

双层玻璃反应釜高精度真空压力 (正负压) 控制解决方案

Solution of High Precision Vacuum Pressure (Positive and Negative Pressure) Control for Double Layer Glass Reactor

摘要: 针对双层玻璃反应釜中存在的无法进行真空压力自动和准确控制等问题, 本文提出了完整和成熟的解决方案, 即采用卫生级电动调节阀和高精度双通道PID控制器, 结合不同量程的真空计, 与反应器、真空泵和正压气源构成闭环控制回路。通过上下游(进气和排气)同时控制的双向模式, 可实现真空度全量程和微正压的自动程序控制, 可达到很高的控制精度, 并可与上位机通讯实现中央控制。

1. 问题的提出

双层玻璃反应釜为双层玻璃设计, 内层放入反应溶媒可做搅拌反应, 夹层可通以不同的冷热源(冷冻液, 热水或热油)做循环加热或冷却反应。在设定恒温条件下的密闭玻璃反应器内, 可根据使用要求在真空至微正压条件下进行搅拌反应, 并能做反应溶液的回流与蒸馏, 是现代精细化工厂、生物制药和新材料合成的理想中试、生产设备。

双层玻璃反应釜与其他反应器一样, 真空压力是反应过程中的一个重要控制变量, 不同反应过程往往需要不同的真空度(负压)或压力(正压)值。但在目前绝大多数玻璃搅拌釜反应器中, 真空压力的准确控制还存在严重不足, 主要体现在以下几个方面:

(1) 无自动化控制手段, 很多还仅靠真空泵的抽取加人工干预, 仅能提高简单的真空环境但无法实现控制。

(2) 有些真空压力控制器还采用开关式进气控制方式, 真空压力波动非常大, 往往很多也无法实现程序控制。

(3) 控制方式单一, 无法进行全量程的(1Pa~0.1MPa)真空度控制, 只能在某一区间进行控制。另外, 绝大多数玻璃搅拌釜反应器都不具备微正压供给和控制能力。

(4) 许多反应器对抽气速率控制采用蝶阀或球阀控制, 对于较小尺寸的玻璃反应器而言, 蝶阀和球阀的响应速度太慢, 无法实现真空压力的准确控制, 特别是在温度变化的反应过程中这种现象尤为明显。

(5) 同样, 也有采用可调转速的真空泵来进行反应器的真空度控制, 但同样存在响应速度慢导致真空压力波动大的问题。另外, 仅调节抽气速率也只能控制接近一个大气压的低真空(高压)范围, 对较高真空(低压)区间的控制则无能为力。

(6) 很多反应器对接气(或接液)部件有严格要求, 要求卫生级(或食品级)阀门, 而目前大多数电动调节阀都无法满足这种特殊要求。

为解决双层玻璃反应釜存在的上述问题, 本文将提出完整和成熟的解决方案, 即采用卫生级电动调节阀和高精度双通道PID控制器, 结合不同量程的真空计, 与反应器、真空泵和正压气源构成闭环控制回路。通过上下游(进气和排气)同时控制的双向模式, 可实现真空度全量程和微正压的自动编程控制, 可达到很高的控制精度, 并可与上位机通讯实现中央控制。

2. 真空压力（正负压、高低气压）控制方法

一般我们以一个标准大气压（绝对压力为1Bar 或 750 Torr）为参考点，规定小于标准大气压为负压或真空环境，大于标准大气压为正压（压力）环境。那么，搅拌式反应器的气压工作环境的控制就是一个典型的真空压力（正负压或高低气压）控制问题。

正负压控制的典型方法是动态平衡法，其原理如图1所示。

动态平衡法的核心原理是被控压力容器内的进气和出气达到某种设定平衡。图1中的黑色箭头线代表气体流动方向，红色箭头线代表电信号的传递和方向。

其中高压气源作为正压源，真空泵进行抽气提供负压源，过程调节器采集传感器信号经过与设定值比较后同时调节进气和出气阀门的开度，使得进气和出气流量达到设定的平衡状态。

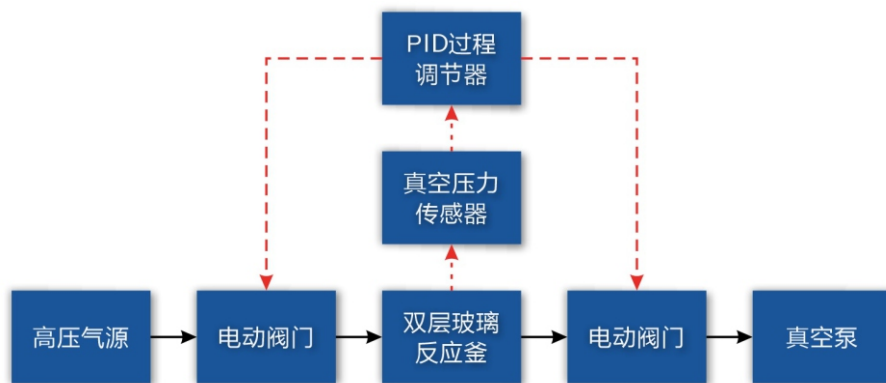


图1 真空压力动态平衡法控制原理框图

在真空压力控制中采用动态平衡法主要有两个优势：

- (1) 控制区间非常宽泛，可以实现从真空到正压全量程的连续控制。
- (2) 在全量程具有很高的控制精度。在高真空（低压）区间控制时，固定抽气阀开度，调节进气阀开度大小。在低真空或微正压区间控制时，固定进气阀开度，调节抽气阀开度。

3. 解决方案

依据上述真空压力动态平衡法控制原理，针对双层玻璃反应釜的真空压力控制，解决方案提出的控制装置结构如图2所示。

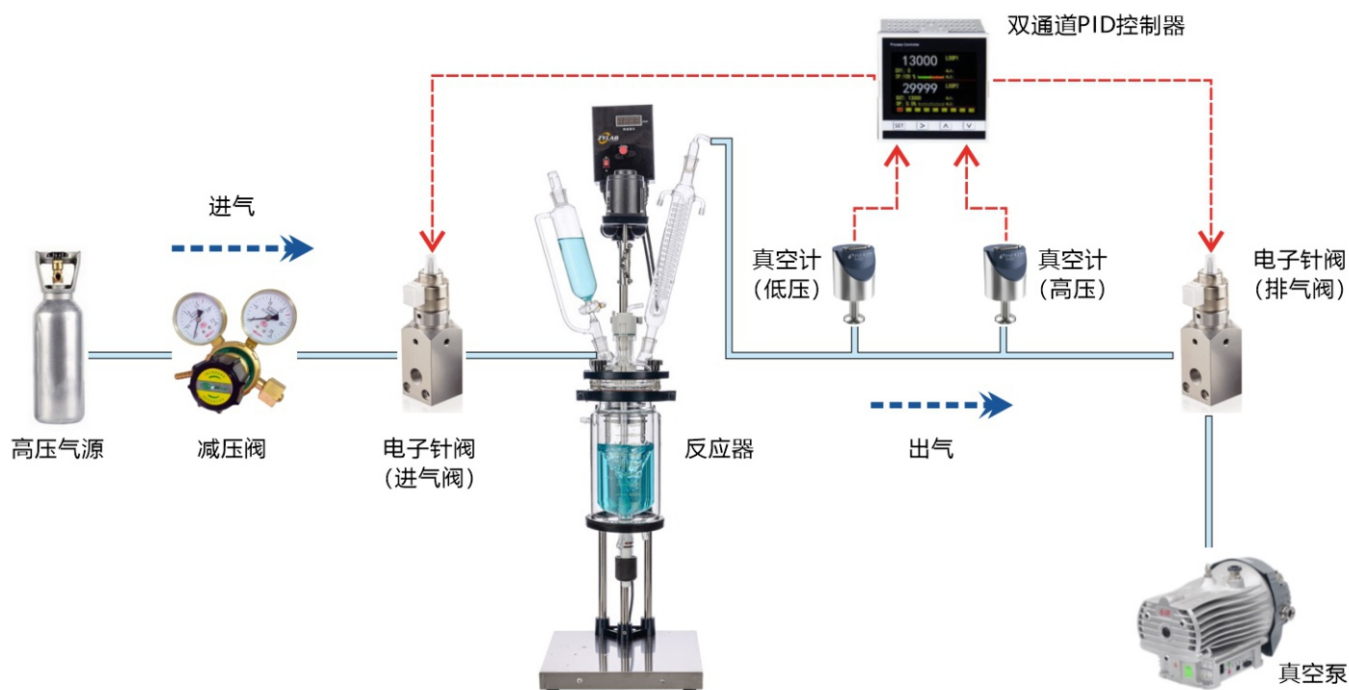


图2 反应器真空压力控制装置结构图

从图2可以看出，真空压力控制装置主要由高压气源、电动阀门、真空压力传感器、PID过程调节器和真空泵几部分组成。以下是对前四部分内容的介绍。

(1) 高压气源

高压气源一般为微正压控制过程提供大于设定压力的高压气体。气源一般为高压气瓶，高压气瓶经减压阀输出固定压力的气体，此固定压力需略大于所需控制的微正压。若反应器只需在真空（负压）范围内控制，则无需高压气源，直接采用大气即可。

(2) 电动阀门

解决方案中的电动阀门是一种快速响应的电子调节阀，包括电动针阀和电动球阀。电动针阀适用于小流量进气调节，电动球阀用于大流量排气调节。对于小容积的双层玻璃反应器，进气和出气调节阀可以直接用电控针阀；而对于大容积反应器，则进气阀选择电子针阀，排气阀选择电控球阀。电子针阀的全程开启时间为0.8s，电子球阀的全程开启时间有1s和7s两种规格，快速响应时间是保证控制精度的重要因素之一。另外，无论是针型阀还是球阀，都有卫生级、食品级和耐酸腐蚀的对应型号。

(3) 真空压力传感器

传感器是整个反应过程中真空压力测量的关键，其测量精度也决定了反应器温度和真空压力控制精度以及工艺的有效性。一般推荐采用精度较高的电容真空计，在整个真空压力范围内，通过两种规格的电容真空计（10Torr和1000Torr）基本可以覆盖整个低压（真空）至微正压（高压）区间，而且还可以保证在任意真空压力下的精度为测量值 $\times 0.25\%$ 。电容真空计对应测量范围的信号输出一般为0~10V直流电压，此输出电压与真空度测量值呈线性关系。

有些反应器采用的是皮拉尼计进行真空范围内的测量，但皮拉尼计的测量误差较大，同时相应的输出电压信号与真空度呈非线性关系，所以一般采用皮拉尼计进行对控制精度要求不高的反应器真空压力控制。在使用中需要特别注意的是，电容真空计的正压测量能力非常有限，皮拉尼计无法测量正压，如果要进行正压控制，则还需要配备相应精度的正压压力传感器。

(4) PID过程调节器

过程调节器是实现真空压力控制的关键，其采集精度和调节精度决定了真空压力的最终控制精度。本解决方案采用的是超高精度的双通道PID过程调节器，其中有两个独立通道分别用来调节进气阀和出气阀。每个通道配置的都是24位AD、16位DA和双精度浮点运算，可实现0.01%的最小输出百分比，这是目前国内外工业用PID调节器最高级别的配置，结合电容真空计和快速调电子调节阀，可轻松实现优于 $\pm 1\%$ 的真空压力控制精度。

超高精度双通道PID过程调节器具有强大的功能，PID参数可以自整定，可存储多组PID参数以满足不同反应工艺需要，并具有MODBUS标准通讯协议，通过上位机可实现多台调节器的中央控制。随机配备的计算机软件可对PID调节器进行远程设置、数据采集、显示和存储，极大方便了真空压力控制系统的调试。

4. 总结

综上所述，本文所提出的真空压力准确控制解决方案，除了可满足双层玻璃反应器真空压力（正负压）准确控制需要之外，也可以用于其他各种反应器和旋转蒸馏器中的真空压力控制。

本文解决方案描述的是一种分立结构形式的真空压力控制系统，也可以按照需要和具体反应器设计对控制系统进行集成，将电控阀门和PID调节器集成为仪器，更便于反应器的整体布局设计和配套。