



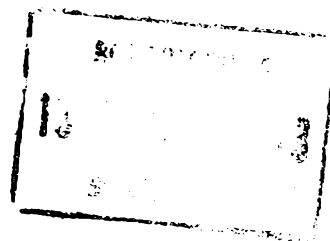
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1139737** **A**

4(51) C 08 F 136/08; G 05 D 27/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3663018/23-05

(22) 15.11.83

(46) 15.02.85. Бюл. № 6

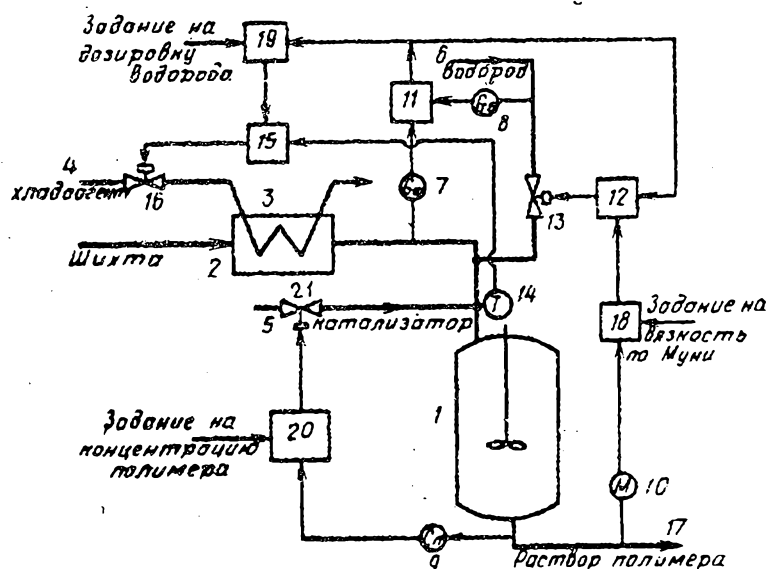
(72) И.М. Абрамзон, Ю.И. Борейко,
В.Э. Гурари, А.В. Зак, Л.М. Казако-
ва, В.А. Лавров, Х.В. Мустафин,
Б.А. Перлин, В.В. Солодкий, Ю.Н. Туй-
барсов, Е.А. Цыганов, Р.Т. Шияпов
и П.П. Шгаков

(53) 66.012-52(088.8)

(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 283575, кл. C 08 F 136/04, 1968.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 530034, кл. C 08 F 2/00, 1976
(прототип).

(54) (57) СПОСОБ РЕГУЛИРОВАНИЯ ПРО-
ЦЕССА ПОЛИМЕРИЗАЦИИ В ПРОИЗВОДСТВЕ
ИЗОПРЕНОВОГО КАУЧУКА путем стабили-
зации концентрации полимера измене-
нием расхода катализатора и стабили-
зации вязкости по Муни полимера из-
менением расхода водорода в реакцион-
ную смесь и температуры исходной ре-
акционной смеси, о т л и ч а ю -
щ и й с я тем, что, с целью повыше-
ния точности стабилизации вязкости
по Муни полимера, измеряют расход
исходной реакционной смеси, опреде-
ляют дозировку водорода на эту реак-
ционную смесь и при отклонении ее
от заданного значения изменяют тем-
пературу исходной реакционной смеси.



(19) **SU** (11) **1139737** **A**

Изобретение относится к автоматизации процессов полимеризации и может быть использовано в производстве синтетического изопренового каучука, в нефтехимической промышленности.

Известен способ регулирования процесса полимеризации сопряженных диенов путем стабилизации средней молекулярной массы (вязкости по Муни) полимера воздействием на температурный режим полимеризационного реактора изменением расхода хладагента или температуры исходной реакционной смеси (шихты) [1].

Недостатком данного способа являются ограниченные возможности по стабилизации однородности каучука.

Это объясняется тем, что при существующей технологии получения изопренового каучука изменение расхода хладагента в охлаждающую рубашку реактора оказывается неэффективным ввиду низкого коэффициента теплопередачи через стенки реактора, на которые налипает термозонрирующая пленка полимера. Изменение температуры исходной реакционной смеси позволяет регулировать молекулярную массу (вязкость по Муни) полимера в широких пределах, однако этот канал регулирования характеризуется большим запаздыванием, обусловленным тепловой инерционностью холодильника и полимеризационного реактора, что приводит к ухудшению точности регулирования и ухудшению однородности каучука по вязкости по Муни.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и базовым объектом является способ регулирования процесса полимеризации в производстве изопренового каучука путем стабилизации концентрации полимера изменением расхода катализатора и стабилизации вязкости по Муни полимера изменением расхода водорода в реакционную смесь и температуры исходной реакционной смеси. При этом при изменении вязкости по Муни за верхний предел осуществляют воздействие на температуру исходной реакционной смеси, а при изменении вязкости по Муни на нижний заданный предел осуществляют воздействие на расход регулятора молекулярной массы [2].

При неиспользовании первого регулирующего воздействия - изменения тем-

пературы исходной реакционной смеси - недостатки данного способа совпадают с описанными для способа [1]. Использование же второго регулирующего воздействия - изменения расхода регулятора молекулярной массы (в случае полиизопрена - водорода) - позволяет регулировать среднюю молекулярную массу (вязкость по Муни) полимера в сравнительно узких пределах, что приводит к снижению точности стабилизации средней молекулярной массы (вязкости по Муни) полимера.

Однако этот способ характеризуется недостаточно высокой точностью стабилизации вязкости по Муни.

Цель изобретения - повышение точности стабилизации вязкости по Муни полимера.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу регулирования процесса полимеризации в производстве изопренового каучука путем стабилизации концентрации полимера изменением расхода катализатора и стабилизации вязкости по Муни полимера изменением расхода водорода в реакционную смесь и температуры исходной реакционной смеси измеряют расход исходной реакционной смеси, определяют дозировку водорода на эту реакционную смесь и при отклонении ее от заданного значения изменяют температуру исходной реакционной смеси.

Сущность предлагаемого способа состоит в том, что в динамике вязкость по Муни стабилизируется изменением расхода водорода, и поскольку этот канал регулирования является быстродействующим (изменение концентрации водорода в реакторе происходит очень быстро при изменении его расхода), то достигается высокая точность регулирования, а в статике регулирования вязкости по Муни осуществляется за счет изменения температуры шихты, что обеспечивает достаточно широкий диапазон регулирования. При этом каскадное построение системы регулирования обеспечивает поддержание дозировки водорода на относительно невысоком уровне, что исключает возможность образования в большом количестве олигомеров изопрена, что могло бы иметь место при больших дозировках водорода.

На чертеже изображена схема реализации предлагаемого способа регулирования.

Схема состоит из реактора 1 с мешалкой, трубопровода 2 подачи исходной реакционной смеси (шихты), холодильника 3, трубопроводов 4-6 для подачи жидкого пропана, комплексного катализатора типа Циглера-Натта и водорода соответственно, датчиков 7 и 8 расходов шихты и водорода, датчиков 9 и 10 концентрации и вязкости по Мунни полимера, блока 11 определения дозировки водорода (отношение расхода водорода к расходу шихты) регулятора 12 и клапана 13 расхода водорода, датчика 14 и регулятора 15 температуры шихты, клапана 16 расхода хладагента (пропана), трубопровода 17 выхода раствора полимера, регулятора 18 вязкости по Мунни полимера, регулятора 19 дозировки водорода, регулятора 20 концентрации полимера на выходе реактора, клапана 21 расхода комплексного катализатора.

Схема работает следующим образом.

В реактор 1 с мешалкой по трубопроводу 2 подается шихта - раствор изопрена в изопентане, которая предварительно охлаждается в холодильнике 3 жидким пропаном, подаваемым по трубопроводу 4. По трубопроводу 5 в шихту подается комплексный катализатор Циглера-Натта. По трубопроводу 6 в шихту подается также водород в заданном соотношении с расходом шихты (дозировка). При этом расход шихты измеряется датчиком 7, расход водорода - датчиком 8, с помощью блока 11 определяются дозировка водорода и выходной сигнал с блока 11 поступает на регулятор 12 расхода водорода, воздействующий на клапан 13, регулирующий расход водорода в реакционную смесь.

Температура шихты измеряется датчиком 14, сигнал от которого поступает на регулятор 15 температуры шихты, воздействующий на клапан 16, регулирующий давление хладагента (пропана) в холодильнике 3.

Полимер выходит из реактора 1 по трубопроводу 17, на котором установлен датчик 9 концентрации и датчик 10 вязкости по Мунни полимера. В качестве датчика вязкости по Мунни используется, например, двухкапиллярный вискозиметр постоянного рас-

хода. Сигнал от датчика 9 поступает на регулятор 20 концентрации полимера, воздействующий на клапан 21 расхода комплексного катализатора. Сигнал от датчика 10 поступает на регулятор 18 вязкости по Мунни, воздействующий на задание регулятора 12 расхода водорода. Сигнал от блока 11 определения дозировки водорода поступает также на регулятор 19 дозировки водорода, выходной сигнал которого подают на задание регулятору 15 температуры шихты.

При изменении, например при увеличении, расхода шихты по трубопроводу 2 от датчика 7 расхода шихты к блоку 11 поступает соответствующим сигналом. Измеренная величина дозировки водорода уменьшается и соответствующий сигнал поступает с блока 11 на регулятор 12. По команде от регулятора 12 изменяют положение клапана 13 на трубопроводе 6 подачи водорода до тех пор, пока расход водорода не станет равным заданному с регулятора 18.

При изменении расхода шихты в сторону уменьшения этот контур регулирования работает соответствующим образом.

Поскольку контур регулирования расхода водорода практически безынерционный, дозировка водорода восстанавливается до заданной при изменении расхода шихты очень быстро и ее кратковременное изменение не окажет влияния на контур регулирования температуры шихты. Задание на регулятор 12 поступает от регулятора 18 вязкости по Мунни полимера.

При изменении, например при увеличении, вязкости по Мунни полимера (вследствие перехода на новую партию катализатора) на выходе реактора 1 в трубопроводе 17 соответствующий сигнал от датчика 10 вязкости по Мунни поступает на регулятор 18 вязкости по Мунни. С выхода последнего подается сигнал на увеличение задания регулятора 12 расхода водорода, который изменяет положение клапана 13 до тех пор, пока расход водорода (измеренный датчиком 8) не будет соответствовать заданию на регуляторе 12 от регулятора 18. Сигнал об увеличении дозировки водорода с блока 11 подается также на регулятор 19, на выходе которого появится сигнал рассогласования текущего значения дозировки

водорода с заданным. Это приводит к увеличению задания регулятору 15 температуры шихты. Вследствие наличия рассогласования между сигналом датчика 14 температуры шихты и заданием на регуляторе 15 на выходе последнего появляется сигнал на увеличение температуры шихты, который изменяет положение клапана 16 на трубопроводе 4 так, чтобы уменьшить расход хладагента в холодильник 3. Контур регулирования температуры шихты прекращает работу, когда температура шихты соответствует заданию, поступающему с регулятора 19 дозировки водорода.

При возмущениях по скорости полимеризации, которые, в частности, могут быть вызваны теми же причинами, что и возмущения по вязкости по Муну, концентрация полимера стабилизируется на заданном уровне работой регулирующего контура: датчик 9, информация по концентрации полимера с которого подается на регулятор 20, и при наличии рассогласования между концентрацией полимера и заданием с выхода регулятора 20 поступает сигнал на клапан 21, регулирующий подачу катализатора по трубопроводу 5 в реактор 1.

Через некоторое время вследствие повышения температуры шихты уменьшается вязкость по Муну, уменьшается сигнал с датчика 10 вязкости по Муну и контур регулирования дозировки водорода срабатывает в той же последовательности, как описано выше, только в обратную сторону. Дозировка водорода, измеренная в блоке 11, уменьшается, т.е. вернется к прежнему значению, соответствующему заданию на регуляторе 19, на выходе которого исчезает сигнал рассогласования, поступающий на регулятор 15, и работа контура регулирования температуры шихты прекращается. Она зафиксирована на новом значении, обеспечивающем при наличии возмущения заданное значение вязкости по Муну и заданную величину дозировки водорода.

При уменьшении вязкости по Муну вся схема регулирования работает аналогично, но изменения происходят в обратную сторону.

Таким образом, воздействие по изменению дозировки водорода при изменении вязкости по Муну в данном спо-

собе является вспомогательным воздействием, а контур регулирования дозировки водорода - вспомогательным контуром, обеспечивающим более быструю компенсацию возмущений по вязкости по Муну полимера и более точное ее регулирование в динамике. Контур регулирования температуры шихты является основным регулирующим контуром. Его работа обеспечивает поддержание в статике заданного значения вязкости по Муну в широком диапазоне ее изменения и заданной величины дозировки водорода.

Пример 1. Регулирование процесса полимеризации в производстве полиизопренового каучука осуществляют по предлагаемому способу.

При этом процессе полимеризации осуществляют в реакторе 1 при 44°C , расход шихты (17%-ный раствор изопрена в изопентане), поступающий по трубопроводу 2, составляет 30 т/ч при температуре -2°C , которую поддерживают работой регулирующего контура: датчик 14, регулятор 15, клапан 16, холодильник 3. Дозировку водорода, подаваемого по трубопроводу 6, равную $0,1 \text{ м}^3/\text{т}$, регулируют с помощью контура: датчики 7 и 8, блок 11 регуляторы 12 и 19, клапан 13. На выходе реактора 1 получают раствор полиизопрена с концентрацией 9,7 мас.%, которую стабилизируют с помощью контура: датчик 9, регулятор 20, клапан 21. Вязкость по Муну полимера, измеряемая датчиком 10, составляет 80 ед. Муну.

На задание регулятора 19 подают постоянную величину, соответствующую заданной дозировке водорода $0,1 \text{ м}^3/\text{т}$. При увеличении вязкости по Муну полимера при переходе на новую партию катализатора до 82 ед. по регулирующему контуру: датчик 10, регулятор 18, регулятор 12, клапан 13, датчик 8, блок 11, увеличивают дозировку водорода от $0,35 \text{ м}^3/\text{т}$. Через 30 мин вязкость по Муну снижается до заданного значения 80 ед.

С увеличением дозировки водорода начинает работать контур изменения задания по температуре шихты: блок 11, регулятор 19, и контур регулирования температуры шихты: регулятор 15, клапан 16, холодильник 3, датчик 14, т.е. на выходе регулятора 19 появляется сигнал рассогласования, соот-

ветствующий возросшему значению дозировки водорода. Увеличивается задание на регуляторе 15, клапан 16 прикрывается, снижается расход хладагента в холодильнике 3 и возрастает температура шихты до $-0,5^{\circ}\text{C}$. Соответственно возрастает температура в реакторе до $45,5^{\circ}\text{C}$, вязкость по Муни дальше снижается, вследствие чего при работе регулирующего контура: датчик 10, регулятор 18, регулятор 12, клапан 13, датчик 8, блок 11, дозировка водорода снижается и возвращается к заданному уровню $0,1 \text{ нм}^3/\text{т}$. Работа всей схемы регулирования стабилизируется через 60 мин. При возмущении, приводящем к снижению вязкости по Муни на 2 ед, схема регулирования работает аналогичным образом, но в обратную сторону, при этом в результате температура шихты составляет $-3,5^{\circ}\text{C}$, температура в реакторе $42,5^{\circ}\text{C}$, дозировка водорода $0,1 \text{ нм}^3/\text{т}$, вязкость по Муни 80 ед.

При регулировании процесса полимеризации по предлагаемому способу в течение 8 ч на действующей промышленной установке получения изопренового каучука было сделано 16 анализов готового каучука на вязкость по Муни, при этом общий диапазон изменения этого показателя качества составил $80 \pm 3,1$ при среднеквадратичном отклонении 2,2 ед.

Пример 2 (контрольный). Регулирование процесса полимеризации в производстве изопренового каучука осуществляют по способу-прототипу. При этом процесс полимеризации осуществляют при аналогичном в примере технологическом оформлении и в аналогичном рабочем режиме. Вязкость по Муни также поддерживают на уровне 80 ед.

При увеличении вязкости по Муни вследствие перехода на новую партию

катализатора до 82 ед. начинает работать контур регулирования вязкости по Муни изменением температуры шихты. Температуру шихты повышают от -2 до $-0,5^{\circ}\text{C}$ и через 50 мин вязкость по Муни возвращается к номинальному значению, т.е. переходный процесс продолжается существенно дольше, чем в предлагаемом способе.

При последующем возмущении по вязкости по Муни в сторону уменьшения на 2 ед, что может быть связано с появлением примесей, начинает работать контур регулирования вязкости по Муни водородом. Его расход снижают до нуля, при этом вязкость по Муни вырастет на 1,5 ед. от 78 до 79,5, т.е. не достигает номинального заданного значения.

При управлении процессом полимеризации в производстве изопренового каучука по способу-прототипу разброс вязкости по Муни готового каучука от номинального значения в течение 8 ч по 16 анализам составляет $\pm 3,8$ ед. при среднеквадратичном отклонении 3,4 ед.

Таким образом, из приведенных 30 примеров видно, что в предлагаемом способе по сравнению с известным благодаря изменению температуры исходной реакционной смеси, в зависимости от отклонения дозировки водорода от заданного значения повышается точность стабилизации вязкости по Муни полимера.

Экономический эффект от использования изобретения по сравнению с базовым объектом, используемым в отечественной промышленности, достигается за счет повышения однородности партий каучука и улучшения условий его переработки, т.е. повышения эффективности производства резиновых технических изделий и их качества.

Составитель В. Шувалов

Редактор Н. Киштулинец Техред М.Надь

Корректор А. Ильин

Заказ 221/19

Тираж 475

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4