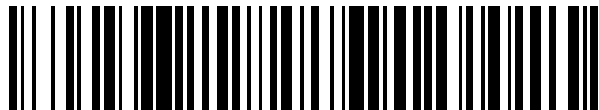


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 713 071**

51 Int. Cl.:

G01N 30/86 (2006.01)

G01N 30/88 (2006.01)

G05B 13/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.06.2015 PCT/US2015/035741**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.12.2015 WO15200019**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.06.2015 E 15732496 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.12.2018 EP 3161475**

54 Título: **Método para vigilar la fabricación de un producto químico y un cromatógrafo usado en ella**

30 Prioridad:

27.06.2014 US 201462018186 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

17.05.2019

73 Titular/es:

**UNION CARBIDE CHEMICALS & PLASTICS
TECHNOLOGY LLC (100.0%)
2020 Dow Center
Midland, US**

72 Inventor/es:

**DUESPOHL, DALE;
REIB, ROBERT y
PARRISH, JOHN**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 713 071 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para vigilar la fabricación de un producto químico y un cromatógrafo usado en ella

Antecedentes

5 La presente descripción se refiere en general a técnicas para fabricar productos tales como polímeros u otros productos químicos. Más específicamente, la presente descripción se refiere a técnicas para vigilar procesos y equipos químicos.

10 Los polímeros pueden ser fabricados sometiendo a ciertos productos químicos a un proceso de fabricación. Productos químicos, tales como etileno, hidrógeno, nitrógeno y comonomeros pueden ser purificados, hechos pasar por un reactor y combinados mediante un catalizador para formar una resina. La resina puede ser envasada después para formar un producto usado en productos tales como películas. En algunos casos, pueden ser incorporados aditivos en la resina para conseguir el producto deseado.

Hay técnicas concebidas para fabricar polímeros. Las patentes norteamericanas números 8032328, 6365681, 8354481 proporcionan ejemplos de varios aspectos de fabricación de polímeros.

15 El documento US 2010/0127860 se refiere a sistemas y métodos para evaluar el funcionamiento de una columna de cromatografía.

El documento 2006/049857 se refiere a un método para controlar un reactor de polimerización.

El documento WO 2010/039519 se refiere a sistemas y métodos para controlar una reacción de polimerización de poliolefina.

Compendio

20 De acuerdo con un primer aspecto la presente invención proporciona el método de la reivindicación 1. De acuerdo con un segundo aspecto la presente invención proporciona el método de la reivindicación 7. De acuerdo con un tercer aspecto la presente invención proporciona el método de la reivindicación 14.

25 De acuerdo con al menos un aspecto la descripción se refiere a un método para vigilar un cromatógrafo usado para controlar la fabricación de un producto químico. El método incluye muestrear una mezcla química de componentes químicos usados durante la fabricación para formar el producto químico, medir la composición de la muestra mediante un cromatógrafo y ajustar la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida, medir parámetros reales de la muestra mediante al menos un instrumento de medición, determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición medida y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado, y detectar un fallo del cromatógrafo por comparación de los parámetros esperados con los parámetros reales; siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.

30 De acuerdo con otro aspecto, la descripción se refiere a un método para vigilar la fabricación de un producto químico formado a partir de componentes químicos. El método incluye formar una mezcla química haciendo pasar los componentes químicos por un reactor, controlar la formación y vigilar el control. El control incluye recoger una muestra de la mezcla química durante la formación, determinar la composición de la muestra mediante un cromatógrafo durante la formación y ajustar el paso de al menos uno de los componentes químicos por el reactor a partir de la determinación. La vigilancia incluye medir parámetros reales de la muestra, determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición determinada y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado, comparar los parámetros esperados con los parámetros reales de la muestra y ajustar el control a partir de la comparación; siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.

35 Finalmente, de acuerdo con otro aspecto la descripción se refiere a un método para vigilar la fabricación de un producto químico. El método incluye formar una mezcla química haciendo pasar componentes químicos por un reactor, controlar la fabricación de un producto químico y detectar un fallo del cromatógrafo. El control incluye muestrear una mezcla química de componentes químicos usados durante la fabricación para formar el producto químico, medir la composición de la muestra mediante un cromatógrafo y ajustar la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida. La detección incluye medir parámetros reales de la muestra mediante al menos un instrumento de medición, determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición medida y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado, comparar los parámetros esperados con los parámetros reales y ajustar el control a partir de la detección; siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.

Breve descripción de los dibujos

50 Los dibujos muestran una forma cuyo carácter es ilustrativo, pero ha de entenderse que la presente descripción no está limitada por las disposiciones e instrumentos precisos mostrados.

La figura 1 es un diagrama esquemático que representa la fabricación de un producto químico y un monitor usado en ella;

la figura 2 es un diagrama esquemático que representa el reactor de la figura 1 con más detalle;

la figura 3 es un diagrama esquemático que representa el monitor de la figura 1 con más detalle;

la figura 4 es un diagrama esquemático que representa el purgador de la figura 1 con más detalle;

la figura 5 es un diagrama esquemático que representa el formador de pellets de la figura 1 con más detalle; y

- 5 la figura 6 es un diagrama de flujo que representa un método para vigilar la fabricación de un producto químico que incluye vigilar un cromatógrafo.

Descripción detallada

10 La descripción que sigue incluye aparatos, métodos, técnicas y/o secuencias de instrucciones ilustrativos que incorporan técnicas del asunto presente. Pero ha de entenderse que las realizaciones descritas pueden ponerse en práctica sin estos detalles específicos.

15 La presente descripción se refiere a la vigilancia de la fabricación de un producto químico (por ejemplo, un polímero) y/o la vigilancia de un cromatógrafo usado en ella. El proceso de fabricación puede incluir la reacción de componentes químicos tales como productos químicos (por ejemplo, etileno, nitrógeno, hidrógeno), un comonomero y un catalizador para formar una mezcla química. Durante la reacción puede ser tomada una muestra de la mezcla química para detectar su composición usando un cromatógrafo. El término cromatógrafo usado en esta memoria se refiere en general a todos los dispositivos capaces de medir la composición de una mezcla química, tales como un cromatógrafo de gas o un analizador de composición de gas.

20 A partir de esta vigilancia, el proceso de fabricación y/o la composición química pueden ser modificados, por ejemplo, por ajuste de los caudales de componentes químicos de entrada. Los parámetros reales de la muestra también pueden ser medidos y comparados con parámetros esperados determinados a partir de la composición detectada. La comparación puede ser usada para detectar un fallo del cromatógrafo. En casos en que el cromatógrafo sea usado para controlar la fabricación, el cromatógrafo puede ser ajustado cuando un fallo sea detectado o bien puede ser usado un control alternativo.

25 La figura 1 es un diagrama esquemático que representa la fabricación 100 de un producto químico, tal como un polímero, y la vigilancia de tal fabricación. En el ejemplo de la figura 1 componentes químicos específicos tales como gases (por ejemplo, etileno, nitrógeno, hidrógeno), comonomeros, catalizadores u aditivos, son representados como entradas usadas para formar el producto químico. La vigilancia usada en la figura 1 puede ser usada en la fabricación representada o en otros procesos químicos.

30 Como muestra la figura 1, la fabricación incluye purificación en un purificador 102, reacción mediante un reactor 104 y envasado mediante un envasador 106. La purificación incluye recibir diversos componentes químicos tales como etileno 108a, hidrógeno 108b, nitrógeno 108c y un comonomero 108d a través de entradas respectivas (por ejemplo, válvulas) 110a-d. Aunque se representan componentes químicos específicos pueden ser introducidos una pluralidad de componentes químicos para su purificación, tales como un agente de condensación (por ejemplo, isopentano). La purificación puede ser realizada usando uno o más purificadores convencionales 102, tales como un purificador de hidrógeno o una unidad de filtración para retirar contaminantes y/o elementos no deseados de los componentes químicos y/o para generar un componente químico purificado, denominado colectivamente mediante el número de referencia 112.

40 El reactor 104 recibe los componentes químicos purificados 112 del purificador 102 y un catalizador 114. Los componentes químicos purificados 112 y el catalizador 114 pueden ser proporcionados al reactor 104 por medio de controladores 116a,b. El reactor 104 puede ser, por ejemplo, un reactor de lecho fluidificado de fase de gas usado para hacer reaccionar moléculas de los componentes químicos 112 mientras genera una reacción química con el catalizador 114 para formar una mezcla química (por ejemplo, una resina) 118. Las patentes norteamericanas números 8742035 y 8354481 ofrecen ejemplos de reactores.

45 La mezcla química 118 es hecha pasar al envasador 106 para ser envasada y tratada para uso. El envasado 106 puede incluir, por ejemplo, dar a la mezcla química la forma y estructura de un producto usable. Como se muestra, el envasado puede incluir uno o más de los procesos que siguen: purgación en un purgador 120, manipulación granular en un manipulador 122, formación de pellets en un formador de pellets 124, mezcla de pellets en un mezclador 126, carga en un cargador 128. La purgación 120 puede incluir la limpieza de la mezcla química 118. Otros componentes químicos, tales como nitrógeno 130, pueden ser añadidos durante la purgación 120. La manipulación granular 122 puede incluir dar a la mezcla química forma de gránulos para su transporte y uso.

50 La formación de pellets 124 puede incluir dar a los gránulos forma de pellets. De manera opcional, durante la formación de pellets 124 pueden ser incorporados aditivos tales como aditivos secos 132a y/o aditivos líquidos 132b. La mezcla 126 de pellets puede incluir mezclar pellets y/u otros aditivos. El producto final puede ser cargado 128 después para su transporte. La carga 128 puede incluir envasar en recipientes, receptáculos de almacenamiento, transportadores u otros dispositivos para uso ulterior.

55

Como muestra también la figura 1, la fabricación 100 puede incluir también un monitor 134 y al menos un controlador 136. El controlador o los controladores 136 pueden formar parte del monitor 134 o estar separados de él. El monitor 134 está conectado operativamente con el reactor 104 para recibir una muestra 118' de la mezcla química 118. El monitor 134 es conectable operativamente con el controlador 136 para transmitir datos a este. El controlador 136 es conectable operativamente con diversas válvulas 110a-d y 116a-b para enviar señales de instrucción a dichas válvulas a partir de los datos recibidos del monitor 134. La comunicación con el controlador 136, con diversos componentes tales como las válvulas 110a-d, 116a-b, 138a-c, y con el monitor 134, se representa esquemáticamente mediante líneas de trazos.

Otras válvulas 138a,b,c pueden estar previstas en la fabricación 100 para permitir su control mediante el controlador 136. Se representan también inspectores 140a,b que proporcionan datos al controlador 136. Los inspectores 140a,b pueden ser, por ejemplo, sensores u otros dispositivos capaces de medir parámetros de producto del polímero fabricado en sus distintos formatos. A modo de ejemplo, puede preverse un inspector 140a para medir peso, tamaño, contenido u otros parámetros del polímero granulado generado durante la manipulación granular 122. Esta información puede ser transmitida al controlador 136 para su análisis y/o ajuste.

El controlador 136 mostrado es un ordenador con monitor 141a, unidad central de proceso (CPU) 141b, comunicador 141c, teclado 141d, ratón 141e y base de datos 141f. Como se muestra, el controlador 136 puede estar conectado operativamente con varias partes de la fabricación 100, comunicándose con ellas por medio del comunicador 141c. A modo de ejemplo, el comunicador 141c puede consistir en redes, cables, enlaces inalámbricos, transceptores u otro dispositivo de comunicación. Los datos recogidos pueden ser almacenados en la base de datos 141f y transmitidos a la CPU 141b para su tratamiento.

El controlador 136 puede ser usado para recibir y analizar datos, y enviar órdenes de control en respuesta a dichos datos. A modo de ejemplo, el controlador 136 puede trabajar con software preexistente capaz de activar los controles de las distintas válvulas 110a-d, 116a-b, 138a-c u otras partes del proceso a partir de datos de entrada. Entre los ejemplos de software usable para controlar un proceso de fabricación se incluyen APC+™, vendido por UNIVATION (www.univation.com), y Advanced Process Control de UNIPOL UNIPPAC™, vendido por W.R. GRACE & CO.™ (www.grace.com).

La figura 2 es un diagrama esquemático representativo de una reacción en el reactor 104 de la figura 1 y vigilancia mediante el monitor 134. Aunque la figura 2 muestra un ejemplo de un reactor 104, el monitor 134 puede ser usado con distintos reactores u otras partes de la fabricación 100. La solicitud de patente norteamericana nº 8742035 proporciona ejemplos de reactores y aparatos y métodos asociados.

Como muestra este diagrama, el reactor 104 incluye una unidad de reacción 242 y un circuito de flujo 244. El circuito de flujo 244 proporciona una trayectoria de fluido para el paso de los componentes químicos purificados 112 (componentes químicos purificados 108a-d) en la unidad de reacción 242. Los componentes químicos purificados 112 son recirculados en la unidad de reacción 242 mediante el circuito de flujo 244 y mezclados con el catalizador 114 para formar la mezcla química. La unidad de reacción 242 puede ser usada para crear una reacción en la mezcla química con el fin de formar una resina.

Un compresor de gas cíclico 246 y un refrigerador de gas cíclico 248 están previstos en el circuito de flujo 244. El compresor de gas 246 puede ser un compresor de gas convencional capaz de presurizar y/o calentar selectivamente los componentes químicos 112. El refrigerador de gas cíclico 248 puede ser un refrigerador convencional, tal como un intercambiador de calor con una bomba para hacer circular un fluido refrigerador en él.

El monitor 134 es conectable operativamente con el circuito de fluido 244 para la toma de muestras 118' de los componentes químicos 112 recirculados que han de formar la mezcla química 118. Como se muestra, el monitor 134 está acoplado cerca del compresor de gas cíclico 246 para extraer del circuito fluido 134 y devolver fluido al circuito de fluido 244 de manera selectiva, como se muestra mediante las flechas.

Como muestra también la figura 2, el monitor 134 puede estar acoplado con uno o más controladores internos y/o externos 136a,b para la realización de análisis y/o el envío de órdenes. En este ejemplo, el controlador interno 136a es usado para recoger mediciones y realizar análisis, y el controlador externo 136b está destinado a recibir datos y enviar órdenes de control a las válvulas 110a-d, destinadas a controlar el flujo de entrada de los productos químicos en el reactor 104. Este control puede ser usado, por ejemplo, para ajustar la composición de los componentes químicos recirculados 112 que forman la mezcla química 118.

El reactor 104 puede incluir también un depósito 252 para almacenar el catalizador 114, y un alimentador (o controlador) 116b de catalizador para dispersar el catalizador en la unidad de reacción 242 de manera selectiva. Una cámara 254 de producto y un soplante 256 de producto pueden estar previstos para recoger, almacenar y enfriar la mezcla química 118 producida por el reactor 104. Una válvula 258 puede estar destinada a liberar la mezcla química 118 en el envasador 106 de manera selectiva.

La figura 3 es un diagrama esquemático que representa otra vista de la fabricación 100 que muestra el monitor 134 con más detalle. El monitor 134 está conectado operativamente con el reactor 104 para recibir de este una muestra 118' de la mezcla química 118. El monitor 134 incluye un cromatógrafo 358, instrumentos de medición 360a-c, y

controladores 136a,b. El cromatógrafo 358 puede ser, por ejemplo, un cromatógrafo de gas convencional capaz de detectar la composición de un fluido. El cromatógrafo 358 está conectado operativamente con el reactor 104 para recibir de este la muestra 118' y determinar su composición.

5 Los instrumentos de medición 360a-c incluyen un indicador de presión, un medidor de densidad (o densitómetro), y un termómetro, respectivamente. Aunque se representan instrumentos de medición específicos, se apreciará que puede preverse un número indeterminado de sensores y/o instrumentos de medición cualesquiera capaces de medir parámetros de la muestra 118'. Datos del cromatógrafo 358 y de los instrumentos de medición 360a-c pueden ser transmitidos a los controladores 136a,b.

10 Los instrumentos 360a-c pueden ser instrumentos de medición convencionales de temperatura, presión o de otro tipo. A modo de ejemplo, el medidor de densidad 360b usado para medir la densidad de corriente de la muestra 118' puede ser un densitómetro de alta precisión (por ejemplo, un medidor de densidad por efecto Coriolis), un instrumento para medir densidades (por ejemplo, un densitómetro de cilindro vibrante, un densitómetro de horquilla vibrante, un medidor de densidad de radiación, un densitómetro ultrasónico, un caudalímetro de desplazamiento o un medidor de presión diferencial de columna de líquido), y/o un instrumento de muestreo de densidad (por ejemplo, un aparato de ensayos de cilindro de medición de peso o desplazamiento, tal como un hidrómetro).

15 El controlador 136a puede ser usado para recoger y analizar datos recibidos del cromatógrafo 358, de los instrumentos de medición 360a-c y de otras fuentes. Como muestra la figura 1 a modo de ejemplo, pueden alimentarse otras entradas al controlador 136a, tales como datos de inspección 140a,b para analizar aspectos de la fabricación 100 tales como producto, equipos y procesos. Por ejemplo, parámetros de fabricación tales como velocidad de gas, densidad de gas, caudal másico de gas cíclico, proporción de gas cíclico condensado en el refrigerador, temperatura, indicadores de fiabilidad del compresor de gas cíclico, indicadores de suciedad de equipos de tratamiento, pérdidas de materia prima por ventilación, etc., pueden también ser vigilados y/o inferidos.

20 El controlador 136a puede recoger, ordenar, analizar y o tratar de otro modo los datos para darles una forma usable. Pueden ser recogidos datos de fabricación para confirmar operaciones de fabricación, tales como la operación de reacción. Por ejemplo, las mediciones del cromatógrafo 358 pueden ser recogidas por el controlador 136a, y los datos pueden ser usados para controlar la fabricación 100. El cromatógrafo 358 puede ser, por ejemplo, un cromatógrafo de reactor de conexión directa 358 que pueda proporcionar lecturas para garantizar que las composiciones del reactor 104 se encuentran dentro de márgenes operativos predefinidos necesarios para fabricar productos dentro de los límites de especificación de producto, para calcular un régimen de fabricación preciso cuando el régimen de fabricación no pueda ser medido directamente, para determinar cambios de composición necesarios para controlar y maximizar el régimen de fabricación, para calcular parámetros operativos usados para garantizar que el reactor es hecho funcionar de manera eficaz y fiable, y/o para determinar flujos de gas de purgación necesarios en la sección de purgación de resina de la instalación. El cromatógrafo 358 puede ser usado para controlar la fabricación merced a la provisión de mediciones de composición a los controladores 136a,b usadas para activar selectivamente las válvulas 110a-d con el fin de ajustar el flujo de componentes químicos 110a-d, modificando así la composición de la mezcla química 118.

30 El monitor 134 también está provisto de instrumentos de medición 360a-c para vigilar el funcionamiento del cromatógrafo 358. El controlador 136a también puede realizar cálculos para determinar parámetros esperados de la mezcla química 118 basándose en las composiciones de la muestra 118' determinadas por el cromatógrafo 358 y los parámetros medidos generados por los instrumentos de medición 360a-c. De acuerdo con un ejemplo, datos medidos tales como densidad de densímetro 360b y composición detectada por el cromatógrafo 358 pueden ser combinados usando una ecuación de estado para calcular parámetros esperados, tales como densidad esperada de la mezcla química 118.

35 Una ecuación de estado es usada para calcular diversas propiedades termodinámicas de mezclas de vapor o líquido de múltiples componentes, tales como densidad molar, compresibilidad de gas ideal, entalpía molar y fugacidad. La ecuación de estado de Benedict-Webb-Rubin (BWR) que sigue es usada para calcular la densidad molar y los correspondientes factor de compresibilidad, entalpía molar y coeficientes de fugacidad de una mezcla de vapor o líquido de múltiples componentes:

$$P = RT\rho + \left(B_0 RT - A_0 - \frac{C_0}{T^2} \right) \rho^2 + (bRT - a)\rho^3 + a\alpha\rho^6 + \frac{c\rho^3}{T^2} (1 + \gamma\rho^2) e^{-\gamma\rho^2} \quad \text{Ecuación (1)}$$

50 siendo P presión absoluta, T temperatura absoluta, R constante de gases ideales y ρ densidad molar. B_0 , A_0 , C_0 , a , b , c , α , γ son constantes de la ecuación BWR relacionadas con la composición como sigue:

$$\chi_m = \left[\sum_j (y_j x_j^{1/r}) \right]^r \quad \text{Ecuación (2)}$$

siendo X_m un parámetro constante de la mezcla, x_j un parámetro constante del componente j en la ecuación BWR, y_j la fracción molar del componente j en la mezcla, y r el valor de exponente mostrado en la tabla siguiente:

Tabla 1 - valores de exponentes

| Constante | r | Constante | r |
|----------------|---|-----------|---|
| B ₀ | 1 | b | 3 |
| A ₀ | 2 | c | 3 |
| C ₀ | 2 | α | 3 |
| a | 3 | γ | 2 |

El parámetro constante C₀ de cada componente es función de la temperatura. La dependencia es expresada como función polinómica de la temperatura como sigue:

5 Para TLO_j ≤ T ≤ THI_j

$$c_{0j}^{1/2} = CZ_j + C1_j T + C2_j T^2 + C3_j T^3 + C4_j T^4 + C5_j T^5 \quad \text{Ecuación (3)}$$

Para T > THI_j

$$c_{0j}^{1/2} = CZ_j + C1_j THI_j + C2_j THI_j^2 + C3_j THI_j^3 + C4_j THI_j^4 + C5_j THI_j^5 \quad \text{Ecuación (4)}$$

Para T < TLO_j

$$c_{0j}^{1/2} = CZ_j + C1_j T + C2_j TLO_j (2T - TLO_j) + C3_j TLO_j^2 (3T - 2TLO_j) + C4_j TLO_j^3 (4T - 3TLO_j) + C5_j TLO_j^4 (5T - 4TLO_j) \quad \text{Ecuación (5)}$$

siendo CZ_j, C1_j,..., C5_j parámetros constantes del componente j, y TLO_j, THI_j límites de temperatura del componente j en la ecuación de C₀.

15 La expresión "ecuación de estado" usada en esta memoria se refiere a cualquier relación entre propiedades y composición de mezcla. Aunque la ecuación de estado BWR es descrita en lo que antecede como una relación ilustrativa que puede ser usada, se apreciará que pueden ser usadas otras ecuaciones de estado, tales como la de Redlich-Kwong. Pueden ser usados también otros métodos que relacionen mediciones de composición con una medición secundaria. Una relación diferente puede ser usada si está prevista una medición secundaria diferente, tal como capacidad calorífica o viscosidad. A modo de ejemplo, el método de Ely y Hanley para calcular la viscosidad de una mezcla de múltiples componentes puede ser usado si la medición de la viscosidad de un líquido está prevista.

Una vez determinados los parámetros esperados, tales como densidad, pueden ser comparados con mediciones reales hechas mediante instrumentos de medición 360a-c, tales como densidad real. La patente norteamericana número 8032328 ofrece ejemplos de técnicas para vigilar y comparar datos. Si la comparación muestra que los parámetros reales y esperados se encuentran dentro de un margen aceptable y/o predeterminado, la fabricación 100 puede ser validada. Si la comparación muestra una diferencia fuera de márgenes aceptables y/o predeterminados, el controlador 136b puede ser activado para ajustar la fabricación 100, por ejemplo, merced al ajuste de una o más válvulas 110a-c para cambiar la composición. Pueden ser consideradas también otras correcciones del proceso.

El controlador 136b puede estar provisto de software tal como APC+™ o UNIPOL UNIPPAC™ y/o lógica, y equipos asociados para ejecutar órdenes basadas en los datos analizados. El controlador 136b puede recibir datos en bruto y/o analizados del controlador 136a y/o de fuentes de datos tales como el cromatógrafo 358 y los instrumentos de medición 360a-c. El controlador 136b puede estar acoplado con varias partes de la fabricación 100 para ejecutar órdenes basadas en los datos y de acuerdo con lógica predeterminada. A modo de ejemplo, el controlador 136b puede estar acoplado con válvulas 110a-d para ajustar selectivamente su caudal basándose en datos medidos y/o analizados, controlando así la composición de los componentes químicos 110a-d y/o la resina 118 generada a partir de ellos. Las patentes norteamericanas números 8742035 y 8354481 proporcionan ejemplos de técnicas para controlar un reactor.

Las figuras 4 y 5 muestran ejemplos de partes del envasador 106 de la figura 1. La figura 4 muestra la purgación del purgador 120 con más detalle. Como muestra esta figura, el purgador 120 incluye un receptáculo 464 de purgación de producto, un tamiz 466, un depósito 468, un sistema de transporte 470 y una tolva 472. La mezcla química 118 del reactor 104 es conducida al receptáculo 464 de purgación de producto para su almacenamiento. Un componente químico 465, tal como nitrógeno, puede ser aplicado al receptáculo 464 de purgación de producto, y parte de la mezcla química 118 puede ser descargada mediante quema en antorcha 474. La mezcla química restante 118 puede ser tamizada mediante el tamiz 466.

La mezcla química tamizada 118 puede ser conducida al depósito intermedio 468. Al menos parte de la mezcla química tamizada 118 (por ejemplo, una parte de gas) puede pasar por el sistema de transporte 470 y ser recirculada de vuelta al depósito intermedio 468. El sistema de transporte 470 puede incluir diversos componentes de refrigeración, tales como el filtro 476a, la unidad refrigerante 476b, el soplante 476c y el posrefrigerador 476d. De manera selectiva, la mezcla química 118 almacenada puede ser conducida mediante la válvula 478 a la tolva de regulación 472. De manera selectiva, la tolva de regulación 472 puede hacer pasar la mezcla química 118 a otras partes del envasador 106, tales como el formador de pellets 124. Opcionalmente, como se muestra, la inspección 140a puede estar prevista cerca del purgador 120 para proporcionar datos u otras entradas al controlador 136a.

La figura 5 es un diagrama esquemático que representa el formador de pellets 124 con más detalle. La mezcla química purgada 118 se hace pasar del purgador 120 al formador de pellets 124 para su conversión en producto usable. Como se muestra, el formador de pellets 124 incluye un alimentador 480, un depósito de agua 482 y receptáculos de carga 484. El alimentador 480 incluye una tolva de alimentación 486a, una bomba de engranajes 486b, un conjunto de tamiz 486c y una unidad de pellets 486d para transferir y dar a la mezcla química 118 purgada forma de pellets 418. Para formar los pellets 418 son aplicados aditivos secos 132a y líquidos 132b en el alimentador 480.

Los pellets 418 se hacen circular por el depósito de agua 482 para su refrigeración mediante agua hecha circular merced a una bomba 488a y un refrigerador 488b. Hay previsto también un secador 488c para secar los pellets 418 antes de ser cargados en receptáculos 484. Los pellets 418 pueden ser sometidos a inspección 140b, transmitiéndose los datos al controlador 136a.

Detección de fallos y validación

En funcionamiento, el monitor 134 puede ser usado para vigilar la fabricación 100 del modo mostrado por las figuras 1 y 3. Componentes químicos, tales como gases reactantes purificados (por ejemplo, 108a,b) y catalizador (por ejemplo, 112), constituyen la alimentación del reactor 104 en el que un polímero ha de ser generado. La composición de gas reactante es medida usando el cromatógrafo 358. Pueden realizarse comprobaciones mediante el monitor 134 para validar la medición de la composición. Las mediciones de composición validadas pueden ser usadas como entradas de un controlador (por ejemplo, 136b) destinado a ajustar las alimentaciones del reactor (por ejemplo, entradas 110a-d, 116a,b) en función de las necesidades para mantener la composición deseada de gas reactante. En el reactor 104 puede ser puesto en práctica un proceso de polimerización continua (por ejemplo, la fabricación 100) por el que las propiedades del producto y el régimen de polimerización puedan ser controlados por ajuste de la composición de los componentes químicos (por ejemplo, gases reactantes) 110a,b mediante las válvulas 110a-d.

El monitor 134 puede ser usado para validar las mediciones hechas por el cromatógrafo 358. La validación puede ser llevada a la práctica merced a la realización de mediciones reales, tales como la densidad de corriente de proceso, para su comparación con las mediciones esperadas calculadas a partir de mediciones hechas por el cromatógrafo 358. La densidad de corriente u otros parámetros pueden medirse usando un instrumento (por ejemplo, instrumentos de medición 360a-c) previstos para tales parámetros. Las mediciones de composición del cromatógrafo 358 de la muestra 118', junto con mediciones reales tales como temperatura y presión de corriente de dicha muestra, pueden ser analizadas mediante el controlador 136a usando una ecuación de estado adecuada, tal como la ecuación BWR, para determinar parámetros esperados, tales como densidad de corriente.

La comparación del valor calculado de la densidad de corriente esperada con la lectura de densidad medida permite detectar un funcionamiento defectuoso del cromatógrafo 358. La densidad medida es comparada con la densidad esperada para determinar si la discrepancia entre los dos valores se encuentra dentro de límites predefinidos. Los resultados del análisis de comparación pueden ser usados también, por ejemplo, para activar alarmas, enviar mensajes apropiados y/o realizar acciones automáticas usando el controlador 136b.

Los límites son seleccionados usando métodos estadísticos. La comparación puede usar una diferencia absoluta o relativa entre densidad esperada y medida. La comparación también puede detectar errores potenciales, por ejemplo, merced a la verificación del límite de estos valores, la verificación del límite de la razón de estos valores, métodos de control de proceso estadístico establecidos, y/o una pluralidad de metodologías de detección de fallos que usan técnicas convencionales.

El uso de lecturas de medición de densidad proporciona medios para validar las lecturas del cromatógrafo 358, y ajustar por tanto el funcionamiento del monitor 134. Si la discrepancia entre densidad medida y calculada es pequeña o nula las mediciones de composición de gas son consideradas precisas y son usadas como entradas del controlador 136b, que mantiene la composición de gas reactante merced a la manipulación de las alimentaciones del reactor (por

ejemplo, 110a-d). Una diferencia entre densidad prevista y medida que supere un nivel predeterminado puede ser una indicación de un fallo detectado.

Si la comprobación indica que las mediciones de composición pueden ser erróneas (por ejemplo, una discrepancia fuera de límites especificados), pueden ser activadas acciones manuales y automáticas predeterminadas. Acciones manuales que pueden ser activadas incluyen diagnosticar problemas para determinar la causa del fallo, reemplazar filtros potencialmente obstruidos, recalibrar el cromatógrafo, comprobar el carácter funcional apropiado de otras lecturas de instrumentos (por ejemplo, presión, temperatura y densidad) y comprobar si otros problemas pudieran dar lugar a mediciones de composición erróneas. Las acciones manuales pueden incluir también procedimientos para hacer funcionar manualmente el reactor 104, eliminando así el uso de controles y cálculos de proceso avanzados basados en lecturas de cromatógrafo erróneas.

Pueden ponerse en práctica también acciones de control automáticas y generarse alarmas que activen intervenciones predeterminadas. Algunos ejemplos de intervención pueden incluir: prescindir del uso de lecturas de cromatógrafo causantes del fallo por motivos de control, o usar el último valor confirmado del cromatógrafo hasta que el fallo sea eliminado. Las operaciones automáticas pueden incluir también cambiar el modo del controlador de composición de gas a un estado de control de grado inferior destinado a mantener la composición cerca del objetivo durante un tiempo limitado, en ausencia de mediciones de composición fiables. En algunos casos la fabricación puede ser ajustada de manera que sean introducidas cantidades de componentes químicos (por ejemplo, mediante válvulas de control 110a,b) de acuerdo con un objetivo predeterminado, para que una composición predeterminada sea generada.

Si el fallo persiste, el uso del cromatógrafo para un control de nivel superior puede ser desactivado automáticamente ("supresión de control"). Tales controles de nivel superior pueden ser aplicaciones de control de proceso avanzadas que controlan el régimen de fabricación de reactor y la calidad del producto de resina basándose en la composición medida. Cuando estos controles son suprimidos, las variables manipuladas subyacentes, tales como temperatura, presión y régimen de alimentación con materia prima del reactor, pueden ser dispuestas en modo operativo manual para evitar usar el cromatógrafo 358 como controlador.

El análisis (por ejemplo, comparación) realizado durante la vigilancia puede ser analizado ulteriormente usando otras técnicas de detección o análisis de fallos, tales como las que llevan consigo evaluar datos históricos y salidas previstas, filtrar desviaciones fuera de margen, métodos de modelización estocásticos que realizan un balance de material en el reactor (por ejemplo, en plantas de polietileno en fase de gas), eliminar valores altos y bajos de resultados de análisis, y/o detectar resultados de medición de analizador que caigan fuera de los límites superior e inferior. Ejemplos de detección de fallos que pueden ser usados con la presente vigilancia son proporcionados por el software de APC+™ o UNIPOL™ y la bibliografía relacionada; el documento de Qingsong Yan "Model-Based and Data Driven Fault Diagnosis Method with Applications to Process Monitoring", Case Western Reserve University, mayo de 2004; y las solicitudes de patente norteamericana números 20130069792, 7720641, 8121817, 7346469.

Aunque los métodos que proporciona esta memoria describen técnicas relacionadas con un proceso químico, tal como polimerización, se apreciará que pueden ser usados con otros procesos químicos. Además, aunque se describen las mediciones principales como mediciones de composición de un cromatógrafo y las mediciones secundarias como mediciones de densidad, tales mediciones principales pueden ser realizadas mediante otros dispositivos de detección de composición, y tales mediciones secundarias pueden ser realizadas usando instrumentos de medición o dispositivos capaces de medir diversos parámetros, tales como capacidad calorífica, conductividad térmica, conductividad eléctrica, propiedades ópticas, etc.

Ejemplo

Un proceso de polimerización de funcionamiento continuo realizado en un reactor de lecho fluidificado en fase de gas usó un catalizador a base de titanio para fabricar polietileno. Los monómeros polimerizados son etileno y 1-hexeno. El reactor se hizo funcionar a plena presión de reactor de aproximadamente 270 psig (18,62 bares) y una temperatura de lecho de reactor de aproximadamente 84°C. La composición de gas de reactor media aproximada era hidrógeno 0,3% mol, nitrógeno 71% mol, etileno 15% mol, etano 1,0% mol, metano 0,4% mol, isopentano 11,6% mol, 1-hexeno 0,5% mol, y otros hidrocarburos de varias clases 0,3% mol. La densidad de gas de muestra medida fue 0,0238 g/cm³ (1,488 libras/pie³) y la densidad esperada calculada usando la ecuación de estado de Benedict Webb Rubin fue 0,0232 g/cm³ (1,446 libras/pie³). El promedio de la razón entre estas dos densidades fue 0,972. Análisis estadísticos de la razón de densidad mostraron una razón esperada normalmente dentro del margen de entre 0,965 y 0,985.

En cierto momento, las mediciones de composición de isopentano, 1-hexeno y nitrógeno se desviaron de la media, cambiando a valores de isopentano 14,1% mol, 1-hexeno 0,7% mol y nitrógeno 68% mol, aproximadamente. La densidad de gas calculada usando estas mediciones fue 0,0240 g/cm³ (1,499 libras/pie³) y la densidad medida fue 0,0237 g/cm³ (1,478 libras/pie³). La razón entre los dos valores de densidad fue 1,025, fuera de los límites normales esperados.

El mantenimiento del analizador fue realizado y la composición de isopentano, 1-hexeno y nitrógeno volvió a acercarse a valores operativos medios. La densidad medida se mantuvo en 0,0237 g/cm³ (1,478 libras/pie³), pero la densidad calculada cambió a 0,0231 g/cm³ (1,442 libras/pie³). La razón de los dos valores de densidad fue entonces 0,976, un

valor dentro del margen normalmente esperado.

La figura 6 es un diagrama de flujo que representa un método 600 para vigilar un cromatógrafo usado para controlar la fabricación de un producto químico, tal como un polímero. El método incluye 690 - muestrear una mezcla química de componentes químicos usados durante la fabricación para formar el producto químico; 691 - medir la composición de la muestra mediante un cromatógrafo y ajustar la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida; 692 - medir parámetros reales de la muestra mediante al menos un instrumento de medición; 693 - determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición medida y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado; y 694 - detectar un fallo del cromatógrafo por comparación de los parámetros esperados con los parámetros reales.

- 5
 - 10
 - 15
- El método puede incluir también, cuando la diferencia entre los parámetros esperados y reales se encuentre dentro de un margen predeterminado, validar el cromatógrafo a partir de la comparación; o cuando la diferencia entre los parámetros esperados y reales se encuentre fuera de un margen predeterminado, ajustar selectivamente el cromatógrafo a partir de la comparación. El ajuste puede incluir cesar el ajuste de la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida por el cromatógrafo, ajustar la cantidad de los componentes químicos de acuerdo con un objetivo predeterminado, y/o recalibrar el cromatógrafo. El método puede ser realizado en cualquier orden y repetirse del modo deseado. Merced al método descrito puede ser fabricada una película.

REIVINDICACIONES

1. Un método para vigilar un cromatógrafo usado para controlar la fabricación de un producto químico, comprendiendo el método:
 - 5 muestrear una mezcla de componentes químicos usados durante la fabricación para formar el producto químico;
 - medir la composición de la muestra mediante un cromatógrafo y ajustar la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida;
 - medir parámetros reales de la muestra mediante al menos un instrumento de medición;
 - 10 determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición medida y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado, y
 - detectar un fallo del cromatógrafo por comparación de los parámetros esperados con los parámetros reales;
 - siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.
2. El método de la reivindicación 1, por el que tanto los parámetros esperados como los reales comprenden al menos densidad, capacidad calorífica, conductividad térmica, conductividad eléctrica o propiedades ópticas de la muestra.
- 15 3. El método de la reivindicación 1, que comprende también, cuando la diferencia entre los parámetros esperados y reales se encuentra dentro de un margen predeterminado, validar el cromatógrafo a partir de la comparación.
4. El método de la reivindicación 1, que comprende también, cuando la diferencia entre los parámetros esperados y reales se encuentra fuera de un margen predeterminado, ajustar selectivamente el cromatógrafo a partir de la comparación.
- 20 5. El método de la reivindicación 4, por el que ajustar selectivamente comprende cesar el ajuste de la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida por el cromatógrafo y ajustar la cantidad de los componentes químicos de acuerdo con un objetivo predeterminado.
6. El método de la reivindicación 1, por el que la fabricación comprende polimerización merced al uso de un reactor, y por el que la muestra es tomada de la mezcla química que pasa por el reactor.
- 25 7. Un método para vigilar la fabricación de un producto químico formado a partir de componentes químicos, comprendiendo el método:
 - formar una mezcla química haciendo pasar los componentes químicos por un reactor;
 - controlar la formación, comprendiendo el control:
 - recoger una muestra de la mezcla química durante la formación;
 - 30 determinar la composición de la muestra mediante un cromatógrafo durante la formación; y
 - ajustar el paso de al menos uno de los componentes químicos por el reactor a partir de la determinación;
 - y
 - vigilar el control; comprendiendo la vigilancia:
 - medir parámetros reales de la muestra;
 - 35 determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición determinada y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado;
 - comparar los parámetros esperados con los parámetros reales de la muestra; y
 - ajustar el control a partir de la comparación;
 - siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.
 - 40 8. El método de la reivindicación 7, que comprende también detectar un fallo del cromatógrafo a partir de la comparación.
 9. El método de la reivindicación 7, que comprende también purificar componentes químicos.
 10. El método de la reivindicación 7, que comprende también recircular la mezcla química en el reactor.

11. El método de la reivindicación 7, que comprende también envasar de la mezcla química, comprendiendo el envasado purgación, manipulación granular, formación de pellets, incorporación de aditivos, unión de pellets y carga.
12. El método de la reivindicación 7, por el que el ajuste comprende ajustar selectivamente la composición determinada merced al ajuste del caudal de dicho al menos uno de los componentes químicos y del catalizador.
- 5 13. El método de la reivindicación 7, que comprende también inspeccionar la mezcla química y por el que el ajuste del control se basa además en la inspección.
14. Un método para vigilar la fabricación de un producto químico, comprendiendo el método:
formar una mezcla química haciendo pasar componentes químicos por un reactor; y controlar la fabricación de un producto químico, comprendiendo el control:
- 10 muestrear una mezcla química de componentes químicos usados durante la fabricación para formar el producto químico;
 medir la composición de la mezcla mediante un cromatógrafo; y
 ajustar la cantidad de los componentes químicos a partir de la composición medida;
detectar un fallo del cromatógrafo, comprendiendo la detección:
- 15 medir parámetros reales de la muestra mediante al menos un instrumento de medición;
 determinar parámetros esperados de la muestra a partir de la composición medida y los parámetros reales medidos usando una ecuación de estado;
 comparar los parámetros esperados con los parámetros reales; y
ajustar el control a partir de la detección;
- 20 siendo la ecuación de estado la ecuación de Benedict-Webb-Rubin.

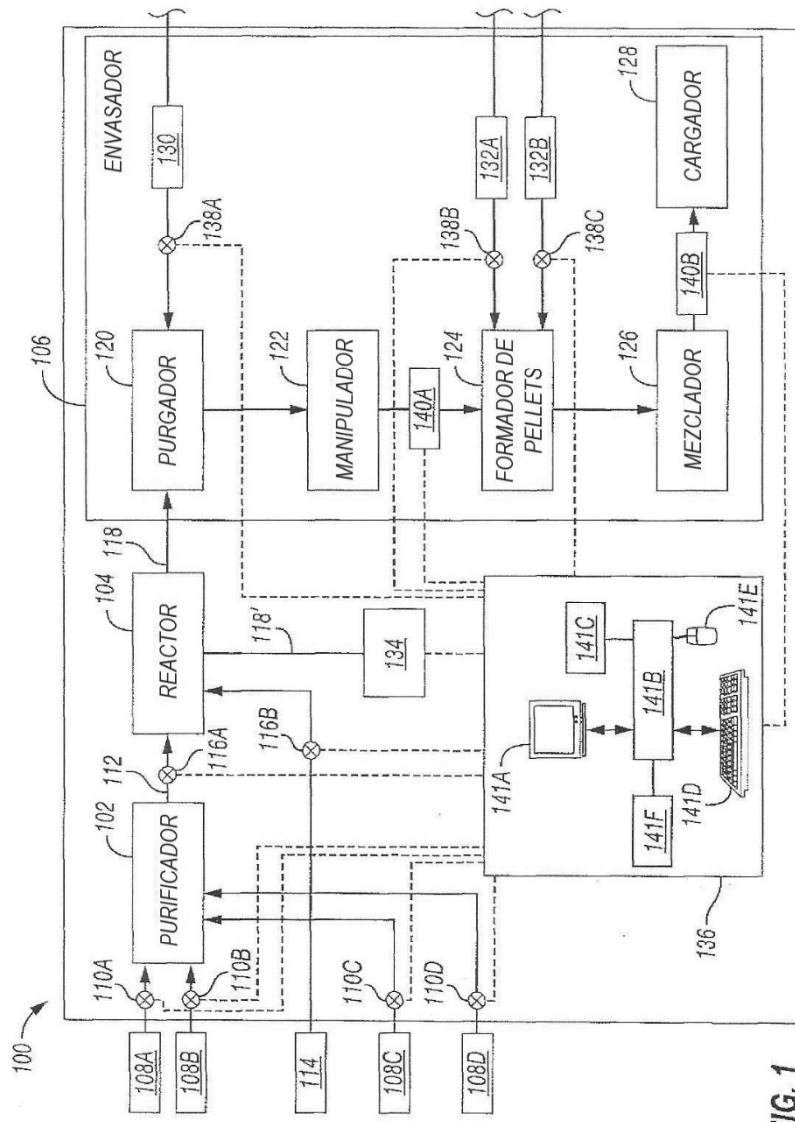


FIG. 1

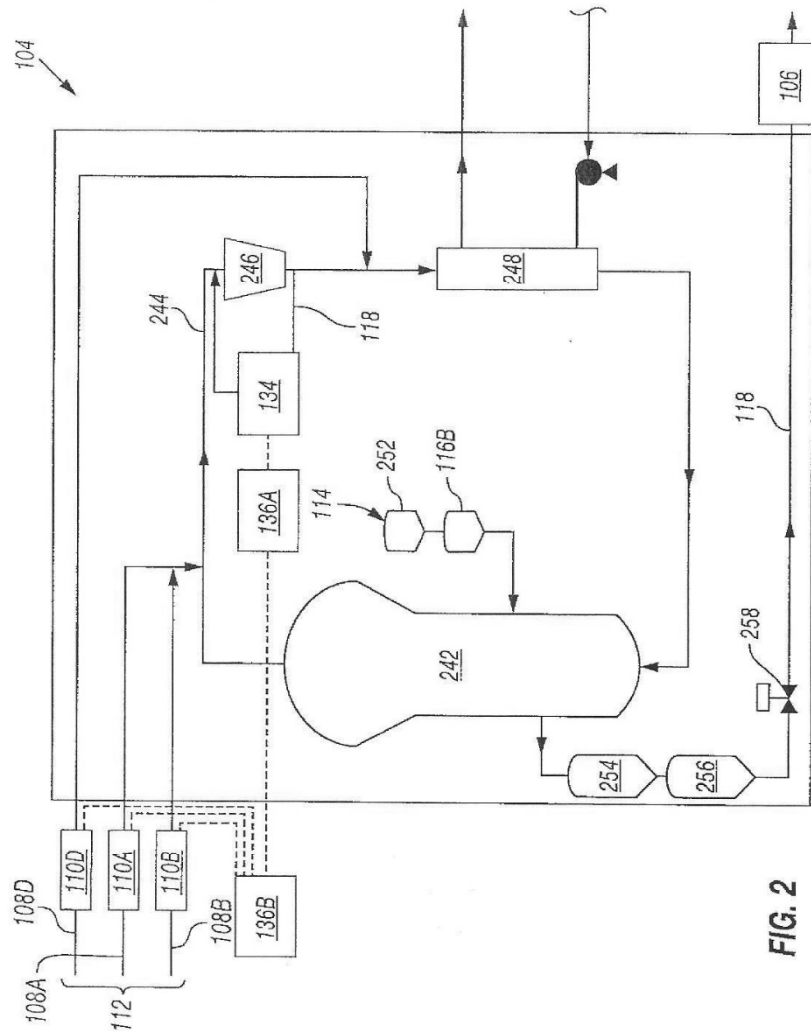


FIG. 2

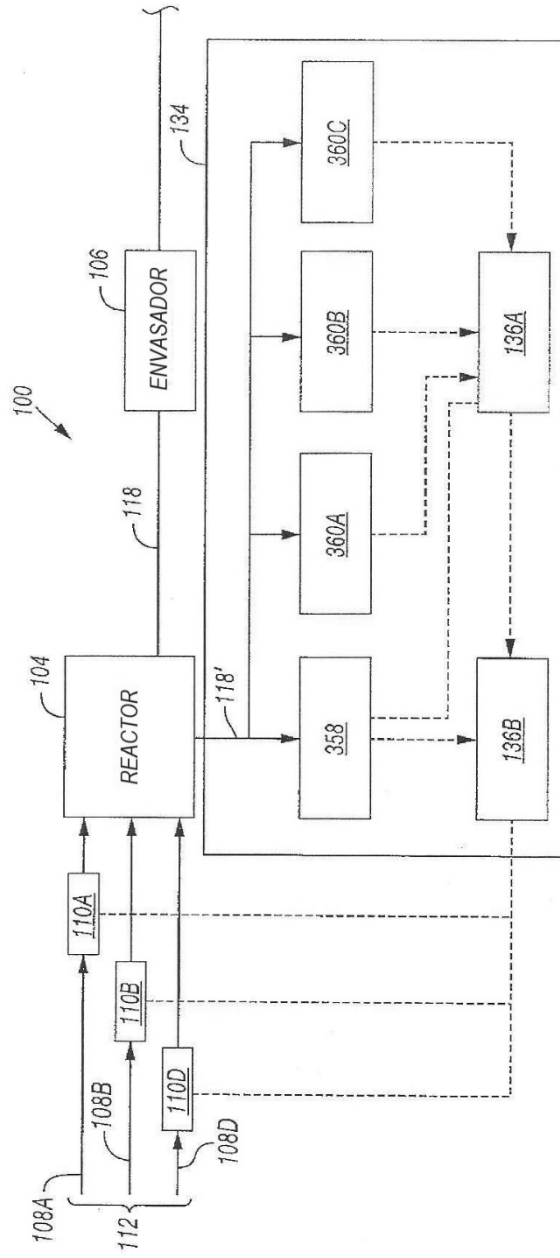


FIG. 3

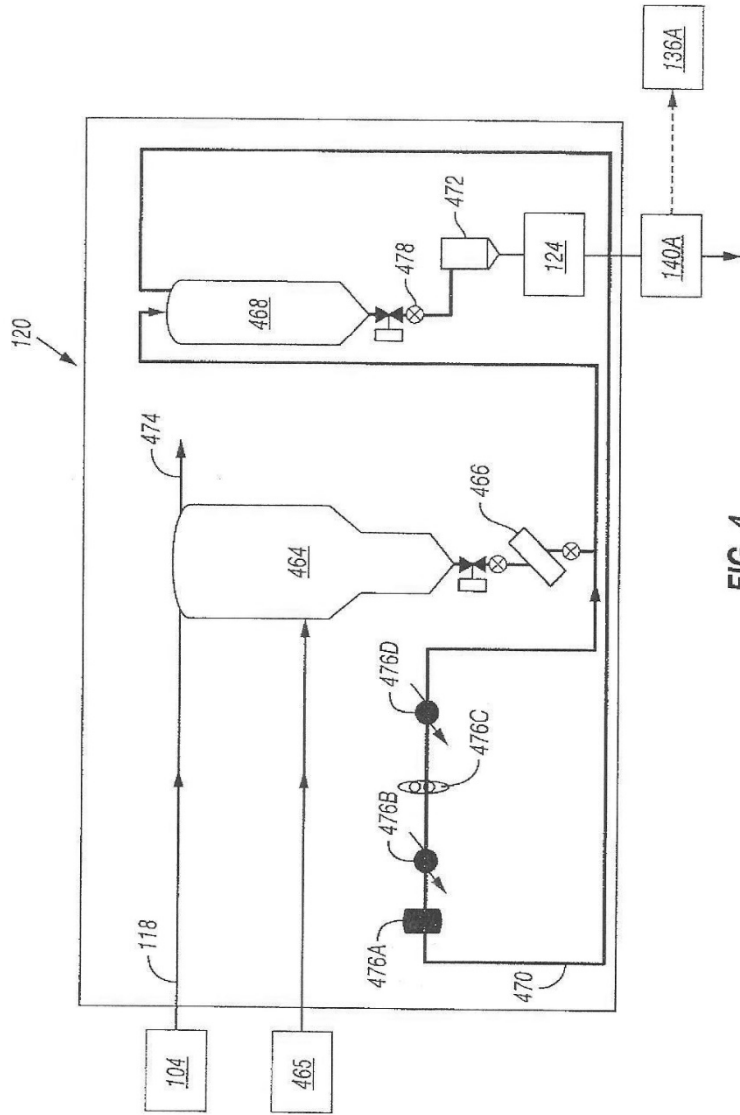


FIG. 4

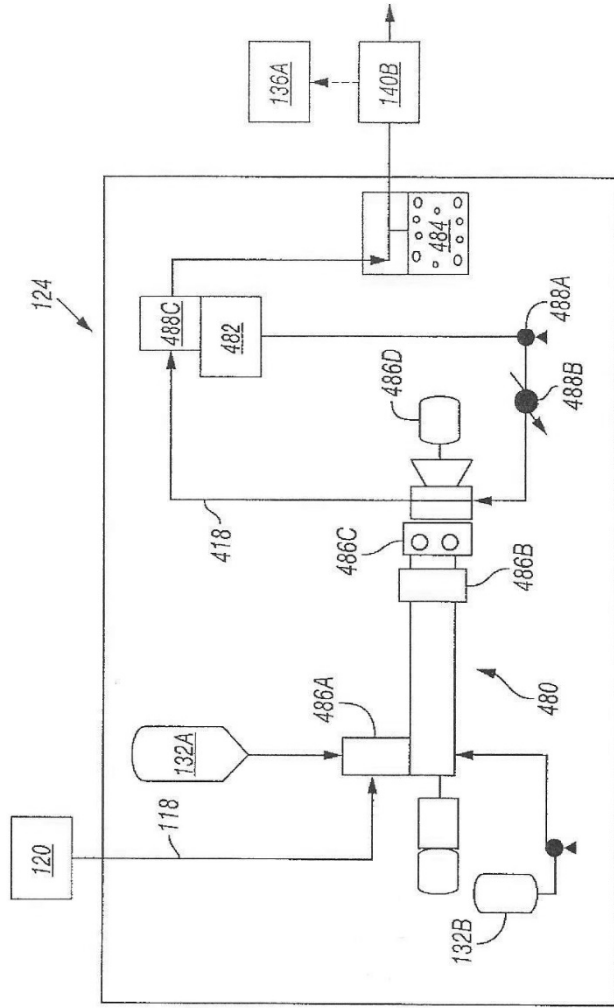


FIG. 5

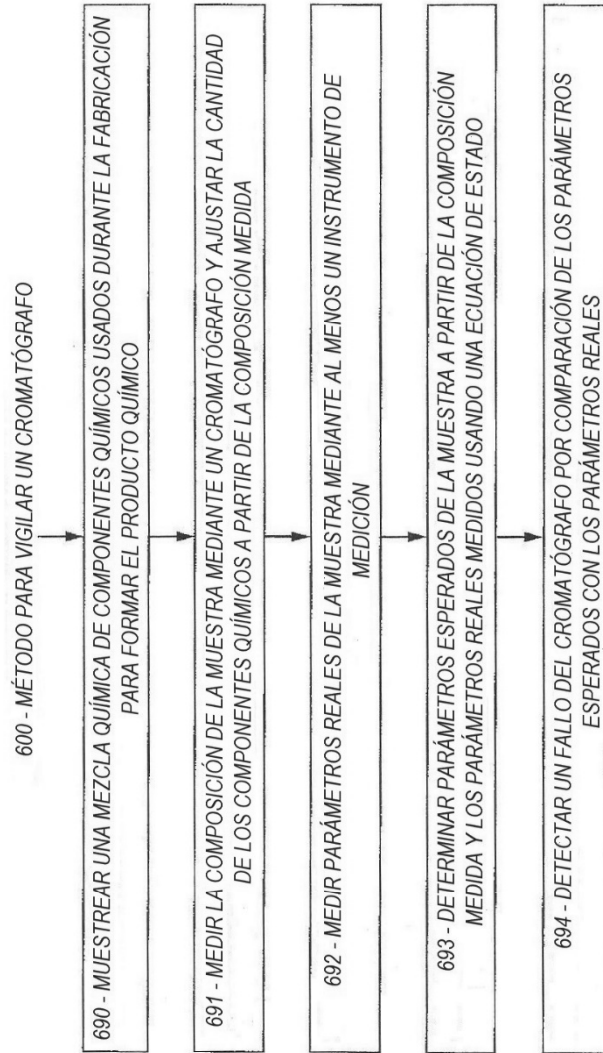


FIG. 6