 平成20年8月7日(2008.8.7)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)
C O 7 C 263/10	(2006.01)	C O 7 C 263/10	4 H O O 6
C O 7 C 265/14	(2006.01)	C O 7 C 265/14	

審査請求 未請求 請求項の数 45 O L 外国語出願 (全 50 頁)

(21) 出願番号	特願2007-322095 (P2007-322095)	(71) 出願人	504037346
(22) 出願日	平成19年12月13日 (2007.12.13)		バイエル・マテリアルサイエンス・アクチ エンゲゼルシャフト
(31) 優先権主張番号	11/638, 817		Bayer Material Science AG
(32) 優先日	平成18年12月14日 (2006.12.14)		ドイツ連邦共和国デー 5 1 3 6 8 レーフ エルクーゼン
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100100158
(31) 優先権主張番号	11/656, 283		弁理士 鮫島 睦
(32) 優先日	平成19年1月22日 (2007.1.22)	(74) 代理人	100068526
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 田村 恭生
		(72) 発明者	シュテファン・ヴェルスホーフエン ドイツ連邦共和国デー 4 1 0 6 5 メンヒ ェングラートバッハ、リップハーン 1 1 番

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 製造プロセスを制御する方法

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、製造プロセス、特にイソシアネートの製造プロセスのプロセス制御を容易にすることである。

【解決手段】製造設備を用いて行うイソシアネート製造プロセス等の製造プロセスを制御する方法であって、製造設備が (a) 少なくとも2つの流入ストリーム、(b) 少なくとも1つの出口ストリームおよび (c) 少なくとも1つの内部リサイクル・ストリームを有して成り、製造プロセスにおいて、出口ストリームの濃度および/または量が制御されるように、少なくとも1つの内部リサイクル・ストリームの量を調整制御によって調整する方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

製造設備で行われる製造プロセスを制御する方法であって、
前記製造設備が、

- a) 少なくとも 2 つの流入ストリーム、
- b) 少なくとも 1 つの出口ストリーム、および
- c) 少なくとも 1 つ内部リサイクル・ストリーム

を有して成り、

前記方法が、出口ストリームの濃度および / または量が制御されるように、調整制御によって少なくとも 1 つの流入ストリームの量を調整することを含んで成る、方法。

10

【請求項 2】

製造設備で行われるイソシアネート製造プロセスを制御する方法であって、
前記製造設備が、

- a) (1) ホスゲンを含んで成るホスゲン・ストリーム、および
(2) 溶剤を含んで成る溶剤ストリーム

を有して成る少なくとも 2 つの流入ストリーム

- b) 少なくとも 1 つの出口ストリーム、ならびに
- c) 少なくとも 1 つの内部リサイクル・ストリーム

を有して成り、

前記方法が、出口ストリームの濃度および / または量が制御されるように、調整制御によってホスゲン・ストリーム量および / または溶剤ストリーム量を調整することを含んで成る、方法。

20

【請求項 3】

ホスゲン・ストリームが溶液ユニットへと供給され、

I . アミンと溶剤との混合物を含んで成るアミン溶液ストリームをホスゲン溶液ストリームへと供給すること、

II . 組み合わせられたストリームをリアクターへ供給すること、

III . リアクターからセパレーターへと送られることになるイソシアネート含有生成物ストリームが形成されるように、組み合わせられたストリーム中のアミンと、存在するアミノ基に対して過剰 (モル基準) に存在するホスゲンとを反応させること、

30

IV . セパレーターにおいて、生成物ストリームを (i) イソシアネートを含んで成る少なくとも 1 つの出口ストリームと (ii) 溶剤を含んで成る少なくとも 1 つの供給源ストリームとに分けること、

V . ホスゲンおよび / または H C l を主に含んで成るストリームならびに溶剤ストリームを、ホスゲンが回収される回収ユニットのリサイクル・ストリームへと供給すること、ならびに、

VI . ホスゲン回収ユニットから得られる回収ストリームを溶液ユニットへと供給すること

を更に含んで成る、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

40

溶液ユニット、リアクター、セパレーター、回収ユニットおよび異性体蒸留ユニットを主として相互に独立に制御する、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

アミン供給ストリーム量に基づいて行われるホスゲン・ストリーム量の調整よりも先行して及び / または迅速に溶剤ストリーム量を調整する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

リサイクル・ストリーム中のホスゲン量および生じたホスゲンの量に関してホスゲン溶液濃度コントローラーで決められる或る比を得ることができるよう、溶剤供給ストリーム量を調整しており、

生じたホスゲンおよびリサイクルされるホスゲンの量は、時間変化およびホスゲン発生量

50

、ホスゲン・ストリーム量の時間変化、混合物ストリームの量および濃度の時間変化ならびにリアクターの反応速度をそれぞれ用いて算出される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

リサイクル・ストリーム中のホスゲン量およびリサイクル・ストリームの溶剤濃度を、リサイクル・ストリームの温度および圧力の調整制御によって、一定に維持する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

(a) 第 1 溶液ユニット制御は、

(i) 溶剤供給ストリーム量の変化に基づいて行われる溶液ユニットの溶剤濃度制御、および、

(i i) ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットのレベル制御を有して成り、また、

(b) 第 2 溶液ユニット制御は、

(i) ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットの溶剤濃度制御、および

(i i) 溶剤供給ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットのレベル制御を有して成り、

溶液ユニット制御、溶剤濃度の目標とする変化の算出および目標レベルに基づいている比が、溶剤供給ストリーム量の変化および / またはホスゲン・ストリーム量の変化の周波数に依存しており、より低い周波数では、第 1 溶液ユニット制御の割合をより高くする、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 9】

パージされるホスゲンの量を回収ユニットの温度によって制御する、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 10】

「パージされるホスゲンの第 1 所定量」を上回った後、パージされるホスゲン量が「パージされるホスゲンの第 2 所定量」を下回るまで、ホスゲン・ストリームおよび供給源ストリームを調整する、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 11】

CO を主に含んで成る CO ストリームおよび Cl_2 を主に含んで成る Cl_2 ストリームを、ホスゲン・ストリームが得られることになるホスゲン製造ユニットへと供給し、

ホスゲン・ストリーム量および / または CO ストリーム量および / または Cl_2 ストリーム量をリアクターの目標ホスゲン量とは独立に制御する、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 12】

回収ユニットおよび / またはリアクターおよび / またはセパレーターから構成される少なくとも 1 つの対を成すユニットに対してレベル制御を行い、

レベル制御が、標準レベル制御、および、標準レベル制御よりも大きく増幅される外乱レベル制御を含んで成る、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 13】

レベルの第 1 所定上限を上回る場合および / またはレベルの第 1 所定下限が目標値を下回る場合、レベル制御を外乱レベル制御に基づいて行う、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

レベルの第 2 所定上限が目標値を下回る場合および / またはレベルの第 2 所定下限を上回る場合、レベル制御を標準レベル制御に基づいて行う、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 15】

供給源ストリームを、バッファ・タンクを介して溶剤ストリームおよび / または混合物ストリームへと供給する、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 16】

アミン溶液ストリーム中の溶剤重量とアミン重量とを合わせた重量を基準にして、アミン溶液ストリーム中にアミンが 15 ~ 95 重量 % 含まれている、請求項 3 に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 17】

アミン溶液ストリーム中の溶剤重量とアミン重量とを合わせた重量を基準にして、アミン溶液ストリーム中にアミンが 15 ~ 85 重量% 存在している、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 18】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 15 重量% 以上存在している、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 19】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 20 重量% 以上存在している、請求項 3 に記載の方法。

10

【請求項 20】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 30 重量% 以上存在している、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 21】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 10 以下である、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 22】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 8 以下である、請求項 3 に記載の方法。

20

【請求項 23】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 2 以上かつ 7 以下である、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 24】

製造設備においてイソシアネート製造プロセスを制御する方法であって、前記製造設備が、

a) (1) ホスゲンを含んで成るホスゲン・ストリーム、および

(2) 溶剤を含んで成る溶剤ストリーム

を有して成る少なくとも 2 つの流入ストリーム

30

b) 少なくとも 1 つの出口ストリーム、ならびに

c) 少なくとも 1 つの内部リサイクル・ストリーム

を有して成り、

前記方法が

I. ホスゲン・ストリームを溶液ユニットへと供給すること、

II. アミンと溶剤との混合物を含んで成るアミン溶液ストリームをホスゲン溶液ストリームへと供給すること、

III. ホスゲン溶液ストリームを溶液ユニットからリアクターへと供給すること、

IV. リアクターからセパレーターへと送られることになるイソシアネート含有生成物ストリームが形成されるように、アミン溶液ストリームとホスゲン溶液ストリームとを反応させること、

40

V. セパレーターにおいて生成物ストリームを (i) イソシアネートを含んで成る少なくとも 1 つの出口ストリームと (ii) 溶剤を含んで成る少なくとも 1 つの供給源ストリームとに分けること、

VI. ホスゲンおよび / または HCl を主に含んで成るストリームならびに溶剤ストリームを、ホスゲンが回収される回収ユニットのリサイクル・ストリームへと供給すること、ならびに、

VII. ホスゲン回収ユニットから回収ストリームを溶液ユニットへと供給することを含んで成り、

A. 溶液ユニット、リアクター、セパレーター、回収ユニットおよび異性体蒸留ユニッ

50

トを主として相互に独立に制御し、

B．アミン供給ストリーム量に基づいて変化するホスゲン・ストリーム量を調整するよりも先行して及び／または迅速に溶剤ストリーム量を調整し、

C．リサイクル・ストリーム中のホスゲン量および生じたホスゲンの量に関してホスゲン溶液濃度コントローラーで決められる或る比を得ることができるよう溶剤供給ストリーム量を調整しており、生じたホスゲンおよびリサイクルされるホスゲンの量は、時間変化およびホスゲン発生量、ホスゲン・ストリーム量の時間変化、混合物ストリームの量および濃度の時間変化ならびにリアクターの反応速度をそれぞれ用いて算出し、

D．溶液制御を(a)第1溶液ユニット制御および(b)第2溶液ユニット制御によって行い、

10

(a)第1溶液ユニット制御が、

(i)溶剤供給ストリーム量の変化に基づいて行う溶液ユニットの溶剤濃度制御、および、

(ii)ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットのレベル制御を有して成り、また、

(b)第2溶液ユニット制御が、

(i)ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットの溶剤濃度制御、および、

(ii)溶剤供給ストリーム量の変化に応じて行う溶液ユニットのレベル制御を有して成り、溶液ユニット制御、溶剤濃度の目標とする変化の算出、目標レベルに基づいている比が、溶剤供給ストリーム量の変化および／またはホスゲン・ストリーム量の変化の周波数に依存しており、より低い周波数では、第1溶液ユニット制御の割合をより高くし、

20

E．リサイクル・ストリーム中のホスゲン量およびリサイクル・ストリームの溶剤濃度を、リサイクル・ストリームの温度および圧力の調整制御によって、一定に維持し、

F．パージされるホスゲン量を回収ユニットの温度によって制御し、

G．「パージされるホスゲンの第1所定量」を上回った後、パージされるホスゲン量が「パージされるホスゲンの第2所定量」を下回るまで、ホスゲン・ストリームおよび供給源ストリームを調整し、

H．COを主に含んで成るCOストリームおよびCl₂を主に含んで成るCl₂ストリームを、ホスゲン・ストリームが得られることになるホスゲン製造ユニットへと供給し、

30

ホスゲン・ストリーム量および／またはCOストリーム量および／またはCl₂ストリーム量をリアクターの目標ホスゲン量とは独立に制御し、

I．回収ユニットおよび／またはリアクターおよび／またはセパレーターから構成される少なくとも1つの対を成すユニットに対してレベル制御を行い、

レベル制御が、標準レベル制御、および、標準レベル制御よりも大きく増幅される外乱レベル制御を含んで成り、

J．レベルの第1所定上限を上回る場合および／またはレベルの第1所定下限が目標値を下回る場合、レベル制御を外乱レベル制御に基づいて行い、

K．レベルの第2所定上限が目標値を下回る場合および／またはレベルの第2所定下限を上回る場合、レベル制御を標準レベル制御に基づいて行い、

40

L．供給源ストリームを、バッファー・タンクを介して溶剤ストリームおよび／または混合物ストリームへと供給し、

M．混合物ストリームの総重量を基準にして、混合物ストリーム中にアミンが15～40重量%含まれている、

方法。

【請求項25】

アミン溶液ストリーム中の溶剤重量とアミン重量とを合わせた重量を基準にして、アミン溶液ストリーム中にアミンが15～95重量%含まれている、請求項24に記載の方法

50

【請求項 26】

アミン溶液ストリーム中の溶剤重量とアミン重量とを合わせた重量を基準にして、アミン溶液ストリーム中にアミンが 15 ~ 85 重量%含まれている、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 27】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 15 重量%以上存在している、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 28】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 20 重量%以上存在している、請求項 24 に記載の方法。

10

【請求項 29】

ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準として、ホスゲン溶液ストリーム中にホスゲンが 30 重量%以上存在している、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 30】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 10 以下である、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 31】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 8 以下である、請求項 24 に記載の方法。

20

【請求項 32】

組み合わせられたストリーム中においてアミンに対する溶剤の重量比が 2 以上かつ 7 以下である、請求項 24 に記載の方法。

【請求項 33】

イソシアネート製造設備であって、

a) (1) ホスゲンを含んで成るホスゲン・ストリーム、および

(2) 溶剤を含んで成る溶剤ストリーム

を有して成る少なくとも 2 つの流入ストリーム、

30

b) 少なくとも 1 つの出口ストリーム、

c) 少なくとも 1 つの内部リサイクル・ストリーム、ならびに

d) 出口ストリームの濃度および / または量を制御すべく行われる、ホスゲン・ストリーム量および / または溶剤ストリーム量を調整する調整制御

を有して成る、イソシアネート製造設備。

【請求項 34】

I . ホスゲン・ストリームを溶液ユニットへと供給する手段、

II . アミンと溶剤との混合物を含んで成るアミン溶液ストリームをホスゲン溶液ストリームへと供給する手段、

III . ホスゲン溶液ストリームを溶液ユニットからリアクターへと供給する手段、

40

IV . リアクターから供給されることになるイソシアネート含有生成物ストリームが形成されるように、ホスゲン溶液ストリームとアミン溶液ストリームとを反応させるリアクター、

V . 生成物ストリームを (i) イソシアネートを含んで成る少なくとも 1 つの出口ストリームと (ii) 溶剤を含んで成る少なくとも 1 つの供給源ストリームとに分けるセパレーター、

VI . ホスゲンおよび / または HCl を主に含んで成るストリームならびに溶剤ストリームをリサイクル・ストリームへと供給する手段、

VII . ホスゲンを回収する回収ユニット、ならびに、

VIII . ホスゲン回収ユニットから溶液ユニットへと回収ストリームを供給する手段

50

を更に有して成る、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 35】

溶液ユニット、リアクター、セパレーター、回収ユニットおよび異性体蒸留ユニットが主として相互に独立に制御される、請求項 34 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 36】

溶剤ストリーム量の調整が、ホスゲン・ストリーム量の調整よりも先行して及び／または迅速に行われる、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 37】

溶剤ストリーム量が、時間変化およびホスゲン発生で生じた量を用いて算出されるホスゲン生成量に基づいて変化する、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

10

【請求項 38】

(a) 第 1 溶液ユニット制御および (b) 第 2 溶液ユニット制御を有して成り、

(a) 第 1 溶液ユニット制御が、

(i) 溶剤供給ストリーム量の変化に基づいて行われる溶液ユニットの溶剤濃度制御、および、

(ii) ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行われる溶液ユニットのレベル制御

を有して成り、また、

(b) 第 2 溶液ユニット制御が、

(i) ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて行われる溶液ユニットの溶剤濃度制御、および、

20

(ii) 溶剤供給ストリーム量の変化に応じて行われる溶液ユニットのレベル制御を有して成り、

溶液ユニット制御、溶剤濃度の目標とする変化の算出および目標レベルに基づいている比が、溶剤供給ストリーム量の変化および／またはホスゲン・ストリーム量の変化の周波数に依存しており、より低い周波数では、第 1 溶液ユニット制御の割合をより高くする、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 39】

パージされるホスゲン量が回収ユニットの温度によって制御される、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

30

【請求項 40】

「パージされるホスゲンの第 1 所定量」を上回った後、パージされるホスゲン量が「パージされるホスゲンの第 2 所定量」を下回るまで、ホスゲン・ストリームおよび供給源ストリームが調整される、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 41】

CO を主を含んで成る CO ストリームおよび Cl_2 を主を含んで成る Cl_2 ストリームが、ホスゲン・ストリームが得られることになるホスゲン製造ユニットへと供給され、

ホスゲン・ストリーム量および／または CO ストリーム量および／または Cl_2 ストリーム量が、リアクターの目標ホスゲン量とは独立に制御される、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

40

【請求項 42】

回収ユニットおよび／またはリアクターおよび／またはセパレーターから構成される少なくとも 1 つの対を成すユニットに対してレベル制御が行われ、

レベル制御には、標準レベル制御、および、標準レベル制御よりも大きく増幅される外乱レベル制御が含まれる、請求項 33 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 43】

レベルの第 1 所定上限を上回る場合および／またはレベルの第 1 所定下限が目標値を下回る場合、レベル制御が外乱レベル制御に基づいて行われる、請求項 42 に記載の方法。

【請求項 44】

レベルの第 2 所定上限が目標値を下回る場合および／またはレベルの第 2 所定下限を上

50

回る場合、レベル制御が標準レベル制御に基づいて行われる、請求項 3 3 に記載のイソシアネート製造設備。

【請求項 4 5】

供給源ストリームが、バッファ・タンクを介して溶剤ストリームおよび / または混合ストリームへと供給される、請求項 3 4 に記載のイソシアネート製造設備。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、少なくとも 1 つの内部リサイクル・ストリーム（または内部循環ストリーム、inner recycling stream）を含んだ製造プロセスを制御する方法に関する。また、本発明は、少なくとも 1 つの内部リサイクル・ストリームを含んだ製造プロセスを制御する製造設備（例えば、イソシアネート製造設備）にも関する。かかる本発明の方法では、製造物 / 生成物の量および品質の点でプロセス全体を簡易に最適化することができ、製造コストの低減が可能となる。

10

【背景技術】

【0002】

既知のイソシアネート製造設備では、ホスゲン溶液およびアミン溶液がリアクターへと送られ、リアクター内でホスゲンとアミンとが反応してイソシアネートが形成される。反応生成物は蒸留塔で一般的に分離され、それによって、精製されたイソシアネートが得られる。しばしば、蒸留ユニットまたは晶析ユニットで更に精製を行うことによって、イソシアネートの異性体が分離される。所定量のイソシアネートを製造するために、リアクターおよび / または蒸留塔に供給されるホスゲン量およびアミン量が制御される。更に、イソシアネート製造が所定の品質要件を満たすように、圧力および温度などのリアクターのプロセス・パラメーターが制御される。蒸留塔は、反応混合物に含まれている材料を分離するのに用いられるが、必要な量および求められる品質を備えたイソシアネートが反応混合物から分離されるように設計されている。定常状態ではイソシアネート製造プロセスに最適なプロセス・パラメーターを算出することができる。算出されたプロセス・パラメーターは制御変数として用いられ、それによって、非定常な外乱が生じた場合でもプロセス・パラメーターが比較的一定に自動的に維持される。一般的に、制御変数をそれぞれ独立に制御することは可能である。例えば、気候の寒さに起因して蒸留塔の温度が低下すると、蒸留塔の最適な参照温度が一定に維持されるように、蒸留塔の熱量を増加させる。

20

30

【0003】

リアクターに仕込まれている原料の化学平衡に影響を与えるように、また、イソシアネート生産量を最大限にするために、過剰なホスゲンをリアクター内に加えることが好ましい。ホスゲンは毒性が高く有害なガスであるので、反応終了後に過剰なホスゲンを取り除かなければならない。あるいは、コスト的な経済性を増加させるために過剰なホスゲンはリアクターへと戻すことによってリサイクルできる。尚、蒸留工程で得られる溶剤もリサイクルすることができる。しかしながら、リサイクルされたホスゲンおよび溶剤を使用すると、イソシアネート製造プロセスが不安定になってしまう可能性がある。プロセス・パラメーターの不可避な変動が、リサイクルされるホスゲンおよび溶剤の量、圧力、温度および濃度（品質）などに影響を与えるので、プロセス・パラメーターを自動制御する際にプロセス・パラメーターの変動および外乱が増加し得る。リサイクルして使用すると、どのプロセス・パラメーターであっても、それは、他のほぼ全ての他のプロセス・パラメーターに影響を及ぼすことになる。従って、イソシアネート生成物の量および品質の大きな変動を避けるために、全体的な状況に鑑みて多くの参照パラメーターを手動によって設定しなければならない。イソシアネートの生成物の品質が大きく変動する可能性があるので、イソシアネートの最低限の品質が確保するために、保守的となる参照パラメーターをイソシアネート製造プロセスに対して設定している。これにより、プロセス制御が困難かつ複雑となり、コスト的に高くなる。

40

【発明の開示】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の目的は、製造法または製造プロセス（特にイソシアネートの製造プロセス）のプロセス制御を容易にすることである。本発明の更なる目的は、生成物（例えばイソシアネート）に関する変動を減じること、生成物の生産量を増加させること、また、製造コストを減じることである。更に、本発明の目的は、製造プロセスの自動化を改良および／または向上させることである。本発明の別の目的は、未使用の反応原系物質（例えばホスゲン）および使用済み溶剤の量を好ましく減じつつも、自動化されたプロセス制御の安定性を増加させることである。更に、製造プロセスに望ましくない物質の量は減じられるべきものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0005】

上述のような目的は、本発明の製造プロセス（特にイソシアネートの製造プロセス）を制御する方法によって達成することができる。本発明によって制御が行われる製造プロセスには、1つよりも多い流入ストリーム、少なくとも1つの出口ストリーム（または流出ストリーム）、および、少なくとも1つの内部リサイクル・ストリームが用いられている。イソシアネートの製造プロセスの流入ストリームでは、一般的に、（1）ホスゲンを主成分としたホスゲン・ストリーム、および、（2）溶剤（または溶媒）を主成分とした溶剤供給ストリームが含まれる。プラント全体にわたる幾つかの調整制御（regulating control）に加えて、本発明では、ホスゲン・ストリーム量および溶剤供給ストリーム量の制御を行っており、それによって、出口ストリームの濃度および量を調整している。

20

【0006】

好ましい態様の詳細な説明

発明の形態

本発明は、製造プロセスを制御する方法に関する。本発明はどのような製造プロセスであっても適用することができるものの、以下では、イソシアネート製造プロセスについてより詳細に説明する。

【0007】

本発明に基づくイソシアネート製造では、1つよりも多い流入ストリーム、少なくとも1つの出口ストリーム、および、少なくとも1つの内部リサイクル・ストリームが用いられる。流入ストリームには、（1）ホスゲンを主成分としたホスゲン・ストリーム、および、（2）主に溶剤から成る溶剤供給ストリームが含まれる。プラント全体に及ぶ幾つかの調整制御に加えて、本発明では、ホスゲン・ストリーム量および溶剤供給ストリーム量の制御が含まれており、それによって、出口ストリーム濃度および出口ストリーム量の調整が可能となる。

30

【0008】

驚くべきことに、イソシアネート製造設備の他の全てのユニットが各々相互に独立に好ましく制御される場合、ホスゲン・ストリーム量および溶剤供給ストリーム量をプラントの主たる制御変数として設定すると、プラント全体の最適化が図れることを見出した。従って、プラント全体の最適化には2×2-システムで十分である。制御されるプロセスの他のプロセス・パラメータは最適化にとってあまり重要ではない。なぜなら、そのような他のパラメータは、ホスゲン量および溶剤量と比べて、出口ストリームの組成に及ぼす影響がより少ないからである。これにより、イソシアネート製造プロセスの種々のサブシステムを相互に独立に制御することができる。従って、いずれの個々のサブシステムを部分的に自動化することが可能であり、かかるサブシステムでは、計算によって、また、最適化されたプロセス・パラメータによって参照変数（reference variable）を決定することができる。ホスゲン・ストリームおよび溶剤供給ストリームと出口ストリームとの関係によって、製造プロセスの制御が簡単になる。なぜなら、複雑な制御システムを用いてチェックされる変数の数を大きく減じることができるからである。本発明に従った制御方法によって、他のプロセス・パラメータは自動的に設定される。本発明の方法によっ

40

50

て出口ストリーム量および出口ストリーム品質（流出ストリーム濃度）の変化が減じられるので、イソシアネート生産量（または生産性もしくは生産速度）の向上につながる好ましい参照パラメーターを使用できる。内部リサイクル・ストリームによって実質的に全ての未使用溶剤およびホスゲンを回収することができるので、パージ（または放出）されるホスゲンおよび溶剤の量を最小限にすることができ、製造コストが減じられる。更に、ナイキスト基準に従って制御方法は安定性を有している。

【0009】

本発明の好ましい態様では、ホスゲン・ストリームは溶液ユニットに供給される。溶液ユニットに供給されることによって、ホスゲン溶液ストリームが生じる。アミンと溶剤との混合物である第2ストリーム（以下「アミン溶液ストリーム」と称する）は、ホスゲン溶液ストリームと組み合わせられる。アミン溶液ストリーム中のアミン含量は、アミン溶液ストリーム中の溶剤重量とアミン重量とを合わせた重量を基準にして、15重量%以上かつ95重量%以下であり、好ましくは15重量%以上かつ85重量%以下である。ホスゲン溶液ストリーム中のホスゲン含量は、ホスゲン溶液ストリーム中の溶剤重量とホスゲン重量とを合わせた重量を基準にして、15重量%以上であり、好ましくは20重量%以上であり、より好ましくは30重量%以上である。アミン溶液ストリームとホスゲン溶液ストリームとの比は、アミノ溶液ストリーム中に存在するアミノ基とホスゲンとの反応に関してホスゲンが化学量論的に不足していない量となる値となっている。即ち、アミン溶液ストリーム中に存在するアミノ基1モルにつきホスゲンが1モル存在するようになっている。好ましくは、アミン溶液ストリーム中に存在するアミノ基よりも過剰なホスゲンが供されている。即ち、アミン溶液ストリームに存在するアミノ基1モル当たり、ホスゲンが1モルよりも多く存在していることが好ましい。

【0010】

ホスゲン溶液ストリームとアミン溶液ストリームとが組み合わせられたストリームはリアクターへと供給される。リアクターには、内部リサイクル・ストリーム（例えば、ホスゲンおよび/または溶剤および/またはHClを主に含んで成るリサイクル・ストリーム）が少なくとも1つ供されている。リアクターでは、「リサイクル・ストリーム」と「主にイソシアネート（場合によっては更に溶剤）を含んで成る生成物ストリーム」が生じる。生成物ストリームは、セパレーターによって反応混合物から分離され、「イソシアネートを主に含んで成る少なくとも1つの出口ストリーム」と「溶剤を主に含んで成る少なくとも1つのストリーム」へと分けられる。溶剤供給ストリームは「ホスゲンが回収される回収ユニット」においてリサイクル・ストリームに供給されることになり、回収ユニットからの回収ストリームが溶液ユニットへと供給される。幾つかのストリームは、その指定されたユニットへと直接的または間接的に（例えば、他のストリーム、ユニットまたはサブユニットを介して）供給してもよい。

【0011】

驚くべきことに、監視制御（supervisory control）として溶液ユニットを制御することによって、プラント全体に及ぶ制御がもたらされることを見出した。プラント全体に及ぶ最適化のために溶液ユニットをキー・ユニット（または中心となるユニット）として扱うことによって、設計が容易なシンプルな制御であって、場合によっては条件変化に対応し易いシンプルな制御を得ることができる。回収ユニットに対しては、溶剤供給ストリームの制御量が参照変数であり、溶液ユニットに対しては、ホスゲン・ストリームの制御量が参照変数である。

【0012】

リアクター、分離ユニットおよび回収ユニットなどの溶液ユニット以外のユニットが実質的に相互に独立に制御される場合、溶液ユニットの品質、温度およびレベル（即ち、実質的に「その場」で測定できるパラメーター）に基づいた計算によって、所望の生成物を含んだ出口ストリームの量および品質（濃度）を決定することができる。尚、上記の他のユニット（即ち、溶液ユニット以外のユニット）は、それから排出されるストリームの濃度および/または量に基づいて圧力、温度および/またはレベル（液面）を設定して制御

を行ってもよい。付加的な調整制御を採用してもよい。例えば、分離ユニットまたは分離サブユニットの圧力および温度によって、少なくとも1つの出口ストリームの粘度を制御してもよい。

【0013】

驚くべきことに、ホスゲン・ストリームおよび溶剤供給ストリームを制御することによって、「リサイクルされるホスゲンの回収」、「溶液ユニットでの溶解」および「溶解したアミンとの混合」が、ホスゲン・ストリームおよび溶剤ストリームのリアクターへの供給の前に行われるものの、リアクター内で略定常状態の反応が得られることになる。出口ストリームの所望の量および品質は分かっているので、分離ユニットの要件（または条件）を計算することができる。その結果、リアクター要件（またはリアクター条件）の算出が可能となり、本発明に従ってマスター・プロセス制御によって制御される溶液ユニットの要件（または条件）を算出することができる。一般的な運転モードでは、出口ストリームの品質は反応組成によって決定され、生成されるイソシアネートの量は、アミン・ストリーム中のアミン量によって決定される。従って、イソシアネート製造プロセスの生産量（生成速度）は、アミンの予め設定された流速（量）に依存している。組み合わせられたストリームでは、アミンに対する溶剤の重量比が10以下であってよく、好ましくは8以下であり、より好ましくは2～7である。

【0014】

本発明の方法は、溶液ユニットの制御によって自動的に駆動され自動化されている。溶液ユニットで排除されていない外乱（または乱れ）は検知されるが、そのような外乱の潜在的影響を排除するために行われる後続ユニット（例えばリアクターおよび/または分離ユニット（セパレーター））の調整制御を予め調整できるように迅速に外乱が検知される。また、外乱が生じることが分かっている場合、略全てのユニットおよび/またはサブユニットを予め調整することが好ましい。例えば、出口ストリームの生成量（または生成速度）が変わることになる場合、アミンの適切な量を算出してよく、また、予測できる外乱を排除して最大値または最小値を越えないようにイソシアネート製造設備のユニットおよび/またはサブユニットの制御を適切に調整（例えば、レベル、温度などを調整）してもよい。予測できる条件変化に対応してコントローラーを予め調整することによって、安定性を向上させることができる。

【0015】

イソシアネート製造に使用されるユニットまたはサブユニットはどれでも、単一のデバイスとなるように一体化させてもよい。例えば、溶液ユニットは、単一の独立型の溶液タンクであってよいものの、吸収装置の底部などとして回収ユニットに組み込んでもよい。更に、所望の効果を達成するために又は所望の機能を発揮するために、ユニットまたはサブユニットはどれでも、直列および/または並列に配置された複数（または多数）のサブユニットから構成されるものであってもよい。例えば、相互に連結されたそれぞれ異なるリアクターにおいて、幾つかの工程によって反応を実施してもよい。また、必要に応じて分離されたストリームの品質を向上させるために、分離ユニットのそれぞれ異なるサブユニットで分離を実施してもよい。ユニットが幾つかのサブユニットから構成される場合、サブユニットはどれも、独自の調整制御を有していてもよい。好ましくは、ユニット全体の調整制御は、それぞれ異なるサブシステムが最適化された条件で操作されるように調整される。例えば、ユニット全体の調整制御によって、第1サブシステムのレベルが非常に低くなる一方、第2サブシステムのレベルが非常に高くなるということが防止される。ユニットの内部ストリームはエネルギー、水蒸気、冷却などの節約をもたらすべく変化するものの（それによって、例えば熱効率が増す）、かかるユニットの流入ストリームおよび出口ストリームは変わらない状態が維持される。

【0016】

イソシアネート製造プロセスのプロセス・パラメーター及びかかる製造プロセス内のサブシステムのプロセス・パラメーターの制御のために、適切に設計されたコントローラーによって以下の制御機構を達成（制御機器を構成）することができる：連続的フィードバ

ック制御、離散フィードバック制御、外乱フィードフォワード、負荷フィードフォワード、最小/最大選択、単一可変コントローラー、多変数コントローラー、リード/ラグ制御、モデル系制御、コントローラーおよび制御構造選択、相互作用（RGA = 相対ゲイン配列）、指向性（SVD = 特異値分解）、現状推定、オンライン・シミュレーション、現状コントローラー、パラメーター同定、内部モデル制御、モデル予測制御、ゲイン・スケジューリング、単一入力多数出力制御、レンジ制御、オーバーライド制御、多数入力単一出力制御、混合値制御、多数入力多数出力制御、分散制御、非干渉、適応制御、外乱補償、外乱コントローラー、カスケード・コントローラー、単一可変PIDコントローラー（PIDコントローラー = 比例 - 積分 - 微分コントローラー）、アンチ・windup制御、構造変更、プレフィルタ、比率制御、スプリットレンジ制御、デッドタイム・コントローラー、単一可変P（P = 比例）およびPI（PI = 比例 - 積分）コントローラーおよびシグナル・フィルタ。好ましくは、単一の制御機構、複雑な制御機構および/または部分的に自動化された機構の組合せが採用される。

10

【0017】

本願明細書に記載されたプロセスは、種々の有機イソシアネートの製造に応用することができる。イソシアネートはMDI（即ち、イソシアネート、または、ジメチルメタン系の2種類以上のイソシアネート混合物）であってよい。

【0018】

また、イソシアネートは、TDI（即ち、2, 4 - ジイソシアナトトルエン、2, 6 - ジイソシアナトトルエン、または、2, 4 - ジイソシアナトトルエンと2, 6 - ジイソシアナトトルエンとの混合物）；HDI（即ち、1, 6 - ヘキサメチレンジイソシアネート）；またはIPDI（イソホロンジイソシアネート）であってよい。

20

【0019】

出発アミンは、MDA（即ち、アミン、または、ジフェニルメタン系の2種類以上のアミン混合物）であってよい。

【0020】

また、出発アミンは、TDA（即ち、2, 4 - ジアミノトルエン、2, 6 - ジアミノトルエン、または、2, 4 - ジアミノトルエンと2, 6 - ジアミノトルエンとの混合物）；HDA（即ち、1, 6 - ヘキサメチレンジアミン）；またはIPDA（イソホロンジアミン）であってもよい。

30

【0021】

溶剤は、既知の脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、芳香脂肪族炭化水素、塩素化脂肪族炭化水素、塩素化芳香族炭化水素、塩素化芳香脂肪族炭化水素（例えば、クロロベンゼン（MCB）または1, 2 - ジクロロベンゼン（ODB））から選択されるものであってよい。また、溶剤は、アミンのホスゲン化のための溶剤として従来より知られている他の溶剤、または、上記溶剤を2種類以上含んだ混合物であってもよい。

【0022】

イソシアネート生成反応が行われるリアクターは、所望の品質を確実に得るために付加的なサブシステムを含んでもよい。セパレーターは蒸留ユニットであることが好ましい。尚、かかる蒸留ユニットは、1つよりも多い蒸留工程を含んで成るものであってよい。セパレーター（特に溶剤を精製するセパレーター）は、凝縮ユニット（例えばストリッパ）を含んで成るものであってよい。より低温およびより高圧になると溶剤に対するホスゲンの溶解度は増すので、回収ユニットは、1つ以上のコンデンサー（凝縮機）および1つ以上の吸収機を有して成るものであってよい。更に、回収ユニットは、不活性ガス（例えばヘリウム）によって加圧してもよい。出口ストリームは、後続するプロセス・ユニットにつながってよい。後続するプロセス・ユニットによって、出口ストリーム中のイソシアネートを更に処理することができる。例えば、イソシアネートは、「イソシアネート・ポリマーを主に含んで成るストリーム」と「イソシアネート・モノマーの異性体を主に含んで成るストリーム」とに分けることができる。

40

【0023】

50

どのユニットも、1つ以上のサブユニット（例えば、バッファ・タンク、熱交換機、バルブ、クーラー、ヒーター、コンデンサーおよび水蒸気入口など）から構成されていてもよい。自動化された制御にとって十分な情報が選択されるように、どのユニットであっても、または、どのストリームであっても、温度、圧力、濃度（品質）、流速、レベル、供給速度および出口速度などのプロセス・パラメータを測定する検知デバイスを備えていてよい。更に、制御されたプロセス・パラメータに影響を与えることで（好ましくは直接的に影響を与えることで）測定されたプロセス・パラメータが制御されるように、どのユニットであっても、または、どのストリームであっても、適当な制御デバイス（コントローラー）を備えていてよい。

【0024】

本発明の好ましい態様では、溶剤ストリーム量の変化が、アミン供給ストリーム量に基づいて算出されるホスゲン供給ストリームの目標量に対して或る比（または或る割合）となるように調整される。かかる比は、フィードバック・コントローラーを介して、ホスゲン溶液の濃度によって決められる。溶剤供給ストリームの調整は、ホスゲン・ストリーム量の目標とする変化よりも先行して及び／またはそれよりも迅速に行われる。付加的に、溶剤ストリーム量は、リサイクルされるホスゲン・ストリームに基づいて調整される。このような制御によって、溶液ユニット制御の安定性が確保される。驚くべきことに、溶液ユニットのレベルおよび濃度は、ホスゲン・ストリーム量および溶剤供給ストリーム量に非線形的に依存する。依存性の方向は変化する可能性がある。例えば、溶剤供給ストリームが一時的に増加するとレベルが増加することになるが、他の時間では溶液ユニットのレベルが減少することになる。このような非線形的な依存によって、溶剤ユニットの安定的な制御がほぼ不可能になるか、あるいは、溶剤ユニットの安定的な制御が少なくとも非常に複雑となる。なぜなら、溶液ユニットを制御するために多くの情報を処理しなければならないからである。しかしながら、非線形性はリサイクルされる溶剂量に依存することを見出した。ホスゲン・ストリーム量は溶剤供給ストリーム量に対して制御に基づき依存しているので、リサイクルされる溶剤の非線形の効果は均等化することができる。かかる制御手法は、設計が容易なコントローラーによって安定的な制御を可能とし、当業者に既知の一般的な手法を用いて実現することができる。

【0025】

好ましくは、溶剤供給ストリーム量は、リサイクル・ストリーム中のホスゲン量および生じたホスゲンの量に対して或る比（または或る割合）となるように調整される。リサイクル・ストリーム中のホスゲン量は、ホスゲン・ストリーム量の時間変化、混合ストリームの量および濃度の時間変化ならびにリアクターの反応速度（reaction kinetics）を用いて算出される。このような制御法に起因して、リサイクル・ストリームおよびホスゲン生成におけるホスゲン量変化に対して非常に迅速に対応することが可能となる。ホスゲン量の算出を予め行うことによって、回収ユニットで起こり得る状況をより好ましく予測することができる。かかる予測に基づいた情報によって、溶剤供給ストリーム量を予め調整することが可能となり、その結果、製造プロセスの不安定的な動特性が防止される又は少なくとも減じられる。混合ストリームの反応速度、量および濃度は与えられるので、大抵の場合、パーズされるホスゲンを最小限にするには「溶剤供給ストリームのための好ましい補正変数」を算出する記憶デバイスにおいてホスゲン・ストリームの測定量を取っておく（または記憶しておく）ことで十分である。また、混合ストリームの量および濃度の変化が予定される場合、かかるプロセス・パラメータの時間変化を取っておくことも可能である。

【0026】

リサイクル・ストリームはプロセス・ユニット／サブユニット間に強い相互作用をもたらすので、リサイクル・ストリームのホスゲン量およびリサイクル・ストリームの溶剤濃度は好ましくは一定に維持される。リサイクル・ストリームの温度および圧力の調整制御によって、かかる相互作用および外乱を最小限にすることができる。

【0027】

10

20

30

40

50

好ましくは、溶液ユニットは、1つよりも多い溶液ユニット制御を備えている。第1溶液ユニット制御には、溶剤供給ストリーム量の変化に応じて溶液ユニットの溶剤濃度を制御すること（例えば熱交換機を制御することによって溶液温度を制御すること）、および、ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて溶液ユニットのレベルを制御することが含まれる。第2溶液ユニット制御には、ホスゲン・ストリーム量の変化に応じて溶液ユニットの溶剤濃度を制御すること、および、溶剤供給ストリーム量の変化に応じて溶液ユニットのレベルを制御することが含まれる。溶液ユニット制御の溶剤濃度変化およびレベル変化の算出に用いられる比は、溶剤供給ストリーム量の変化の周波数（frequency）および／またはホスゲン・ストリーム量の変化の周波数に依存している。より低い周波数（例えば、略定常状態）では、第1溶液ユニット制御の割合（または比）をより高くする一方、より高い周波数（例えば、外乱が生じた状態）では、第2溶液ユニット制御の割合（または比）をより高くする。外乱周波数が低いと第1溶液ユニット制御がより安定になり、一方、外乱周波数が高いと第2溶液ユニット制御がより安定になることを見出した。このように、周波数依存性を考慮することによって安定性が増すことになる。また、コントローラーを設計する際、また、制御構造を選択する際、溶液ユニットのレベルに対する溶剤供給ストリームの非線形性を考慮しなければならない。このような制御問題のチャンネルは強く干渉しているので、多変数コントローラーまたはそれと同様の制御が好ましい。周波数に応じて、多変数コントローラーは、制御動作のゲインおよび振幅を操作変数から制御変数へと適合させる。

10

20

30

40

50

【0028】

費用効率（コスト的な効率）を上げるために及び／または副生成物濃度を減じるために、パージ・ストリーム（例えば、ホスゲン・パージ）を減じることは重要である。一般に、このようなパージを少量用いても用いてなくても、プロセスを構成することができる。好ましくは、パージされるホスゲンおよびHClの量は、回収ユニットの温度によって制御される。ホスゲン溶液の濃度およびホスゲン溶液のレベル制御とは独立に温度を制御できることを見出した。これにより、設計が容易で安定性を有する制御が可能となる。接続されている中和／除去ユニットで中和または除去できる量を超えたホスゲンおよびHClがパージされることのないように、ホスゲン・パージに対して非常制御（または緊急制御）を設けることがより好ましい。それゆえ、「パージされるホスゲンの第1所定量」を上回ると、ホスゲン・ストリームおよび溶剤供給ストリーム量を制御し、それによって、パージされるホスゲン量が「パージされるホスゲンの第2所定量」を下回るレベルになるように調整する。本発明に従って一般的な操作に施されるマスター制御は、回収ユニットまたは溶液タンクの濃度およびレベルが調整されるように、ホスゲン・ストリーム量および溶剤供給ストリーム量を制御できるので出口ストリームの制御を行うことができるが、パージされるホスゲン量が許容値にまで減じられるまで一時的に上記非常制御（または緊急制御）がマスター制御よりも優先的に行われる。通常、緊急操作は時間が短いものであるが、それによって、出口ストリームの量および品質に対する外乱が減じられたり、あるいは、そのような外乱が製造プロセスの他のサブユニットによって均等化される。

【0029】

ホスゲンは、イソシアネート製造設備のオンサイト（“その場”）で製造することが好ましい。それゆえ、イソシアネート製造設備には、ホスゲン・ストリームを供するホスゲン製造ユニットが含まれていてもよい。ホスゲン製造ユニットには「COを主に含んで成るCOストリーム」および「Cl₂を主に含んで成るCl₂ストリーム」が供給される。COおよびCl₂もオンサイトで製造してよい。例えば、Cl₂は、ブラインおよび／または水性HClの電気分解によって生成できる。あるいは、Cl₂は、Deacon法によって生成することができる。即ち、Cl₂は触媒存在下で酸素または酸素含有ガス（例えば空気）を用いてガス状HClを酸化させて生成できる。COは、リフォーマーを用いて又はコークスの一部酸化によって生成できる。最も好ましくは、ホスゲン・ストリーム中に遊離Cl₂ができるだけ存在しないように、ホスゲン生成ユニットに対して制御が行われる。それゆえ、ホスゲン・ストリームで塩素が検知される場合、ホスゲン・ストリー

ム量および／またはＣＯストリーム量および／またはＣ１_２ストリーム量が、リアクターのホスゲン目標量とは独立に制御される。

【００３０】

大きな外乱につながり得る動的効果を減じるために、バッファ（例えば、タンク）をストリームに設けることが有利となり得る。好ましくは、イソシアネート製造プロセスのサブシステムのバッファ効果が利用される。例えば、蒸留塔によってバッファ効果もたらされる。なぜなら、蒸留塔のレベルは変化するので（即ち、ガス成分に対する液体成分の割合が変化するので）、その結果、出力バルブを単に「開」または「閉」にすることによって、程度の差はあれ多少なりとも供給物を蒸留塔に貯留できるからである。このように、回収ユニットおよび／またはリアクターおよび／またはセパレーター等のサブシステムのユニットの少なくとも一部に対してレベル制御を行うことが好ましい。レベル制御には、標準レベル制御（standard level control）、および、標準レベル制御よりも大きく増幅（amplify）される外乱レベル制御（disturbance level control）が含まれる。レベルの第１所定上限を超える場合および／またはレベルの第１所定下限が目標（目標値）よりも下回る場合、レベル制御は外乱レベル制御に基づいて行われることになる。レベルの第２所定上限が目標（目標値）よりも下回る場合および／またはレベルの第２所定下限を上回る場合、レベル制御は標準レベル制御に基づいて行われることになる。従って、所定のサブシステムまたはサブシステムのユニット部の出力が、フィードの外乱振動とは独立して略一定となることが可能となる。これによって、フィード量が他の値へと変化した際に、出力量は新しい最適化された値へとゆっくりと追従することになる。また、ゆっくりとした調整に起因して、サブシステムまたはサブシステムのセクションは空になったり又はオーバーフローになったりすることはない。なぜなら、上限を上回ったり下限を下回ったりすると増幅が増し、出力量の補正が迅速に行われるからである。溶剤を溶剤供給ストリームおよびアミン溶液ストリームへと供給することができるので、溶剤を主として含んで成る供給源ストリームがバッファ・タンクを介して溶剤供給ストリームおよび／またはアミン溶液ストリームへと供給されることが好ましい。

【００３１】

図１に、イソシアネート製造プロセスを簡略化した形態で示す。図１に示されるように、イソシアネート設備２は内部リサイクル・ストリーム４を含んでいる。幾つかの流入ストリーム６がイソシアネート製造設備２へと供給される。流入ストリーム６は、「アミンを含んで成るストリーム」、「溶剤を含んで成るストリーム」および「ホスゲンを含んで成るストリーム」であり得る。イソシアネート製造設備２からは幾つかの出口ストリーム８が排出される。出口ストリーム８は、それぞれ異なる品質を有する所望の生成物（即ち、イソシアネート）を含んで成り得る。例えば、出口ストリーム８の１つは、特定の構造を有するイソシアネート・モノマーを含んで成るストリームとなり得、別の出口ストリーム８は、異なる分子量を有するイソシアネートの混合物を含んで成るストリームとなり得る。図１には示していないが、付加的に流出するストリーム（例えば、パージ流れ）があってもよい。内部リサイクル・ストリーム４が存在するために、「イソシアネート製造設備２の制御」および「製造設備２によって実施されるイソシアネート製造プロセスの制御」は非常に困難である。なぜなら、出口ストリーム８の量および品質というものは、ほとんど全てのプロセス・パラメーターによって影響を受けるからである。

【００３２】

図２には、イソシアネート製造プロセスをより詳細に示す。例示的に、「ＭＣＢ（モノクロロベンゼン）に溶解させたホスゲン（ＣＯＣ１_２）」とＭＤＡ（ジフェニルメタンジアミン）とを反応させることによってＭＤＩ（ジフェニルメタンジイソシアネート）を製造する製造プロセスに関して説明する。図２に示すＭＤＩ製造プロセスでは、ＣＯストリーム１０およびＣ１_２ストリーム１２がホスゲン生成ユニット１４へと送られる。ホスゲン生成ユニット１４から得られるホスゲン・ストリーム１６は、溶液ユニット１８へと送られる。溶液ユニット１８では、ホスゲンがＭＣＢに溶解させられる。得られるホスゲン溶液ストリーム２０は溶液ユニット１８からリアクター２２へと送られる。「ＭＣＢに溶

解したMDAを含んで成るアミン溶液ストリーム24」がホスゲン溶液ストリーム20に対して供給された後、組み合わせられたストリーム200がリアクター22へと流入する。尚、アミン溶液ストリーム24を直接的にリアクター22へと供給してもよい。リアクター22は、1つよりも多い工程でMDIを製造できるように、1つよりも多いサブユニットから構成されていてよい。リアクター22から得られる「MDIおよびMCBを主に含んで成る生成物ストリーム30」は、セパレーター・ユニット32へと送られる。セパレーター32は、直列および/または並列に設けられた幾つかのサブユニットから構成されていてよい(分かり易くするために図2では図示せず)。セパレーター32から得られる第1出口ストリーム38は、輸送または貯蔵のために製造システムから排出される。第1出口ストリーム38はポリマーMDI(ジフェニルメタン系のイソシアネートの混合物)を主に含んで成る。

10

【0033】

セパレーター32から得られる第2出口ストリーム40はモノマーMDI(ジフェニルメタン系のイソシアネートの混合物)を主に含んで成る。モノマーMDIが回収されるように、第2出口ストリーム40が異性体分離ユニット42へと送られる。尚、モノマーMDI異性体がより分離されるように、異性体分離ユニット42は、直列および/または並列に設けられた幾つかのサブユニットから構成されたものであってよい。製造システムから排出される第3出口ストリーム48および第4出口ストリーム49は、それぞれ、あるモノマーMDI(mMDI)を主に含んで成るものである。

20

【0034】

リアクター22から排出されるリサイクル・ストリーム50は、「余分なホスゲン」、「余分な溶剤」、「余分なHCl」および「リアクターから生じる不活性材料」を主に含んで成る。リサイクル・ストリーム50は回収装置52へと送られる。リサイクル・ストリーム50は、イソシアネート製造プロセスの内部リサイクル・ストリームである。回収ユニット52では、ホスゲンのほとんどがMCBに溶解している(MCBは溶剤供給ストリーム54から回収ユニット52へと供給されるものである)。供給されたMCBに溶解していないホスゲンならびに不純物および副生成物(例えばHCl)は、ホスゲン・パージ56によって回収ユニット52から排出され除去される。一方、回収されたホスゲンは、回収ストリーム58として回収ユニット52から排出され、溶液ユニット18へと送られる。尚、回収ストリームをストリーム20および/またはリアクター22へと送ることも可能である。

30

【0035】

必須ではないものの、イソシアネート製造設備の構造設計的に可能な場合、ストリームをその指定されたユニットへと間接的に供給することが好ましい。例えば、図2では、ホスゲン・ストリーム16の間接的な供給が示されている。ホスゲン発生ユニット14が回収ユニット52の近くに配置されている場合、ホスゲン・ストリームが溶液ユニット18へと間接的に供給されることになるように、ホスゲン・ストリーム16のホスゲンを回収ユニット52、リサイクル・ストリーム50および/または供給源ストリーム62へと供給することが好ましい。当業者であれば、更なるストリームを間接的に供給する他の有利な態様が考えられることを理解できるであろう。例えば、溶剤供給ストリーム54を最初にバッファー・タンク66などに供給してもよい。

40

【0036】

反応ユニット22へと送られるストリーム200において、溶剤に対するアミンの重量比は、好ましくは10以下であり、より好ましくは2以上かつ8以下であり、更に好ましくは2以上かつ7以下である。アミン溶液ストリーム24のアミン含量は、15重量%以上かつ95重量%以下、好ましくは15重量%以上かつ85重量%以下である(尚、アミン溶液ストリーム24の溶剤重量およびアミン重量を足し合わせた値を基準としている)。

【0037】

セパレーター32では、例えば幾つかの蒸留塔を用いることによってMDIとMCBと

50

が分離される。分離されたガス状のMCBはコンデンサー60へと送られて液化される。液体となったMCBは、供給源ストリーム62と溶剤パージ64とに分けることができる。供給源ストリーム62では、分離されたMCBが回収される。溶剤パージ64は、例えば、MCB中の不純物が増えることのないようにMCB除去に用いられる。図示された態様では、供給源ストリーム62がバッファ・タンク66へと送られる。バッファ・タンク66では、更なる用途のためにMCBを貯留することができる。更に、供給源ストリーム量の変動は、バッファ・タンク66を用いることによって均等化することができる。バッファ・タンク66で回収されたMCBは、「ホスゲンを回収する回収ユニット52」および/または「MDAを溶解させるために用いられる混合ストリーム24」へと供給することができる。このように、供給源ストリーム62は、イソシアネート製造プロセスの内部リサイクル・ストリームとなっている。回収されたMCB中の抽出残渣は、リアクターへと戻され、好ましくは所望の生成物（例えばMDI）が形成されるように更に反応に付してもよい。

10

20

30

40

50

【0038】

図3に示すように、少なくとも1つの出口ストリーム(38, 48)の量および品質(濃度)に基づいて、溶剤供給ストリーム54およびホスゲン・ストリーム16の量を調整することによってMDI製造プロセスを制御することができる。その目的のため、流速(F)および品質(Q)が出口ストリーム測定デバイス68によって測定され得る。あるいは、流速(F)および品質(Q)が、溶液ユニット測定デバイス69によって測定される溶液ユニット18の濃度、温度およびレベルに基づいて算出され得る。出口ストリーム38, 48の流速および品質に関する情報は処理され、溶剤供給ストリーム54の量を制御すべく溶剤供給ストリーム用バルブ70が設定される。また、出口ストリーム38, 48の流速および品質に関する情報は、ホスゲン・ストリーム16の量を制御すべくホスゲン・ストリーム用バルブ72を設定するのに使用される。ホスゲン・ストリーム16の量は、バルブ82で制御されるアミン溶液ストリーム量に基づいて設定される。溶剤供給ストリーム用バルブ70およびホスゲン・ストリーム用バルブ72を設定するための補正変数は、溶剤供給ストリーム54およびホスゲン・ストリーム16を制御するコントローラ74によって供される。MDI製造プロセスの安定性を確保するために、溶剤供給ストリーム54の流速(F)が溶剤供給ストリーム測定デバイス76によって測定されるので、溶剤供給ストリーム54の流速または量に基づいて、あるいは、溶剤供給ストリーム54の目標とする流速または量に基づいて、流速(即ち、ホスゲン・ストリーム16の量)をホスゲン・ストリーム用バルブ72で制御することができる。かかる制御は、ホスゲン・ストリーム16を制御するコントローラ78によって行われる。

【0039】

溶液ユニット18でのホスゲン制御は大きい干渉性を有しているので、システム制御を行うべく多変数コントローラ(または同様の要素)を設計する必要がある。従前の多変数コントローラは、分散制御システム(DCS)における実現可能性の点で不利である。従前の多変数コントローラをDCSで実現できるように設計を変えて実施することは容易ではない。多変数コントローラを回避するために、付加的なプロセス的知見に基づいた異なる構造が好ましい(図4参照)。溶液ユニット18のホスゲン濃度を制御するために、システムを乱し得るホスゲン量を計算ユニット86で算出することができる。溶液ユニット18へと送られるホスゲンは、ホスゲン生成ユニット14で生じるホスゲン・ストリーム16中のホスゲン量から算出することができる。それは、ホスゲン・ストリーム測定デバイス84を用いてホスゲン・ストリーム16の流速(量)を測定することで足りる。別法にて、測定デバイス81を用いてストリーム20のホスゲン濃度を測定してもよい。リアクター22から戻されるホスゲン量は、MDA充填量およびホスゲン過剰量から算出することができる。MDA量は、混合物ストリーム用バルブ82の設定値から得ることができる。そのような情報および他の主たる確定情報は、計算ユニット86の情報入力ライン83を通じて処理される。当然に、ホスゲン量の動的挙動を考慮しなければならない。ホスゲン発生ユニット14から得られるホスゲンとリサイクル・ストリーム50との

双方は、コントローラー 74 を用いて溶剤供給ストリーム用バルブ 70 を制御するホスゲン濃度制御動作に組み込むことができる。その結果、多変数コントローラーのように機能する、よりシンプルな構造がもたらされることになり、リサイクル・ストリーム 50 の流速 (F) および濃度 (Q) を測定するためのリサイクル・ストリーム測定デバイス 80 が不要となる。

【0040】

ホスゲン・パージ 56 中のホスゲンおよび HCl の量が多すぎると、ホスゲンおよび HCl の中性化 / 除去を行わなければならないので、オーバーライド制御を行ってもよい (図 5)。この場合、ホスゲン・パージ 56 の量および / または品質を測定するために、ホスゲン・パージ測定デバイス 88 が設けられる。ホスゲン / HCl の中性化 / 除去の危険性が検知できる場合、マスター・コントローラー 74 の一般的な制御が、そのような危険性が排除されるまで優先される。そのように優先されるマスター・コントローラー 74 の一般的な制御のために、好ましくは、溶剤供給ストリーム・バルブ 70 が「開」にされる。

10

20

【0041】

図 5 に示す本発明の態様では、回収ユニット 52 および溶液ユニット 18 が一体化されることによって、吸収床セクション 34 と吸収底部 36 とから成る単一の吸収ユニット 28 が構成されている。吸収床セクション 34 でホスゲンが回収されることになるので、吸収床セクション 34 が回収ユニット 52 として機能する。吸収底部 36 では、生じたホスゲンが MCB に溶解するので、吸収底部 36 が溶液ユニット 18 として機能する。吸収ユニット 28 の内部では、吸収床セクション 34 と吸収底部 36 との間に回収ストリームが位置している。このように、2 つの異なる機能を 1 つのデバイスに組み込むことが可能である。例えば、必要に応じて、ストリーム 20 が「幾つかのサブユニットから構成されるリアクター 22 の内部ストリーム」となるように、溶液ユニット 18 をリアクター 22 と一体化させてもよい。

【0042】

ホスゲン・ストリーム 16 中に Cl_2 が含まれないように、ホスゲン発生ユニット 14 に設けられた付加的なホスゲン・ストリーム測定デバイス 90 を用いてホスゲン・ストリーム 16 の Cl_2 がモニタリングされる (図 6)。 Cl_2 が検知される場合、ホスゲン・ストリーム 16 に Cl_2 が含まれないようにホスゲン・ストリーム用バルブ 72 および / または CO ストリーム用バルブ 92 および / または Cl_2 ストリーム用バルブ 94 がコントローラー 96 によって設定される。コントローラー 96 によってバルブ 72, 92, 94 がそのように制御されることによって、 Cl_2 を含んだホスゲン・ストリーム 16 の量が減じられたり、および / または、CO ストリーム 10 の流速が増してホスゲンの生成が増加したり、および / または、 Cl_2 流速が減じられたりすることになる。好ましくは、コントローラー 96 によって CO ストリーム用バルブ 92 のみが設定される。ホスゲン・ストリーム測定デバイス 90 によってホスゲン・ストリーム 16 中の CO 濃度を測定することができるので、一般的な態様では、付加的なホスゲン・ストリーム測定デバイス 90 を用いてホスゲン・ストリーム 16 の品質をモニタリングすることができる。

30

40

【0043】

ホスゲン・ストリーム 16 の圧力は、イソシアネート製造プロセスの略全てのユニットの圧力に影響を及ぼす。それゆえ、ホスゲン・ストリーム 16 の圧力をホスゲン圧力測定デバイス 98 でモニタリングすることによって、ホスゲン・ストリーム用バルブ 72 で圧力が制御される。ホスゲンの目的とする流速を得るために、CO ストリーム 10 に対して CO フィード測定デバイス 100 が設けられ、 Cl_2 ストリーム 12 に対して Cl_2 フィード測定デバイス 102 が設けられる。CO フィード測定デバイス 100 および Cl_2 フィード測定デバイス 102 を用いることによって、ホスゲン生成ユニット 14 が十分な抽出物を有することになるように、CO ストリーム用バルブ 92 および Cl_2 ストリーム用バルブ 94 を制御できる。CO および Cl_2 の流速は CO および Cl_2 の圧力に依存しているため、予備圧力制御 (または予め行われる圧力制御) が行われる。CO 圧力測定デバ

50

イス104およびC1₂圧力測定デバイス106を用いることによって、CO圧力バルブ108およびC1₂圧力バルブ110が制御される。測定された圧力および流速は相互に強く干渉しているので、バルブ72、バルブ92、バルブ94、バルブ108またはバルブ110のいずれか1つが調整されると、ホスゲン生成ユニット14に振動状態がもたらされ、ホスゲン生成が不安定となり得る。このような不安定な状態を防止するために、バルブ72、92、94、108および110を制御するコントローラーには、各々のコントローラーの速度を調整するための時定数が含まれている。適切な時定数を選択することによって、コントローラーがそれぞれ独自のバルブ72、92、94、108、110を他のコントローラーよりも迅速に又はより遅く設定することが可能となる。当業者に知られた一般的な手法を用いて時定数を好ましく選択することによって、非干渉化がもたらされて制御が容易となる。例えば、CO圧力バルブ108およびC1₂圧力バルブ110は、他のバルブ72、92、94よりも迅速に設定され、その場合、CO圧力バルブ108がC1₂圧力バルブ110よりも迅速に調整される。従って、COストリーム用バルブ92およびC1₂ストリーム用バルブ94がホスゲン・ストリーム用バルブ72よりも迅速に設定され、COストリーム用バルブ92がC1₂ストリーム用バルブ94よりも迅速に調整される。このような非干渉化は、イソシアネート製造プロセスの他のユニットまたは他のサブユニットに対しても適用することができる。

10

【0044】

例えば溶液ユニット18、リアクター22、セパレーター32、異性体分離ユニット32、回収ユニット52等、または、それらのサブユニットに対して行う他の考えられる制御を図7に例示的に示す。ユニット112は、溶液ユニット18、リアクター22、セパレーター32、異性体分離ユニット42または回収ユニット52などであり得るが、そのようなユニット112には、供給バルブ116によって通常制御される供給ストリーム114が供給される。通常、供給ストリーム114の流速、温度および圧力は知られているか、あるいは、供給ストリーム測定デバイス118によって測定される。濃度、温度、レベルまたは圧力などのユニット112の幾つかのプロセス・パラメーターは測定される。温度を制御するために、温度測定デバイス120が設けられる。温度測定デバイス120によって測定されるユニット112の温度、ならびに、供給ストリーム114の流速および温度は、温度コントローラー122で処理される。温度コントローラー122では、温度制御が予め行うことができるようにユニット112の温度に対する供給ストリーム114の動的影響が考慮される。温度コントローラー122は熱バルブ124を制御し、それによって、水蒸気ストリーム126が調整される。そのような熱ストリーム126は熱交換機128へと供給されるが、熱交換機128ではユニット112の流体の一部が加熱されることになる。水蒸気の代わりに、冷却媒体を用いると冷却を行うことができる。温度制御によって、ユニット112の流体濃度を制御してもよい。ユニット112の流体濃度を温度制御で制御する場合、濃度に関する情報は、最適化された目標温度を算出するために温度コントローラー122で処理されることになる。更に、温度コントローラー122は、所定の最大温度または最小温度を越えることがないように確実ならしめる。算出された目標温度は、最大温度よりも高くなく、かつ、最小温度未満である。

20

30

【0045】

このようにして、流体の成分濃度が制御される。濃度は濃度測定デバイス130によって測定され、供給ストリーム114の流速に関する情報と共にレベル・コントローラー132で処理される。レベル・コントローラー132では、レベルおよび濃度の制御を予め行うことができるように、供給ストリーム114の流速がユニット112のレベルおよび濃度に与える影響が考慮される。レベル・コントローラー132は出力バルブ134を制御し、それによって、出力ストリーム136の出力流速が調整されることになる。更なる出力ストリーム138が設けられる場合、かかる更なる出力ストリーム138が、同様に制御されてもよい。

40

【0046】

好ましくは、出口ストリーム38の粘度が制御される。特に出口ストリーム38がポリ

50

マーMDIを主に含んで成る場合、出口ストリーム38の粘度を制御することが好ましい。それゆえ、出口ストリーム38の粘度の測定のため、粘度測定デバイスが設けられる。かかる情報は、例えば、セパレーター32の圧力および粘度を制御する粘度コントローラーで処理される。

【0047】

上述の態様の要素および特徴の特定の組合せは単に例示にすぎない。本願明細書では、かかる教示事項を他の教示事項と交換および置換する可能性も考慮される。請求項に記載された発明の概念および範囲から逸脱することなく、開示事項の変更、修正および他の実施が可能であることは当業者に理解できることである。従って、上記の記載事項は単に例示にすぎず限定する意図はない。発明の範囲は特許請求の範囲に規定されているが、発明の範囲は特許請求の範囲に規定された発明と均等な範囲まで含んでいる。更に、本願明細書および特許請求の範囲で用いられている参照番号は、特許請求の範囲に記載された発明の範囲を制限するものではない。説明した実施態様は、他の材料の形成にも応用することができる。特に、TDI、HDI、IPDI等の他のイソシアネートの生成にも応用することができる（その場合、対応するTDA、HDAなどのアミンが発材料として用いられ、MCB、ODB等の溶剤が用いられる）。

10

【0048】

本願発明を例示的に詳細に説明してきたが、そのような詳細な説明は単に例示にすぎず、特許請求の範囲で制限され得ることを除いて、本発明の範囲または概念から逸脱することなく当業者が変更を加えることができることを理解できるであろう。

20

【0049】

本出願は、特許出願第11/638817号（2006年12月14日出願）の一部継続出願であり、その優先権を主張する。

【図面の簡単な説明】

【0050】

【図1】図1は、イソシアネート製造設備を模式的に簡易に表したブロック図である。

【図2】図2は、イソシアネート製造設備で実施されるイソシアネート製造プロセスを模式的に簡易に表したブロック図である。

【図3】図3は、監視制御またはマスター制御を行う図2に示す製造設備を模式的に簡易に表したブロック図である。

30

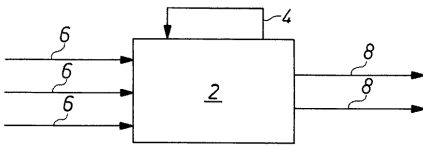
【図4】図4は、調整制御を行う図3に示す製造設備の細部を簡易に表した模式的な図である。

【図5】図5は、別の調整制御を行う図3に示す製造設備の細部を簡易に表した模式的な図である。

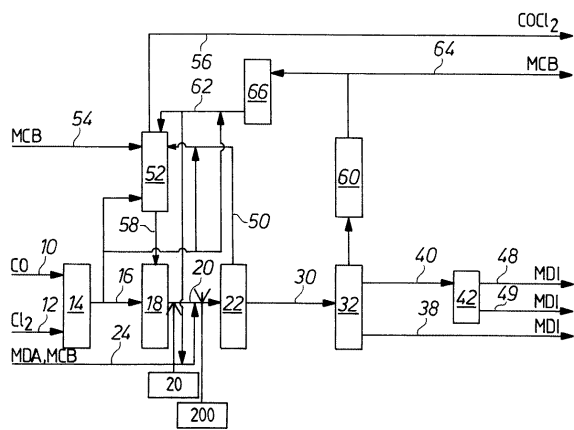
【図6】図6は、別の調整制御を行う図3に示す製造設備の細部を簡易に表した模式的な図である。

【図7】図7は、図3に示す製造設備の細部を簡易に表した模式的な図であり、別の調整制御の例が示されている。

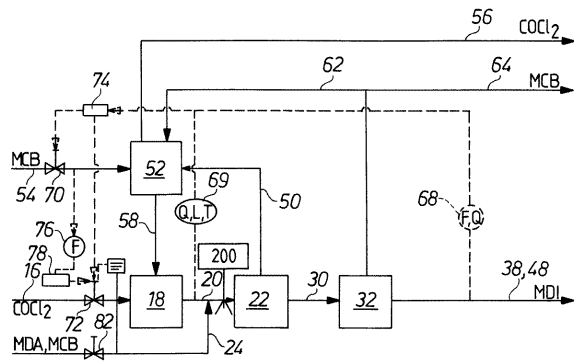
【図 1】



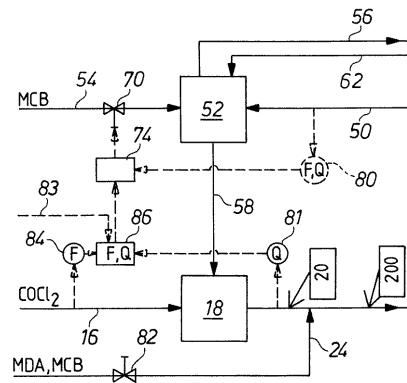
【図 2】



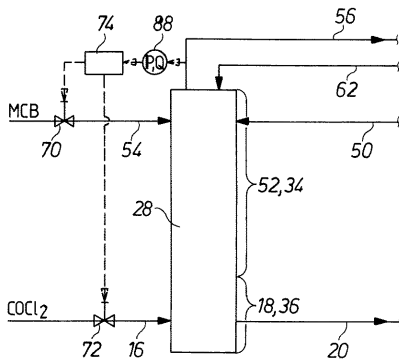
【図 3】



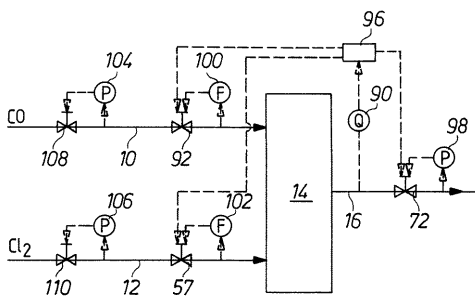
【図 4】



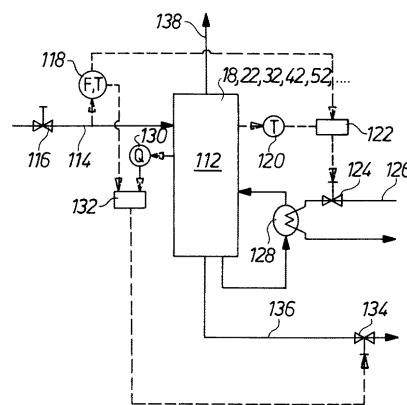
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

- (72)発明者 ヨーヒェン・マーレンホルツ
アメリカ合衆国 7 7 5 7 3 テキサス州リーグ・シティ、ブルック・ヘイブン・ドライブ 2 1 0 4 番
- (72)発明者 ゲルハルト・テン
ドイツ連邦共和国デー - 4 1 5 4 2 ドルマーゲン、フォン・サック・プラッツ 9 アー番
- (72)発明者 サビーネ・ペーゲル
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 5 9 9 デュッセルドルフ、ロートドルンヴェーク 4 番
- (72)発明者 ユン・ヴァング
ドイツ連邦共和国デー - 4 0 8 8 3 ラーティンゲン、ビスマルクシュトラッセ 6 4 番
- (72)発明者 リチャード・グール
アメリカ合衆国 7 7 0 5 9 - 5 5 8 9 テキサス州ヒューストン、パサディナ、マイティ・レッドウ
ッド・ドライブ 1 1 6 1 0 番
- (72)発明者 エルマン・ゼーフィンク
ドイツ連邦共和国デー - 5 0 7 3 5 ケルン、ロッテルダマー・シュトラッセ 6 番
- F ターム(参考) 4H006 AA02 AA04 AC55 BB12 BC31 BC35 BD10 BD20 BD21 BD35
BD51 BE52

【 外国語明細書 】

- 1 -

PROCESS FOR CONTROLLING A PRODUCTION PROCESS

The present application is a continuation-in-part of, and claims the benefit of prior Application No. 11/638,817, filed December 14, 2006.

TECHNICAL FIELD

The invention relates to a production facility such as an isocyanate production facility and a method for controlling a production process which includes at least one inner recycling stream. This method enables easy optimization of the entire process with respect to quantity and quality of the product and a reduction in production costs.

BACKGROUND OF THE INVENTION

In known isocyanate production facilities, a phosgene solution and an amine solution are introduced into a reactor where the phosgene and amine react to form an isocyanate. The reaction products are generally separated in a distillation column to obtain purified isocyanate and often further purified in a distillation or crystallization unit to separate its isomers. In order to ensure production of a predetermined amount of the isocyanate, the amount of phosgene and of amine introduced into the reactor and / or column is controlled. Further, to ensure production of isocyanate satisfying predetermined quality requirements, the process parameters of the reactor such as pressure and temperature are controlled. The distillation column used to separate the materials in the reacted reaction mixture is designed so that the isocyanate separated in that column will be obtained in the required amount and quality from the reacted reaction mixture. It is possible to calculate the optimal process parameters for the isocyanate production process in the steady state. These calculated process parameters are taken as controlled variables to automatically keep them relatively constant in case of an unsteady disturbance. Generally, it is possible to control every controlled variable independently of the others. When, for example, the temperature of the distillation column decreases due to cold weather, the amount of heat for the distillation column is increased to keep the optimized reference temperature of the distillation column constant.

It is preferred to feed excess phosgene to the reactor in order to influence the chemical equilibrium of the reactor contents and to maximize the isocyanate output. Since phosgene is a highly toxic and harmful gas, the excess phosgene must be eliminated after the reaction is complete. Alternatively, the excess phosgene may be recycled to the reactor and thereby increase cost effectiveness. The solvent obtained in the distillation step can also be recycled. However, use of recycled phosgene and solvent may cause the isocyanate production process to become unstable. Since unavoidable variations of the process parameters affect the amount, the pressure, the temperature, the

- 2 -

concentration (quality) etc. of the recycled phosgene and solvent, variations in the process parameters and disturbances may even increase when automatic control of the process parameters is attempted. Due to the recycling, nearly every process parameter influences nearly all other process parameters. Thus, it is necessary to manually set a number of reference parameters based on the overall situation to avoid major variation of the amount and quality of the product isocyanate. Due to the potential for large variation of the isocyanate product quality, conservative reference parameters are set for the isocyanate production process to ensure a minimum quality of the isocyanate. This results in a difficult and complicated process control and high costs.

It is an objective of the present invention to facilitate the process control of a production process, particularly, an isocyanate production process. It is a further objective to reduce variations in the product, e.g., isocyanate, to increase the product output, and to reduce the production costs. Furthermore, it is an objective to improve and/or increase automation of the production process. It is another objective of the present invention to increase the stability of the automated process control while the amount of unused reactant, e.g., phosgene, and spent solvent is preferably reduced. Moreover, the amount of unwanted substances in the production process should be reduced.

SUMMARY OF THE INVENTION

The above-mentioned objectives are achieved by the process for controlling a production process, particularly, an isocyanate production process, of the present invention. In the production processes controlled in accordance with the present invention, more than one incoming stream, at least one exit stream and at least one inner recycling stream are employed. In an isocyanate production process, the incoming streams generally include: (1) a phosgene stream composed primarily of phosgene and (2) a solvent feed stream largely made up of a solvent. In addition to several plant-wide regulating controls, controls for the amount of the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream are included to permit adjustment of the concentration and the amount of the exit stream.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

Figure 1 is a schematic simplified block diagram of an isocyanate production facility.

Figure 2 is a schematic simplified block diagram of an isocyanate production process of an isocyanate production facility.

Figure 3 is a schematic simplified block diagram of the facility diagrammed in Figure 2 with a supervisory or master control.

- 3 -

Figure 4 is a schematic simplified detail of the facility diagrammed in Figure 3 with a regulatory control.

Figure 5 is a schematic simplified detail of the facility diagrammed in Figure 3 with another regulatory control.

Figure 6 is a schematic simplified detail of the facility diagrammed in Figure 3 with another regulatory control.

Figure 7 is a schematic simplified detail of the facility diagrammed in Figure 3 with an example of another regulatory control.

DETAILED DESCRIPTION OF THE PREFERRED

EMBODIMENTS OF THE INVENTION

The present invention is directed to a method for controlling a production process. While this invention can be applied to any production process, it will be described in greater detail with respect to an isocyanate production process.

In the production of an isocyanate in accordance with the present invention, more than one incoming stream, at least one exit stream and at least one inner recycling stream are employed. The incoming streams include: (1) a phosgene stream composed primarily of phosgene and (2) a solvent feed stream largely made up of a solvent. In addition to several plant-wide regulating controls, controls for the amount of the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream are included to permit adjustment of the concentration and the amount of the exit stream.

It has surprisingly been found that setting the amount of the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream as the principal controlled variables for the plant results in plant-wide optimization, when all other units of the isocyanate production facility are each preferably controlled independently of each other. Thus, a 2x2-system is sufficient for plant-wide optimization. The other process parameters of the controlled process are of less importance for optimization because their impact on the composition of the exit stream is lower than that of the amounts of phosgene and solvent. The different subsystems of the isocyanate production process can therefore be controlled independently of each other. Thus, it is possible to partially automate every subsystem in which the reference variables may be determined by calculation and the process parameters optimized. The relationship of the phosgene stream and the solvent feed stream to the exit stream enables a simplified control of the production process because the number of variables to be checked by a sophisticated underlying control system is significantly reduced. The

- 4 -

other process parameters are automatically set by the control method in accordance with the present invention. Since the variation in the amount and the variation of the quality (concentration) of the exit stream are reduced by the process of the present invention, it is possible to use improved reference parameters leading to an improved isocyanate output. Because substantially all unused solvent and phosgene can be recovered by the inner recycling stream, the amount of purged phosgene and solvent can be minimized and the production costs decreased. Moreover, the control method is stable according to the Nyquist criterion.

In a preferred embodiment of the present invention, the phosgene stream is fed to a solution unit to generate a phosgene solution stream. A second stream (referred to hereinafter as the amine solution stream) which is a mixture of an amine and a solvent is combined with the phosgene solution stream. The content of amine in the amine solution stream is $\geq 15\%$ and $\leq 95\%$, preferably $\geq 15\%$ and $\leq 85\%$ by weight, based on the combined weight of solvent and amine in this amine solution stream. The content of phosgene in the phosgene solution stream is $\geq 15\%$, preferably $\geq 20\%$ and most preferably $\geq 30\%$ by weight, based on the combined weight of solvent and phosgene in this stream. The ratio of amine solution stream and phosgene solution stream is such that at least the stoichiometric amount of phosgene for the reaction of the amino groups present in the amine solution stream is provided; that is, one mole of phosgene is present per mole of amino groups present in the amine solution stream. Preferably, an excess of phosgene is provided based on the amino groups present in the amine solution stream; that is, more than one mole of phosgene is present per mole of amino groups present in the amine solution stream.

The combined stream is fed to a reactor. The reactor is equipped to accommodate at least one inner recycling stream, e.g., a recycle stream composed primarily of phosgene and/or solvent and/or HCl. The recycle stream(s) and a product stream which is primarily isocyanate and, optionally, solvent are produced in the reactor. The product stream is separated from the reaction mixture by a separator into at least one exit stream composed mainly of isocyanate and at least one stream composed mainly of solvent. The solvent feed stream is fed to the recycle stream in a recovery unit for recovering phosgene and a recovery stream is fed from the recovery unit to the solution unit. The several streams may be directly or indirectly (e.g., via another stream, unit or subunit) fed to its designated unit.

It has surprisingly been found that control of the solution unit as supervisory control leads to plant-wide control. Treating the solution unit as key unit for a plant-wide optimization leads to a simplified control concept easy to design and, if necessary, easy to adapt to changed conditions. For the recovery unit, the controlled amount of the solvent feed stream is a reference variable and for the solution unit, the controlled amount of the phosgene stream is a reference variable.

- 5 -

Where units other than the solution unit such as the reactor, the separation unit, the recovery unit, etc. are controlled virtually independent of each other, the amount and the quality (concentration) of the exit stream containing the wanted product can be determined by calculation on the basis of the quality, temperature and level of the solution unit, i.e., parameters which can be measured substantially in situ. These other units (i.e., units other than the solution unit) may be controlled by setting pressure, temperature and/or level based on the concentration and/or amount of its outgoing stream. Further, the level may be controlled by a feed forward control based on the amount of a feed stream. Additional regulatory controls may also be employed. For example, the viscosity of one of the at least one exit streams may be controlled by adjusting pressure and temperature of the separation unit or subunit.

Surprisingly, control of the phosgene stream and the solvent feed stream leads to a nearly steady state reaction in the reactor although recovery of recycled phosgene, dissolving in the solution unit and mixing with dissolved amine take place prior to feeding the phosgene and solvent streams to the reactor. Since the desired amount and quality of the exit stream is known, the requirements for the separation unit can be calculated, which in turn enables calculation of the reactor requirements and to calculation of the requirements for the solution unit controlled by the master process control in accordance with the present invention. In the general operation mode, the quality of the exit stream is determined by the formulation for the reaction and the amount of isocyanate produced is determined by the amount of the amine in the amine stream. Thus, the output of the isocyanate production process depends on the preset flow rate (amount) of amine. The weight ratio of solvent to amine in the combined stream can be ≤ 10 , preferably ≤ 8 , most preferably, from 2 to 7.

The process can be automatically driven and automated by control of the solution unit. Disturbances which are not eliminated in the solution unit are detected so quickly that the regulatory controls of the subsequent units (e.g., the reactor and/or separation unit (separator)) can be adjusted in advance to eliminate any potential effect of these disturbances. It is also preferred that nearly all units and/or subunits be adjusted in advance when a disturbance is known to be occurring. For example, when the output of the exit stream is to be changed, the appropriate amount of amine may be calculated and the appropriate adjustment of the controls of the units and/or subunits of the isocyanate production facility in advance (e.g., adjustment of the levels, temperatures, etc.) to eliminate foreseeable disturbances and prevent exceeding maximum or minimum values may be made. The adjustment of the controllers in advance to accommodate a foreseeable change in conditions results in improved stability.

Every unit or subunit used in the production of the isocyanate may be integrated into a single device. For example, the solution unit may be a single stand-alone solution tank or it may be

- 6 -

integrated in the recovery unit as absorber bottom or the like. Further, every unit or subunit may be made up of multiple subunits arranged in sequence and/or in parallel for achieving the desired effect or for performing the desired function. For example, the reaction may be performed in several steps in different reactors coupled to each other. It is also possible to perform the separation in different subunits of the separation unit to increase the quality of the separated streams, if necessary. Where a unit is made up of several subunits, every subunit may have its own regulatory control. The regulatory control of the whole unit is preferably adjusted so that the different subsystems are operated at optimized conditions. For example, a very low level in a first subsystem and a very high level in a second subsystem at the same time are prevented by the control for the whole unit. The incoming and outgoing streams of this unit stay unchanged while the inner streams of the unit are changed to save energy, steam, cooling, etc. thereby increasing, e. g., the thermal efficiency.

To control the process parameters of the isocyanate production process and the subsystems within that process, the following control concepts can be achieved by appropriately designed controllers: continuous feedback control, discrete feedback control, disturbance feed forward, load feed forward, minimum/maximum selection, single-variable controllers, multivariable controllers, lead/lag control, model-based control, controller and control structure selection, interactions (RGA = relative gain array), directionalities (SVD = singular value decomposition), status estimators, online simulation, status controllers, parameter identification, internal model control, model predictive control, gain scheduling, single input multiple output control, range control, override control, multiple input single output control, mixed value control, multiple input multiple output control, decentralized control, decouplers, adaptive control, disturbance compensation, disturbance controllers, cascade controllers, single-variable PID controllers (PID controller = proportional-integral-derivative controller), anti-windup control, structure changeovers, pre-filters, ratio control, split-range control, deadtime controllers, single variable P (P = proportional) and PI (PI = proportional-integral) controllers, and signal filters. Preferably, combinations of simple and complex control concepts and/or partial automation concepts are employed.

The process described can be applied to the production of a wide variety of organic isocyanates. The isocyanate may be MDI, that is, an isocyanate or mixture of two or more isocyanates of the diphenylmethane series as depicted in the following formula:

The isocyanate may also be TDI, that is, 2,4-diisocyanato toluene, 2,6-diisocyanato toluene or mixtures of 2,4-diisocyanato toluene and 2,6-diisocyanato toluene; HDI, that is, 1,6-hexamethylene diisocyanate; or IPDI (isophorone diisocyanate).

- 7 -

The starting amine may be MDA, that is, an amine or mixture of two or more amines of the diphenylmethane series as depicted in the following formula:

The starting amine may also be TDA, that is, 2,4-diamino toluene, 2,6-diamino toluene or a mixture of 2,4-diamino toluene and 2,6-diamino toluene; HDA, that is, 1,6-hexamethylene diamine; or IPDA (isophorone diamine).

The solvent may be selected from any of the known aliphatic, aromatic or araliphatic hydrocarbons, chlorinated aliphatic, aromatic or araliphatic hydrocarbons (e.g., chlorobenzene (MCB) or 1,2-dichlorobenzene (ODB)), and any other solvent which is known in the art as solvent for the phosgenation of amines or mixtures containing two or more of the above-mentioned solvents.

The reactor for conducting the isocyanate-forming reaction may include additional subsystems to ensure the desired quality. The separator is preferably a distillation unit which may include more than one distillation step. The separator, particularly the separator for purifying the solvent, may include a condensation unit (e.g., a stripper). Since the solubility of phosgene in the solvent is better at lower temperatures and higher pressures the recovery unit may comprise one or more condenser and one or more absorber. Further, the recovery unit may be pressurized by an inert gas (e.g., Helium). The exit streams may be connected to a post process unit. By means of the post process unit, the isocyanate in the exit stream may be further treated. For example, the isocyanate may be separated into a stream composed mainly of isocyanate polymers and a stream composed mainly of isomers of isocyanate monomers.

Every stream may be composed of one or more subunits, e.g., a buffer tank, a heat exchanger, a valve, a cooler, a heater, a condenser, and a steam inlet. In order to collect enough information for the automated control, every unit and every stream may include detecting devices for measuring process parameters such as temperature, pressure, concentration (quality), flow rate, level, feed rate, and outlet rate. In addition, every unit and every stream may include an appropriate control device (controller) to control the measured process parameters by influencing (preferably directly) the controlled process parameter.

In a preferred embodiment of the present invention, the change of the amount of the solvent stream is adjusted to a certain ratio with a target amount of the phosgene feed stream which is calculated based on the amount of the amine feed stream. This ratio is determined by the concentration of the phosgene solution through a feedback controller. Adjustment of the solvent feed stream is prior to and/or faster than the targeted change of the amount of the phosgene stream. Additionally, the amount of the solvent stream is adjusted based on the recycled phosgene stream. This control

- 8 -

safeguards the stability of the solution unit control. It was surprisingly found that the level and the concentration of the solution unit depend in a nonlinear manner on the amount of the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream. It is even possible that the direction of the dependence changes. For instance, increasing the solvent feed stream one time leads to an increased level and another time to a decreased level of the solution unit. This non-linear dependency renders stable control of the solvent unit nearly impossible or at least very complicated because a lot of information has to be processed for controlling the solution unit. However, it has been found that the nonlinearity depends on the amount of recycled solvent. Due to the control based dependency of the amount of phosgene stream to the amount of the solvent feed stream, the nonlinear effect of the recycled solvent can be equalized. This control strategy enables stable control by a controller easy to design and can be realized using common methods known to people skilled in the art.

Preferably, the amount of the solvent feed stream is adjusted to a certain ratio with the amount of phosgene in the recycle stream as well as the amount of produced phosgene. The amount of phosgene in the recycle stream is calculated using the variation in time of the amount of the phosgene stream, the variation in time of the amount and concentration of the mixture stream and the reaction kinetics of the reactor. Due to this control strategy, it is possible to react very fast to a change in the amount of phosgene in the recycle stream and the phosgene production. The calculation of the phosgene amount in advance enables better anticipation of the expected situation in the recovery unit. This knowledge makes it possible to adjust the amount of the solvent feed stream in advance, so that unsteady dynamics in the production process can be prevented or at least reduced. Since the reaction kinetics and the amount and concentration of the mixture stream are given, it is in most cases sufficient to store the measured amount of the phosgene stream in a storing device for calculating a good correction variable for the solvent feed stream in order to minimize purged phosgene. If a change of the amount and concentration of the mixture stream is intended, the variation in time of these process parameters can be stored, too.

Since the recycle stream causes strong interactions between the process units / subunits, the amount of phosgene in the recycle stream and the concentration of the solvent in the recycle stream are preferably kept constant. Regulatory controls for the temperature and pressure of the recycle stream can be used to minimize such interactions and disturbances.

Preferably, the solution unit is made up of more than one solution unit control. The first solution unit control includes a control for the solvent concentration in the solution unit depending on a change of the amount of the solvent feed stream, a control for the solution temperature, e.g., by controlling the heat exchanger(s), and a control for the level of the solution unit depending on a

- 9 -

change of the amount of the phosgene stream. A second solution unit control includes a control for the solvent concentration in the solution unit depending on a change of the amount of the phosgene stream and a control for the level of the solution unit depending on a change of the amount of the solvent feed stream. The ratio used to calculate changes of the solvent concentration and level in the solution unit control depends on the frequency of the change of the amount of the solvent feed stream and/or of the change of the amount of the phosgene stream. At a lower frequency, e.g., nearly steady state, the ratio of the first solution unit control is higher and at a higher frequency, e.g., at disturbances, the ratio of the second solution unit control is higher. It has been found that the first solution unit control is more stable at low disturbance frequencies and the second solution control is more stable at high disturbance frequencies. For that reason, the stability is increased by taking this frequency dependence into account. The nonlinear relationship of the solvent feed stream to the level of the solution unit must also be considered when designing the controller and selecting the control structure. Since the channels of these control problems are strongly coupled, a multivariable controller or a similar control structure is preferred. Depending on the frequencies, the multivariable controller adapts the gains and amplitudes of the control actions from the manipulated variables to the control variables

To increase cost effectiveness and/or to reduce byproduct concentration, it is important to reduce purge streams, e.g., the phosgene purge. In general, the process can be set up with or without a small amount of these purges. Preferably the amount of purged phosgene and HCl is controlled by the temperature of the recovery unit. It has been found that the temperature can be controlled independently of the concentration and level control of the phosgene solution. This leads to an easily designed and stable control. Most preferably, an emergency control is provided for the phosgene purge to safeguard that no more phosgene and HCl are purged than can be neutralized or eliminated in a connected neutralization/elimination unit. For that reason, after a first predetermined amount of purged phosgene has been exceeded, the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream are controlled to adjust the amount of purged phosgene to a level below a second predetermined amount of purged phosgene. The master control strategy for the general operation in accordance with the present invention in which the amount of the phosgene stream and the amount of the solvent feed stream can be controlled to adjust the concentration and the level of the recovery unit or the solution tank, which in turn controls the exit stream, can be overridden for a while until the amount of purged phosgene is reduced to an acceptable value. Normally, any emergency operation is short-lived, so that disturbances to the amount and quality of the exit stream are low or even equalized by the other subunits of the production process.

- 10 -

It is preferred that the phosgene be produced on-site of the isocyanate production facility. Hence, a phosgene production unit for providing the phosgene stream may be included in the isocyanate production facility. The phosgene production unit can be fed by a CO stream composed mainly of CO and a Cl₂ stream composed mainly of Cl₂. CO and Cl₂ may be produced on-site as well. For example, Cl₂ may be produced by electrolysis of brine and/or aqueous HCl or by the Deacon process, that is, by oxidation of gaseous HCl with oxygen or an oxygen-containing gas (e.g., air) using a catalyst. CO can be produced using a reformer or by partial oxidation of coke. Most preferably, a control strategy is provided for the phosgene production unit which prevents free Cl₂ in the phosgene stream as much as possible. Therefore, the amount of the phosgene stream and/or the amount of the CO stream and/or the amount of the Cl₂ stream is controlled independently of the target amount of phosgene for the reactor in case chlorine is detected in the phosgene stream.

In order to reduce dynamic effects which may lead to major disturbances, it may be advantageous to provide buffers, e.g., tanks connected to the streams. Preferably the buffering effects of the subsystems of the isocyanate production process are used. For example, a distillation column provides a buffering effect because the level of the distillation column (i.e., the ratio of liquid to gaseous components) is variable, so that more or less feed can be stored in the distillation column just by closing or opening output valves. Thus, it is preferred that a level control is provided for at least part of a unit of a subsystem such as the recovery unit and/or the reactor and/or the separator. The level control comprises a standard level control and a disturbance level control, which is more strongly amplified than the standard level control. The level control is based on the disturbance level control when a first predetermined upper limit of the level is exceeded and/or a first predetermined lower limit of the level is below target. The level control is based on the standard level control when a second predetermined upper limit of the level is below target and/or a second predetermined lower limit of the level is exceeded. Thus, it is possible that the output of a given subsystem or section of a unit of the subsystem is nearly constant independent of disturbing oscillations in the feed. This ensures that the output amount follows slowly to the new optimized value when the feed amount changes to another amount. At the same time, it is ensured that the subsystem or the section of the subsystem does not run empty or overflow due to the slow adjustments because the amplification increases and the correction of the output amount occurs faster above the upper limit and below the lower limit. Since the solvent can be fed to the solvent feed stream as well as to the amine solution stream, it is preferred that the resource stream which comprises mainly solvent is fed to the solvent feed stream and/or to the amine solution stream via a buffer tank.

The isocyanate production process is illustrated in Figure 1 in simplified form. In Figure 1, the isocyanate facility 2 includes an inner recycling stream 4. Several incoming streams 6 are fed to

- 11 -

the isocyanate facility 2. The incoming streams 6 may be composed of amine, solvent or phosgene. Several exit streams 8 leave the isocyanate facility 2. The exit streams 8 may be composed of the wanted product (i.e., isocyanate), which may be provided in different qualities. For example, one of the exit streams 8 may be made up of a monomeric isocyanate with a specific structure and the other exit stream 8 may be composed of a mixture of isocyanates having different molecular weights. Additional outgoing streams may also be provided (e.g., a purge) not illustrated in Figure 1. Due to the inner recycling stream 4, the control of the isocyanate facility 2 and the isocyanate production process performed by the isocyanate facility 2 is very difficult, because almost every process parameter has an impact on the amount and the quality of the exit streams 8.

The isocyanate production process is illustrated in more detail in Figure 2 and will be described, by way of an example, in terms of the production of MDI (diphenylmethane diisocyanate) by reacting phosgene (COCl_2) and MDA (diphenylmethane diamine) dissolved in MCB (monochlorobenzene). In the MDI production process shown in Figure 2, a CO stream 10 and a Cl_2 stream 12 are fed to a phosgene generation unit 14. A phosgene stream 16 is fed from the phosgene generation unit 14 to a solution unit 18 in which the phosgene is dissolved in MCB. A phosgene solution stream 20 is fed from the solution unit 18 to a reactor 22. An amine solution stream 24 composed of MDA dissolved in MCB is fed to the phosgene solution stream 20 before the combined stream 200 enters the reactor 22. It is further possible to feed stream 24 directly to reactor 22. It is also possible that the reactor 22 is made up of more than one subunit so that the MDI can be produced in more than one step. A product stream 30 composed primarily of MDI and MCB is fed from the reactor 22 to a separator unit 32. The separator 32 may be made up of several subunits in sequence and/or in parallel (not illustrated in Figure 2 for the sake of clarity). A first exit stream 38 from the separator 32 leaves the production system for shipping or storing. The first exit stream 38 is primarily composed of polymeric MDI, that is, a mixture of isocyanates of the diphenylmethane series as depicted in the following formula:

A second exit stream 40 from the separator 32 is primarily composed of monomeric MDI, that is a mixture of isocyanates of the diphenylmethane series as shown above, where $x=2$. In order to receive monomeric MDI the second exit stream 40 is fed to an isomer separation unit 42. The isomer separation unit 42 may be made up of several subunits in sequence and/or in parallel to further separate monomeric MDI isomers. A third exit stream 48 and a fourth exit stream 49 each composed mainly of a specific monomeric MDI isomer (mMDI) leave the production system.

A recycle stream 50 from the reactor 22 is composed mainly of excess phosgene, solvent, HCl and inert materials from the reactor. The recycle stream 50 is fed to a recovery unit 52. Thus, the recycle stream 50 is an inner recycling stream of the isocyanate production process. In the recovery

- 12 -

unit 52, most of the phosgene is dissolved in MCB being fed to the recovery unit 52 from a solvent feed stream 54. Phosgene that is not dissolved in the fed MCB as well as impurities or side products like HCl leave the recovery unit 52 by means of a phosgene purge 56 for annihilation. The recovered phosgene leaves the recovery unit 52 in a recovery stream 58 which is fed to the solution unit 18. It is further possible that the recovery stream be fed to stream 20 and/or to the reactor 22.

Although it is not necessary, where the structural design of the isocyanate facility makes it possible, it is preferred to feed a stream indirectly to its designated unit. For example, in Figure 2, indirect feeding of the phosgene stream 16 is illustrated. If the phosgene generation unit 14 is located near the recovery unit 52, it may be preferred to feed the phosgene of the phosgene stream 16 to the recovery unit 52, the recycle stream 50 and/or the resource stream 62 so that the phosgene stream is indirectly fed to the solution unit 18. A person skilled in the art will readily appreciate other advantageous possibilities for an indirect feeding of further streams. For example, the solvent feed stream 54 may be fed first to the buffer tank 66 and the like.

The weight ratio of amine to solvent in stream 200 to the reaction unit 22 is preferably less than or equal to 10, preferably ≥ 2 and ≤ 8 and most preferably ≥ 2 and ≤ 7 . The content of amine in the amine solution stream 24 is $\geq 15\%$ and

$\leq 95\%$, preferably $\geq 15\%$ and $\leq 85\%$ by weight based on the combined weight of solvent and amine in this stream.

In the separator 32, MDI and MCB are separated, e.g., by means of several distillation columns. The separated gaseous MCB is fed to a condenser 60 so that the separated MCB is liquid. The liquid MCB can be split in a resource stream 62 to recover the separated MCB and a solvent purge 64, e.g., for annihilating the MCB so that impurities in the MCB do not increase. In the illustrated embodiment, the resource stream 62 is fed to a buffer tank 66 where the MCB can be stored for further use. Moreover, variation to the amount of the resource stream can be equalized by means of the buffer tank 66. The recovered MCB in the buffer tank 66 can be fed to the recovery unit 52 for recovering phosgene and/or to the mixture stream 24 for dissolving MDA. Thus, the resource stream 62 is an inner recycling stream of the isocyanate production process. Residual educts in the recovered MCB are fed back to the reactor so that the residual educts may react further, preferably to form a desired product like MDI.

As illustrated in Figure 3, the MDI production process can be controlled by controlling the amount of the solvent feed stream 54 and the phosgene stream 16 based on the amount and quality (concentration) of the at least one exit stream 38, 48. For that purpose, the flow rate (F) and the

- 13 -

quality (Q) can be measured by an exit stream measurement device 68 or calculated on the basis of the concentration, the temperature and the level of the solution unit 18 measured by a solution unit measurement device 69. The information about the flow rate and the quality of the exit stream 38, 48 is processed to set a solvent feed stream valve 70 for controlling the amount of the solvent feed stream 54. The same information is used to set a phosgene stream valve 72 for controlling the amount of the phosgene stream 16. The amount of phosgene stream 16 is set based on the amount of the Amine solution stream controlled with valve 82. The correction variable to set the solvent feed stream valve 70 and the phosgene stream valve 72 is provided by a controller 74 for controlling the solvent feed stream 54 and the phosgene stream 16. In order to safeguard the stability of the MDI production process, the flow rate (F) of the solvent feed stream 54 is measured by a solvent feed stream measurement device 76. This allows controlling the flow rate (i.e., the amount of the phosgene stream 16) by means of the phosgene stream valve 72 based on the flow rate or amount of the solvent feed stream 54 or even based on the target flow rate or target amount of the solvent feed stream 54. This control is provided by a controller 78 for controlling the phosgene stream 16.

Since the control of the phosgene in the solution unit 18 is strongly coupled, a multivariable controller or a similar structure has to be designed to control the system. The drawback of a classical multivariable controller is realizability in the Distributed Control System (DCS). It is not very easy to design and implement a classical multivariable controller into the DCS. To avoid a multivariable controller, a different structure using additional process knowledge is preferred (Figure 4). To control the concentration of the phosgene in the solution unit 18, the amount of phosgene disturbing the system can be calculated in a calculation unit 86. The phosgene fed to the solution unit 18 can be calculated from the amount of phosgene in the phosgene stream 16 produced in the phosgene generation unit 14. It is sufficient to measure the flow rate (amount) of the phosgene stream 16 by means of a phosgene stream measurement device 84. In the alternative, it is possible to measure the phosgene concentration in stream 20 by means of a measurement device 81. The amount of phosgene coming back from the reactor 22 can be calculated from the MDA-load and the phosgene excess. The amount of MDA can be derived from the preset value of a mixture stream valve 82. This information and other mainly fixed facts are processed via an information input line 83 in the calculation unit 86. Of course, the dynamic behavior of these phosgene amounts have to be taken into account. The sum of the phosgene coming from the phosgene generation unit 14 and the recycle stream 50 can be integrated into the phosgene concentration control action for controlling the solvent feed stream valve 70 via the controller 74. The result is a more simple structure which performs like a multivariable controller and renders a recycle stream measurement device 80 for measuring flow rate (F) and concentration (Q) of the recycle stream 50 unnecessary.

- 14 -

Since too high of an amount of phosgene and HCl in the phosgene purge 56 may endanger the neutralization/removal of the phosgene and HCl, an override control can be provided (Figure 5). A phosgene purge measurement device 88 is provided to measure the amount and/or the quality of the phosgene purge 56. If it is detected that the phosgene/HCl neutralization/removal may be endangered, the general control of the master controller 74 is overridden until the danger is eliminated. For that purpose, it is preferred to open the solvent feed stream valve 70.

In the embodiment of the invention illustrated in Figure 5, the recovery unit 52 and the solution unit 18 are integrated into a single absorber unit 28 made up of an absorber bed section 34 and an absorber bottom 36. Since the recovery of the phosgene is performed in the absorber bed section 34, the absorber bed section 34 is the recovery unit 52 at the same time. Since the solution of the produced phosgene in MCB is performed in the absorber bottom 36, the absorber bottom 36 acts as the solution unit 18 at the same time. The recovery stream is located within the absorber 28 between the absorber bed section 34 and the absorber bottom 36. Thus, it is possible to combine two different functions into one device. For example, the solution unit 18 can be integrated into the reactor 22 in which stream 20 is an inner stream of the reactor 22 composed of several subunits, if necessary.

In order to prevent having Cl₂ in the phosgene stream 16, the phosgene stream 16 is monitored for Cl₂ by means of an additional phosgene stream measurement device 90 in the phosgene generation unit 14 (Figure 6). If Cl₂ is detected, the phosgene stream valve 72 and/or a CO stream valve 92 and/or a Cl₂ stream valve 94 are set by a controller 96 to prevent Cl₂ in the phosgene stream 16. By means of the controller 96 the valves 72, 92, 94 are controlled so, that the amount of the phosgene stream 16 made up of Cl₂ is reduced and/or the phosgene production is increased by increasing the flow rate of the CO stream 10 and/or reducing the flow rate of the Cl₂ stream. Preferably only the CO stream valve 92 is set by the controller 96. The further phosgene stream measurement device 90 is able to determine the CO concentration in the phosgene stream 16 so that in the general mode the quality of the phosgene stream 16 can be monitored by means of the additional phosgene stream measurement device 90.

Since the pressure of the phosgene stream 16 affects the pressure in nearly all units of the isocyanate production process, the pressure of the phosgene stream 16 is monitored by a phosgene pressure measurement device 98 for controlling the pressure via the phosgene stream valve 72. In order to provide the intended flow rate of phosgene, a CO feed measurement device 100 is provided in the CO stream 10 and a Cl₂ feed measurement device 102 is provided in the Cl₂ stream 12. By means of the CO feed measurement device 100 and the Cl₂ feed measurement device 102, the CO stream valve 92 and the Cl₂ stream valve 94 are controlled to provide the

- 15 -

phosgene generation unit 14 with sufficient educts. Since the flow rate of CO and Cl₂ depends on their pressure, a pre-pressure control is provided. By means of a CO pressure measurement device 104 and a Cl₂ pressure measurement device 106, a CO pressure valve 108 and a Cl₂ pressure valve 110 are controlled. The measured pressures and flow rates are strongly coupled to each other so that adjusting one of the valves 72, 92, 94, 108, or 110 may lead to an oscillating state of the phosgene production unit 14 rendering the phosgene production unstable. In order to prevent unstable situations, the controller for controlling the valves 72, 92, 94, 108, 110 includes a time constant for adjusting the speed of each controller. The selection of appropriate time constants provides controllers that may each set its dedicated valve 72, 92, 94, 108, 110 faster or slower with respect to the other controllers. A good selection of the time constants using common methods known to people skilled in the art leads to a decoupling and thus to a facilitated control. For example, the CO pressure valve 108 and the Cl₂ pressure valve 110 are set faster with respect to the other valves 72, 92, 94 in which the CO pressure valve 108 is adjusted more quickly than the Cl₂ pressure valve 110. Accordingly, the CO stream valve 92 and the Cl₂ stream valve 94 are set faster with respect to the phosgene stream valve 72 in which the CO stream valve 92 is adjusted faster than the Cl₂ stream valve 94. This kind of decoupling can be adapted to the other units or subunits of the isocyanate production process.

Another possible control, e.g., for the solution unit 18, the reactor 22, the separator 32, the isomer separation unit 42, the recovery unit 52 and the like or one of their subunits is illustrated by way of example in Figure 7. A unit 112 which may be the solution unit 18, the reactor 22, the separator 32, the isomer separation unit 42, the recovery unit 52 or the like is fed by a feed stream 114 which is usually controlled by a feed valve 116. Normally the flow rate, the temperature and the pressure of the feed stream 114 are known or measured by means of a feed stream measurement device 118. Several process parameters of the unit 112 like concentration, temperature, level or pressure are measured. In order to control the temperature, a temperature measurement device 120 is provided. The temperature of the unit 112 measured by the temperature measurement device 120 as well as the flow rate and temperature of the feed stream 114 are processed in a temperature controller 122. The temperature controller 122 takes the dynamic influence of the feed stream 114 to the temperature of the unit 112 into account so that temperature control in advance is possible. The temperature controller 122 controls a heat valve 124 by which a steam stream 126 is adjusted. The heat stream 126 is fed to a heat exchanger 128 where a part of the fluid of the unit 112 is heated. Cooling can be performed by using a cooling means instead of steam. By means of the temperature control, the concentrations of the fluid in the unit 112 may be controlled. If so, information about the concentrations is processed in the temperature controller 122 for calculating an optimized target temperature. The temperature controller 122 further ensures that a given maximum or

- 16 -

minimum temperature is not exceeded. The calculated target temperature is not higher than the maximum temperature and not lower than the minimum temperature.

Accordingly the concentrations of the components in the fluid are controlled. The concentrations are measured by means of a concentration measurement device 130 and processed together with the information about the flow rate of the feed stream 114 in a level controller 132. The level controller 132 takes the dynamic influence of the feed stream 114 on the level and concentration of the unit 112 into account so that advance level and concentration control is possible. The level controller 132 controls output valve 134 by which the output flow rate of an output stream 136 is adjusted. If a further output stream 138 is provided, this further output stream 138 may also be controlled in this manner.

Control of the viscosity of the exit stream 38 is preferred, especially where exit stream 38 is primarily composed of polymeric MDI. For that reason, a viscosity measurement device is provided to measure the viscosity of the exit stream 38. This information is processed in a viscosity controller which controls, e.g., the pressure and temperature of the separator 32.

The particular combinations of elements and features in the above-detailed embodiments are only exemplary; the interchanging and substitution of these teachings with other teachings in this description are also expressly contemplated. As those skilled in the art will recognize variations, modifications, and other implementations of what is described herein without departing from the spirit and the scope of the invention as claimed. Accordingly, the foregoing description is by way of example only and is not intended to be limiting. The invention's scope is defined in the following claims and the equivalents thereto. Furthermore, reference signs used in the description and claims do not limit the scope of the invention as claimed. It is obvious, that the described examples can be applied to the formation of other materials, particularly, other isocyanates such as TDI, HDI, IPDI starting with the corresponding amines like TDA, HDA and using solvents like MCB, ODB etc.

Although the invention has been described in detail in the foregoing for the purpose of illustration, it is to be understood that such detail is solely for that purpose and that variations can be made therein by those skilled in the art without departing from the spirit and scope of the invention except as it may be limited by the claims.

CLAIMS

1. A method for controlling a production process conducted with a production facility comprising

a) at least two incoming streams

b) at least one exit stream

and

c) at least one inner recycling stream

comprising adjusting at least one incoming stream amount by means of regulating controls to control the exit stream concentration and/or amount.

2. A method for controlling an isocyanate production process conducted in a production facility comprising

a) at least two incoming streams comprising:

(1) a phosgene stream comprising phosgene and

(2) a solvent stream comprising solvent.

b) at least one exit stream

and

c) at least one inner recycling stream

comprising adjusting the phosgene stream amount and/or the solvent stream amount by means of regulating controls to control the exit stream concentration and/or amount.

3. The method of Claim 2 in which the phosgene stream is fed to a solution unit, further comprising:

I. feeding an amine solution stream comprising a mixture of an amine and a solvent to a phosgene solution stream,

II. feeding the combined stream to a reactor,

- 18 -

III. reacting the amine in the combined stream with a molar excess of phosgene based on the amino groups present to form an isocyanate-containing product stream which is fed from the reactor to a separator,

IV. separating the product stream in the separator into

(i) at least one exit stream comprising the isocyanate

and

(ii) at least one resource stream comprising solvent,

V. feeding a stream comprising mainly phosgene and/or HCl and the solvent stream to the recycle stream of a recovery unit for recovering phosgene,

and

VI. feeding a recovery stream from the phosgene recovering unit to the solution unit.

4. The method of Claim 3 in which the solution unit, the reactor, the separator, the recovery unit and the isomer distillation unit are controlled mainly independently of each other.

5. The method of Claim 1 in which the amount of the solvent stream is adjusted prior to and/or faster than adjustment of the amount of the phosgene stream with the adjustment being based on the amount of the amine feed stream.

6. The method of Claim 1 in which the amount of the solvent feed stream is adjusted to a certain ratio determined by the phosgene solution concentration controller with the amount of phosgene in the recycle stream as well as the amount of produced phosgene; the amount of the produced phosgene and the recycled phosgene is calculated using variation in time and amount produced in phosgene generation and variation in time of the amount of the phosgene stream, variation in time of the amount and concentration of the mixture stream and the reaction kinetics of the reactor, respectively.

7. The method of Claim 1 in which the amount of phosgene in the recycle stream and the concentration of the solvent in the recycle stream are kept constant by means of regulatory controls for the temperature and pressure of the recycle stream.

8. The method of Claim 3 in which

(a) a first solution unit control comprises:

- 19 -

(i) a control of the solvent concentration in the solution unit on the basis of a change of the amount of the solvent feed stream

and

(ii) a control of the level of the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream

and

(b) a second solution unit control comprises

(i) a control of the solvent concentration in the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream

and

(ii) a control of the level of the solution unit depending on a change of the amount of the solvent feed stream,

in which the ratio on which solution unit control, the calculation of target changes of the solvent concentration and the target level is based depends on frequency of change of the amount of the solvent feed stream and/or of the change of the amount of the phosgene stream, and at a lower frequency, the ratio of the first solution unit control is higher.

9. The method of Claim 3 in which the amount of purged phosgene is controlled by the temperature of the recovery unit.

10. The method of Claim 3 in which the phosgene stream and the resource stream are adjusted after a first predetermined amount of purged phosgene is exceeded and until the amount of purged phosgene falls below a second predetermined amount of purged phosgene.

11. The method of Claim 2 in which a CO stream comprising mainly CO and a Cl₂ stream comprising mainly Cl₂ are fed to a phosgene production unit which provides the phosgene stream and the amount of the phosgene stream and/or the amount of the CO stream and/or the amount of the Cl₂ stream is controlled independently of the target amount of phosgene for the reactor.

12. The method of Claim 3 in which a level control is provided for at least a part unit of the recovery unit and/or of the reactor and/or of the separator, the level control comprises a standard level control and a disturbance level control, wherein the disturbance level control is more strongly amplified than the standard level control.

- 20 -

13. The method of Claim 12 in which the level control is based on the disturbance level control when a first predetermined upper limit of the level is exceeded and/or a first predetermined lower limit of the level is below target.

14. The method of Claim 12 in which the level control is based on the standard level control when a second predetermined upper limit of the level is below target and/or a second predetermined lower limit of the level is exceeded.

15. The method of Claim 3 in which the resource stream is fed to the solvent stream and/or to the mixture stream via a buffer tank.

16. The method of Claim 3 in which the amine is present in the amine solution stream in an amount of from 15 to 95% by weight, based on the combined weight of the solvent and the amine in this stream.

17. The method of Claim 3 in which the amine is present in the amine solution stream in an amount of from 15 to 85% by weight, based on the combined weight of the solvent and the amine in this stream.

18. The method of Claim 3 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount $\geq 15\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

19. The method of Claim 3 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount $\geq 20\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

20. The method of Claim 3 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount $\geq 30\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

21. The method of Claim 3 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≤ 10 .

22. The method of Claim 3 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≤ 8 .

23. The method of Claim 3 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≥ 2 and ≤ 7 .

- 21 -

24. A method for controlling an isocyanate production process in a production facility comprising:

a) at least two incoming streams comprising:

(1) a phosgene stream comprising phosgene and

(2) a solvent stream comprising a solvent,

b) at least one exit stream

and

c) at least one inner recycling stream, and

comprising:

I. feeding the phosgene stream to a solution unit,

II. feeding an amine solution stream comprising a mixture of an amine and a solvent to a phosgene solution stream,

III. feeding the phosgene solution stream from the solution unit to a reactor,

IV. reacting the amine solution stream with the phosgene solution stream to form an isocyanate-containing product stream which is fed from the reactor to a separator,

V. separating the product stream in the separator into

(i) at least one exit stream comprising the isocyanate

and

(ii) at least one resource stream comprising solvent,

VI. feeding a stream comprising mainly phosgene and/or HCl and the solvent stream to the recycle stream of a recovery unit for recovering phosgene,

and

VII. feeding a recovery stream from the phosgene recovering unit to the solution unit

in which

- 22 -

- A. the solution unit, the reactor, the separator the recovery unit and the isomer distillation unit are controlled mainly independently of each other,
- B. the amount of the solvent stream is adjusted prior and/or faster than adjustment of the amount of the phosgene stream which is changed based on the amount of the amine feed stream,
- C. the amount of the solvent feed stream is adjusted to a certain ratio determined by the phosgene solution concentration controller with the amount of phosgene in the recycle stream as well as the amount of produced phosgene; the amount of the produced phosgene and the recycled phosgene is calculated using variation in time and amount produced in phosgene generation and variation in time of the amount of the phosgene stream, variation in time of the amount and concentration of the mixture stream and the reaction kinetics of the reactor, respectively,
- D. the solution control is conducted by
- (a) a first solution unit control comprising:
- (i) a control of the solvent concentration in the solution unit on the basis of a change of the amount of the solvent feed stream
- and
- (ii) a control of the level of the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream
- and
- (b) a second solution unit control comprising
- (i) a control of the solvent concentration in the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream
- and
- (ii) a control of the level of the solution unit depending on a change of the amount of the solvent feed stream,
- and the ratio on which solution unit control, the calculation of target changes of the solvent concentration and the target level is based depends on frequency of change of the amount of the solvent feed stream and/or of the change of the amount of the phosgene stream, and at a lower frequency, the ratio of the first solution unit control is higher,

- 23 -

- E. amount of phosgene in the recycle stream and the concentration of the solvent in the recycle stream are kept constant by means of regulatory controls dealing with the temperature and pressure of the recycle stream,
- F. the amount of purged phosgene is controlled by the temperature of the recovery unit,
- G. the phosgene stream and the resource stream are adjusted after a first predetermined amount of purged phosgene is exceeded and until the amount of purged phosgene falls below a second predetermined amount of purged phosgene,
- H. a CO stream comprising mainly CO and a Cl₂ stream comprising mainly Cl₂ are fed to a phosgene production unit which provides the phosgene stream and the amount of the phosgene stream and/or the amount of the CO stream and/or the amount of the Cl₂ stream is controlled independently of the target amount of phosgene for the reactor,
- I. a level control is provided for at least a part unit of the recovery unit and/or of the reactor and/or of the separator, the level control comprises a standard level control and a disturbance level control, wherein the disturbance level control is more strongly amplified than the standard level control,
- J. the level control is based on the disturbance level control when a first predetermined upper limit of the level is exceeded and/or a first predetermined lower limit of the level is below target,
- K. the level control is based on the standard level control when a second predetermined upper limit of the level is below target and/or a second predetermined lower limit of the level is exceeded,
- L. the resource stream is fed to the solvent stream and/or to the mixture stream via a buffer tank,
- M. the amine is present in the mixture stream in an amount of from 15 to 40% by weight, based on total weight of the mixture stream.
25. The method of Claim 24 in which the amine is present in the amine solution stream in an amount of from 15 to 95% by weight, based on the combined weight of the solvent and the amine in this stream.
26. The method of Claim 24 in which the amine is present in the amine solution stream in an amount of from 15 to 85% by weight, based on the combined weight of the solvent and the amine in this stream.

- 24 -

27. The method of Claim 24 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount of from $\geq 15\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

28. The method of Claim 24 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount of from $\geq 20\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

29. The method of Claim 24 in which the phosgene is present in the phosgene solution stream in an amount of from $\geq 30\%$ by weight, based on the combined weight of the solvent and the phosgene in this stream.

30. The method of Claim 24 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≤ 10 .

31. The method of Claim 24 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≤ 8 .

32. The method of Claim 24 in which the weight ratio of solvent to amine in the combined stream is ≥ 2 and ≤ 7 .

33. An isocyanate production facility comprising:

a) at least two incoming streams comprising:

(1) a phosgene stream comprising phosgene and

(2) a solvent stream comprising solvent.

b) at least one exit stream,

c) at least one inner recycling stream,

and

d) regulating controls for adjusting the phosgene stream amount and/or the solvent stream amount to control the exit stream concentration and/or amount.

34. The isocyanate production facility of Claim 33 further comprising:

I. means for feeding the phosgene stream to a solution unit,

- 25 -

- II. means for feeding an amine solution stream comprising a mixture of an amine and a solvent to a phosgene solution stream,
 - III. means for feeding the phosgene solution stream from the solution unit to a reactor,
 - IV. a reactor for reacting the phosgene solution stream with the amine solution stream to form an isocyanate-containing product stream which is fed from the reactor to
 - V. a separator for separating the product stream in the separator into
 - (i) at least one exit stream comprising the isocyanate
 - and
 - (ii) at least one resource stream comprising solvent,
 - VI. means for feeding a stream comprising mainly phosgene and/or HCl and the solvent stream to the recycle stream of
 - VII. a recovery unit for recovering phosgene,
 - and
 - VIII. means for feeding a recovery stream from the phosgene recovering unit to the solution unit.
35. The facility of Claim 34 in which the solution unit, the reactor, the separator the recovery unit and the isomer distillation unit are controlled mainly independently of each other.
36. The facility of Claim 33 in which the amount of the solvent stream is adjusted prior and/or faster than adjustment of the amount of the phosgene stream.
37. The facility of Claim 33 in which the amount of the solvent stream is changed on the basis of the amount of the produced phosgene calculated by using variation in time and amount produced in phosgene generation.
38. The facility of Claim 33 in which
- (a) a first solution unit control comprises:
 - (i) a control of the solvent concentration in the solution unit on the basis of a change of the amount of the solvent feed stream

- 26 -

and

(ii) a control of the level of the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream

and

(b) a second solution unit control comprises

(i) a control of the solvent concentration in the solution unit dependent on a change of the amount of the phosgene stream

and

(ii) a control of the level of the solution unit depending on a change of the amount of the solvent feed stream,

in which the ratio on which solution unit control, the calculation of target changes of the solvent concentration and the target level is based depends on frequency of change of the amount of the solvent feed stream and/or of the change of the amount of the phosgene stream, and at a lower frequency, the ratio of the first solution unit control is higher.

39. The facility of Claim 33 in which the amount of purged phosgene is controlled by the temperature of the recovery unit.

40. The facility of Claim 33 in which the phosgene stream and the resource stream are adjusted after a first predetermined amount of purged phosgene is exceeded and until the amount of purged phosgene falls below a second predetermined amount of purged phosgene.

41. The facility of Claim 33 in which a CO stream comprising mainly CO and a Cl₂ stream comprising mainly Cl₂ are fed to a phosgene production unit which provides the phosgene stream and the amount of the phosgene stream and/or the amount of the CO stream and/or the amount of the Cl₂ stream is controlled independently of the target amount of phosgene for the reactor.

42. The facility of Claim 33 in which a level control is provided for at least a part unit of the recovery unit and/or of the reactor and/or of the separator, the level control comprises a standard level control and a disturbance level control, wherein the disturbance level control is more strongly amplified than the standard level control.

- 27 -

43. The facility of Claim 42 in which the level control is based on the disturbance level control when a first predetermined upper limit of the level is exceeded and/or a first predetermined lower limit of the level is below target.

44. The facility of Claim 33 in which the level control is based on the standard level control when a second predetermined upper limit of the level is below target and/or a second predetermined lower limit of the level is exceeded.

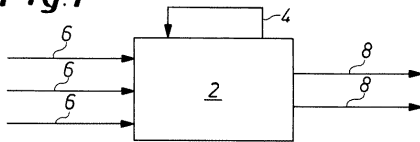
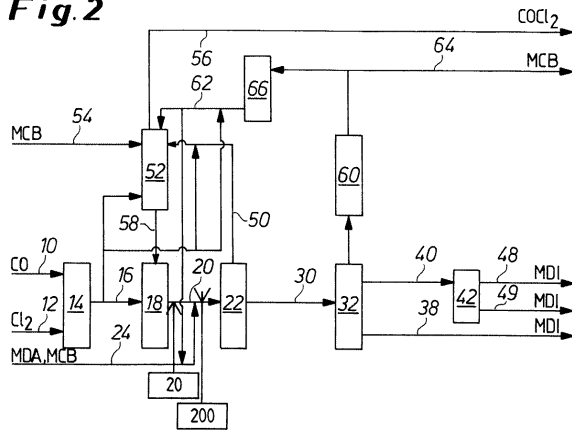
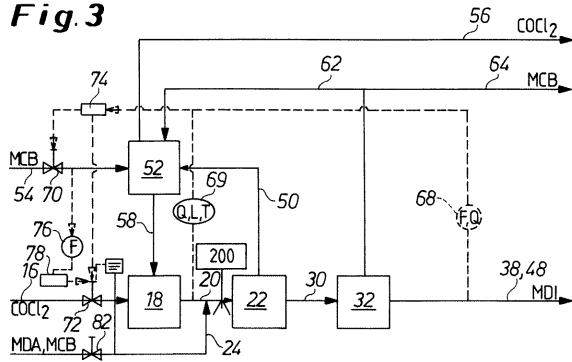
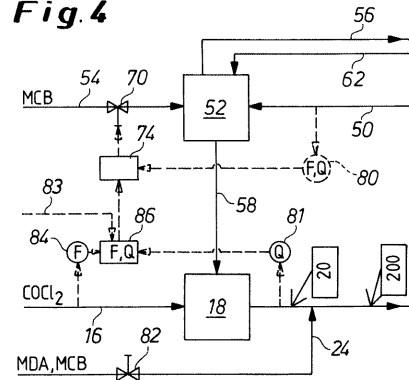
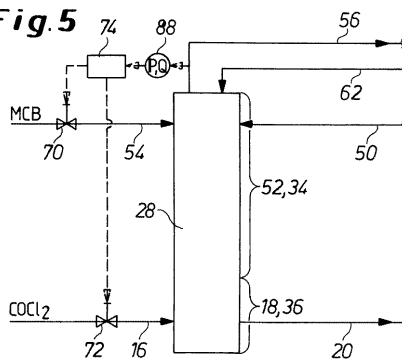
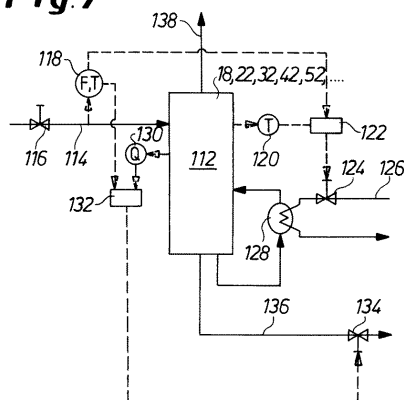
45. The facility of Claim 34 in which the resource stream is fed to the solvent stream and/or to the mixture stream via a buffer tank.

- 28 -

PROCESS FOR CONTROLLING A PRODUCTION PROCESS

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

A production process such as an isocyanate production process, conducted with a production facility having (a) at least two incoming streams, b) at least one exit stream and c) at least one inner recycling stream is controlled by adjusting at least one incoming stream amount by means of regulating controls to control the exit stream concentration and/or amount.

Fig.1**Fig.2****Fig.3****Fig.4****Fig.5****Fig.7****Fig.6**