



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 39b⁴,3/04

Zgłoszono: 21.IV.1966 (P 114 154)

MKP C08f 3/04

Pierwszeństwo: 06.V.1965 Francja

Opublikowano: 15. IX. 1973

Współtwórcy wynalazku: Alfred Servasier, Bernard Louvel, Jean Paul Ferre

Właściciel patentu: Société Nationale des Pétroles d'Aquitaine, Paryż (Francja)

**Sposób samoczynnego sterowania procesu polimeryzacji etylenu
oraz układ do stosowania tego sposobu**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób samoczynnego sterowania procesu polimeryzacji etylenu prowadzonego pod ciśnieniem w obecności katalizatorów w reaktorze rurowym, wyposażonym w zawór rozprężny oraz układ do stosowania tego sposobu.

Z opisów patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2396791 i 2449489 wiadomo, że polimeryzację etylenu prowadzącą do polietylenu, prowadzi się w temperaturze umiarkowanej pod wysokim ciśnieniem w obecności katalizatora, takiego jak na przykład tlen, nadtlenki i związki azowe, w stężeniu rzędu od 5 do 2000 części na milion (p.p.m.). Reaktor do polimeryzacji stanowi ogólnie rurę, u wylotu której znajduje się zawór rozprężny połączony z separatorem wysoko ciśnieniowym. Produkt polimeryzacji odprowadzany jest z reaktora za pośrednictwem zaworu rozprężnego i spływa w stanie stopionym do separatora, skąd można go odprowadzać za pomocą odpowiednich zaworów spustowych.

Jakość otrzymanego polietylenu od różnych parametrów prowadzenia reakcji polimeryzacji, a zwłaszcza ciśnienie, temperatury, czasu przebywania w reaktorze i ilości katalizatora.

Warunki produkcji przemysłowej wymagają regularności i równomierności wytwarzania w określonym czasie i dlatego szukano sposobu prowadzenia polimeryzacji warunkującego otrzymywanie produktów o jednolitej jakości przy optymalnych warunkach ekonomicznych.

2

I tak w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2852501 opisano sposób polimeryzacji etylenu pod wysokim ciśnieniem. W sposobie tym zawór rozprężny połączony z reaktorem rurowym otwiera się ręcznie lub automatycznie w ustalonych odstępach czasu, celem wytworzenia wewnątrz reaktora pulsacji ciśnienia, które umożliwia regularne opróżnianie reaktora, odprowadzając także mieszaninę reakcyjną w nienormalnych warunkach polimeryzacji, powstałych na skutek tworzenia się korków wewnątrz reaktora.

Sposób ten jest niezadawalający, ponieważ otwieranie zaworu rozprężnego dokonuje się bez uwzględniania warunków chwilowych (panujących w danej chwili), które kierują polimeryzacją, co powoduje, że otrzymuje się produkt o niejednolitej jakości i z niedostateczną wydajnością.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu samoczynnego sterowania procesem polimeryzacji etylenu prowadzonego pod ciśnieniem w obecności katalizatorów w rurowym reaktorze, wyposażonym w zawór rozprężny, którego otwieranie jest sterowane za pomocą wielkości będącej funkcją parametrów kierujących reakcją polimeryzacji, oraz układu do stosowania tego sposobu.

Według wynalazku sposób samoczynnego sterowania procesu polimeryzacji etylenu prowadzonego pod ciśnieniem w obecności katalizatorów w reaktorze rurowym wyposażonym w zawór rozprężny, za pomocą którego odprowadza się polimer,

a czas trwania polimeryzacji reguluje się przez otwieranie i zamykanie zaworu polega na tym, że zawór rozprężny otwiera się każdorazowo, gdy całka czasowa ciśnienia panującego w danej chwili u wylotu reaktora osiąga z góry ustaloną wartość.

Czas trwania otwarcia zaworu rozprężnego jest odwrotnie proporcjonalny do ciśnienia panującego u wylotu reaktora w momencie poprzedzającym bezpośrednie otwarcie tego zaworu.

Układ do stosowania sposobu według wynalazku zawiera czujnik ciśnieniowy do pomiaru ciśnienia panującego u wylotu reaktora, wytwarzający napięcie proporcjonalne do mierzonego ciśnienia, który jest połączony z głównym licznikiem cyfrowym poprzez przetwornik napięciowo-częstotliwościowy i bramkę „i” sterowaną obwodem logicznym, który również jest połączony z drugim wejściem głównego licznika i pamięcią licznika. Jedno wyjście głównego licznika jest połączone z pomocniczym licznikiem poprzez dekodery, przerzutnik i bramkę sterowaną multiwibratorem wielkiej częstotliwości. Drugie wyjście głównego licznika jest połączone z jednej strony z wejściami dwóch przerzutników, z których jeden powoduje odblokowanie bramki podczas okresów czasu oddzielających dwa ostatnie impulsy otrzymywane przez główny licznik, a drugi przerzutnik jest połączony z drugim wejściem pomocniczego licznika przez bramkę sterowaną multiwibratorem o małej częstotliwości, którą można regulować. Z drugiej strony to wyjście głównego licznika jest połączone z wejściem przerzutnika dołączonego również do wyjścia pomocniczego licznika, a wyjście tego przerzutnika sprzęgnięte jest z zaworem rozprężnym.

Układ według wynalazku zawiera czujnik ciśnieniowy umieszczony u wylotu reaktora, przetwornik napięciowo-częstotliwościowy umożliwiający przetwarzanie na wielkość cyfrową napięcia wytwarzanego na wyjściu czujnika ciśnieniowego, główny licznik cyfrowy otrzymujący impulsy z przetwornika przesyłane przez bramkę „i” sterowaną obwodem logicznym, pamięć licznika sprzęgniętą z głównym licznikiem w ten sposób, że impulsy przechowywane w pamięci można przysyłać do licznika głównego na początku cyklu pomiarowego umożliwiając również zmianę pojemności tego licznika, zespół składający się z dekodera i przerzutnika, do sterowania odblokowywaniem bramki podczas przedziałów czasowych oddzielających dwa ostatnie impulsy otrzymywane przez główny licznik, człon wyznaczający czas trwania otwarcia zaworu rozprężnego i zawierający pomocniczy licznik, do którego impulsy z multiwibratora o stałej, wielkiej częstotliwości są przesyłane przez bramkę i licznik ten odbiera odliczane potem impulsy, które są wysyłane przez multiwibrator o małej, dającej się nastawiać częstotliwości, przy czym powyższe odliczanie jest sterowane przez inną bramkę odblokowaną po przekroczeniu pojemności głównego licznika za pośrednictwem dołączonego przerzutnika i blokowaną impulsem zakończenia odliczania wysyłanym przez pomocniczy licznik oraz przerzutnik będący organem sterowniczym ustawiania pozycji zaworu rozprężnego i przerzutnik ten otrzymuje pierwszy impuls pobudzający po przekroczeniu po-

jemności głównego licznika wywołujący otwarcie zaworu rozprężnego i otrzymuje drugi impuls pobudzający wysyłany z pomocniczego licznika na końcu odliczania i to pobudzanie powoduje zamknięcie zaworu rozprężnego i skasowanie stanu układu przygotowujące do następującej potem kolejnej operacji.

W celu lepszego zrozumienia wynalazku opisano bardziej szczegółowo przykład jego wykonania z powołaniem się na rysunek, na którym fig. 1 przedstawia zespół urządzeń do wytwarzania polietyleny, fig. 2 — blokowy schemat układu sterowania do stosowania sposobu według wynalazku.

Na fig. 1 oznaczono odnośnikami 1 rurociąg doprowadzający etylen, który jest sprężany w pompach 3. Katalizator jest wtryskiwany rurociągiem 2. Na wejściu do znanego w zasadzie reaktora rurowego 4 jest umieszczony czujnik ciśnieniowy 5 połączony z układem elektronicznym 6, które steruje zaworem rozprężnym 7. Zawór ten umożliwia przekazywanie polietyleny do separatora 8, skąd jest on odprowadzany przez rurociąg 9.

Na fig. 2 oznaczono odnośnikami 5 czujnik ciśnieniowy, który dostarcza sygnał analogowy do przetwornika analogowo-cyfrowego 10, który na przykład jest przetwornikiem napięciowo-częstotliwościowym, (taki jak opisano we francuskim opisie patentowym nr 1458095). Wytwarzane impulsy są doprowadzane do bramki 11, odblokowywanej za pomocą obwodu logicznego 15, który wykonuje tę czynność po skasowaniu głównego licznika 12 i po przekazaniu do tego licznika 12 zawartości pamięci licznikowej 14. Impulsy przepuszczane przez bramkę 11 są liczone w głównym liczniku 12 o określonej użytecznej pojemności, którą można zmieniać za pomocą modyfikowania pojemności pamięci licznikowej 14.

Główny licznik 12 zapełnia się, następnie przedostatni impuls ulega doszyfrowaniu w dekodrze 16 i sygnał wypadkowy doprowadza się do przerzutnika 17. Ostatni impuls podaje się jednocześnie na drugie wejście przerzutnika 17, na wejście przerzutnika 13 i na wejście przerzutnika 23 powodując zmianę ich stanu. Przerzutnik 17 steruje odblokowaniem bramki 18, która umożliwia multiwibratorowi 19 o stałej wielkiej częstotliwości przesyłanie impulsów zliczanych w pomocniczym liczniku 20. Przerzutnik 23 steruje odblokowaniem bramki 21, które umożliwia multiwibratorowi 22 o ręcznie nastawianej, małej częstotliwości przesyłanie do pomocniczego licznika 20 impulsów o przeciwnej biegunowości, gdzie są one odliczane od impulsów otrzymanych przez bramkę 18. Multiwibrator 19 o wielkiej częstotliwości zapełnia licznik 20 w przedziale czasowym pomiędzy przedostatnim i ostatnim impulsem, podczas gdy kasowanie za pomocą multiwibratora 22 trwa dłużej. Impuls zakończenia odliczania wysyłany przez pomocniczy licznik 20 jest jednocześnie podawany na drugie wejście przerzutnika 23 i na drugie wejście przerzutnika 13 i w ten sposób blokuje bramkę 21 i zamyka zawór rozprężny 7.

Działanie tego urządzenia jest następujące: Impulsy przychodzące z przetwornika analogowo-cyfrowego 10 są zliczane w głównym liczniku 12,

gdzie następuje ich sumowanie. Gdy licznik 12 jest już prawie zapełniony przedostatni impuls zmienia stan przerzutnika 17 i odblokowuje bramkę 18. Potem pomocniczy licznik 20 zapełnia się do określonej wartości. Ostatni impuls daje sygnał, który zmienia stan przerzutnika 13 i powoduje otwarcie rozprężnego zaworu 7. Sygnał ten blokuje bramkę 18 i odblokowuje bramkę 21. W ten sposób ustala się zawartość pomocniczego licznika 20 i rozpoczyna się odliczanie. Gdy to odliczanie skończy się do drugiego wejścia przerzutnika 13 jest przesyłany sygnał zakończenia zliczania, co daje w wyniku zamknięcie rozprężnego zaworu 7.

Czas trwania otwarcia rozprężnego zaworu 7 jest proporcjonalny do przedziału czasowego jaki upływa między dwoma ostatnimi impulsami i jest odwrotnie proporcjonalny do ciśnienia. Odstęp czasu pomiędzy dwoma otwarciami rozprężnego zaworu jest regulowany użyteczną pojemnością głównego licznika 12. W ten sposób w pewnym szczególnym zastosowaniu wynalazku można było stosować licznik o 14 elementach mający pojemność — 16 384 impulsów, który był częściowo zapełniany za pomocą pamięci 14 o pojemności 1384 impulsów. Użyteczna pojemność licznika głównego 12 wynosiła zatem 15 000 impulsów. Pracujący przy określonym ciśnieniu reaktor dostarcza określonej ilości impulsów na sekundę i na bar. Czas trwania cyklu otwarcia jest w ten sposób wyznaczony w funkcji ciśnienia, przy czym uwzględnia się w szczególności prędkość wzrastania ciśnienia i spadku ciśnienia. Dla orientacji można podać, że czas trwania przerwy między dwoma otwarciami, wyznaczany układem według wynalazku w szczególnym zastosowaniu, mógł zmieniać się w granicach od 20 do 40 sekund a czas trwania otwarcia zmieniał się w granicach od 0 do 10 sekund.

Opisany wyżej układ do samoczynnego sterowania jest w szczególności przydatny do reaktora polimeryzującego etylen pod dużym ciśnieniem, ale rozumie się samo przez się, że można go zastosować do każdego reaktora przeprowadzającego polimeryzację pod ciśnieniem i do każdego zespołu chemicznego albo i niechemicznego, w których trzeba utrzymywać stałą wartość całki czasowej ciśnienia i podporządkować ciśnieniu czas pracy jakiegoś elementu.

Wynikające ze sposobu według wynalazku zalety polegają na tym, że przy ustalaniu czasu polimeryzacji uwzględnia się stan mieszaniny podczas reakcji. Cykl roboczy ma przebieg następujący: w chwili następującej po zamknięciu zaworu rozprężnego ciśnienie jest niskie. Wskutek zamknięcia zaworu sprężarki, które stale zasilają reaktor, powodują zwiększenie tego ciśnienia według zależności, która uwzględnia ściśłość mieszaniny umieszczonej w reaktorze. Podczas wzrostu ciśnienia całkuje się wielkość ciśnienia i skoro tylko pole zawarte pod krzywą, która przedstawia ciśnienie w funkcji czasu, osiągnie zadaną wielkość, otwiera się zawór rozprężny. Następnie pozostaje on otwarty przez przeciąg czasu, który jest funkcją odwrotności ciśnienia panującego w chwili poprzedzającej otwarcie zaworu rozprężnego. Następnie zawór zamyka się i cykl roboczy rozpoczyna się ponownie.

Korzyść tego sposobu polega na tym, że czas upływający pomiędzy dwoma otwarciami zaworu rozprężnego jest regulowany w funkcji całki czasowej ciśnienia, które samo jest funkcją jakości produktów, a to w szczególności intensywności polimeryzacji etylenu.

Przykład. Do reaktora rurowego zaopatrzonego w zawór rozprężny oraz układ według wynalazku kontrolujący otwieranie i zamykanie tego zaworu, wtryskuje się etylen sprężony do 2000 barów i zawierający 150 części na milion tlenu. Temperaturę wewnątrz reaktora utrzymuje się na poziomie 230°C przez pośrednią wymianę ciepła.

Główny licznik układu kontrolnego jest licznikiem binarnym, zawierającym czternaście elementów odpowiadających pojemności całkowitej 16 384 impulsów. Pojemność licznika jest ograniczona do 15 000 impulsów na początku każdego cyklu operacyjnego przez przeniesienie z tego licznika 1384 impulsów do licznika pamięciowego. Skuteczna pojemność licznika głównego, zawierająca 15 000 impulsów odpowiada czasowi napełniania wynoszącemu 30 sekund dla równomiernego ciśnienia w reaktorze wynoszącego 2000 barów, a czas otwarcia zaworu, odwrotnie proporcjonalny do wartości ciśnienia w reaktorze w momencie poprzedzającym jego otwarcie, wynosi 1 sekundę dla ciśnienia 2000 barów.

Po kilkugodzinnym okresie trwania reakcji stwierdzono, że czas pomiędzy dwoma otwarciami zaworu rozprężnego leży w granicach 26—31 sekund, a czas trwania otwarcia zaworu wynosi 0,8—0,95 sekundy.

Średni czas pobytu mieszaniny reakcyjnej w reaktorze wynosi 15 minut.

W wyniku reakcji otrzymuje się polietylen dobrej jakości, o charakterystykach stałych w czasie.

Zastrzeżenia patentowe

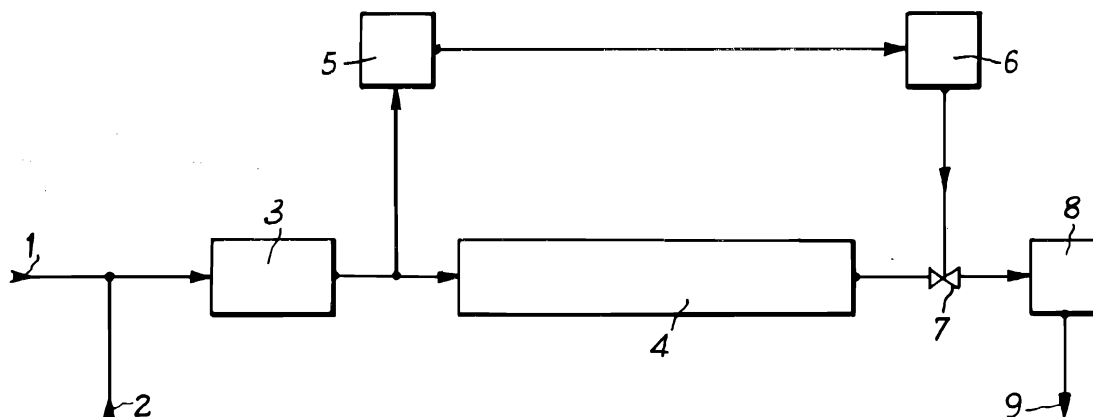
1. Sposób samoczynnego sterowania procesu polimeryzacji etylenu prowadzonego pod ciśnieniem w obecności katalizatorów w reaktorze rurowym wyposażonym w zawór rozprężny, za pomocą którego odprowadza się polimer, przy czym czas trwania polimeryzacji reguluje się przez otwieranie i zamykanie zaworu rozprężnego, **znamienny tym**, że zawór rozprężny otwiera się każdorazowo, gdy całka czasowa ciśnienia panującego w danej chwili u wylotu reaktora osiąga z góry ustaloną wartość, a czas trwania otwarcia zaworu rozprężnego jest odwrotnie proporcjonalny do ciśnienia panującego u wlotu reaktora w momencie poprzedzającym bezpośrednie otwarcie tego zaworu.

2. Układ do stosowania sposobu według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawiera czujnik ciśnieniowy (5) wytwarzający napięcie proporcjonalne do mierzonego ciśnienia, połączony z głównym licznikiem cyfrowym (12) poprzez przetwornik napięciowo-częstotliwościowy (10) i bramkę „i” (11) sterowaną obwodem logicznym (15), który jest połączony również z drugim wejściem głównego licznika (12) i pamięcią (14) licznika (12), którego jedno wyjście jest połączone z pomocniczym licznikiem (20) poprzez dekodery (16), przerzutnik (17) i bramkę (18) sterowaną multiwibratorem (19), a drugie wyjście głów-

nego licznika (12) jest połączone z jednej strony z wejściami przerzutnika (17) i przerzutnika (23) połączonego z drugim wejściem pomocniczego licznika (20) poprzez bramkę (21) sterowaną multiwi-

bratorem (22), a z drugiej strony z wejściem przerzutnika (13) połączonego również z wyjściem pomocniczego licznika (20), a wyjście przerzutnika (13) jest dołączone do zaworu rozprężnego (7).

Fig:1



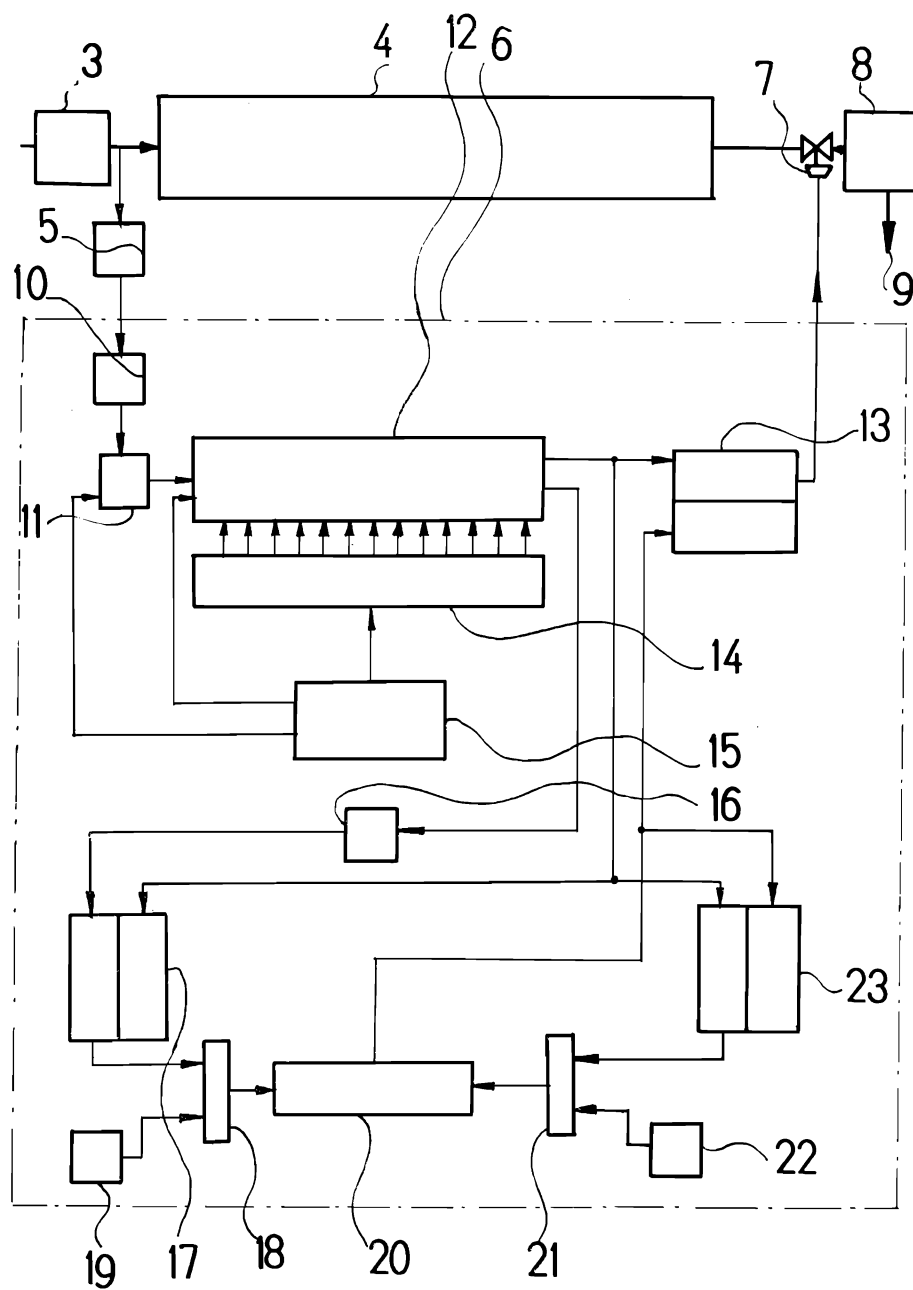


Fig. 2