



Design and control of ethyl acetate/*n*-hexane azeotropic system separation via different heat-integrated pressure-swing distillation process

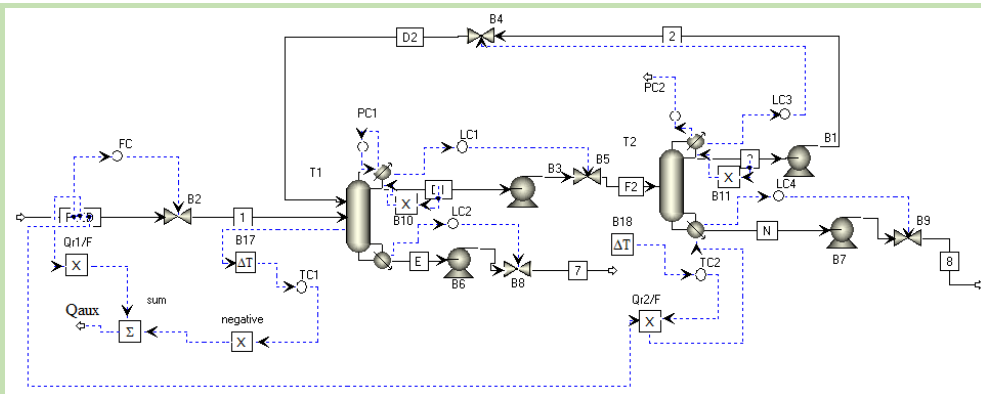
Liping LÜ^{1,2}, Hang LI², Shuhua HE¹, Jianhua XU¹, Bing LI^{1,3*}

1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Yangtze Normal University, Chongqing 408100, China

2. School of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest Petroleum University, Chengdu, Sichuan 610500, China

3. Sinochem Fuling Chongqing Chemical Industry Co., Ltd., Chongqing 408100, China

Abstract: The azeotropic composition of ethyl-acetate/*n*-hexane azeotropic system dramatically shifts with pressure. Therefore, this system can be effectively separated by pressure-swing distillation (PSD). In order to save the total annual cost (TAC) and energy, the



partially and fully heat-integrated pressure-swing distillation (HIPSD) between condenser and reboiler of two columns were used in this process. The simulation and optimization of different heat-integrated PSD processes were carried out by using Aspen Plus software. The results showed that the energy cost, equipment cost and TAC of the fully HIPSD process had further reductions of 12.24%, 4.38% and 8.60% compared with partially HIPSD process. On the basis of the best optimal process, feed flowrate and composition disturbances with several different degrees were introduced to test the dynamic characteristics of different control structures for partial and fully HIPSD processes by Aspen Dynamics. For partially HIPSD process, three kinds of control structure including basic control structure, proportional control structure and pressure-compensated temperature control structure were developed to test the effectiveness of control structures. The results of the dynamic response showed that the pressure-compensated temperature control structure could handle the feed flowrate and composition disturbances with different degrees and effectively maintain the purity of ethyl acetate and *n*-hexane products at 99.9wt%. For fully HIPSD process, the composition/temperature cascade control structure could effectively handle the small disturbances ($\pm 5\%$ and $\pm 10\%$) and achieve robust control, but this control structure cannot effectively maintain the product purity of 99.90wt% and realize robust control when subject to $\pm 20\%$ feed and composition disturbances. Compared with the partially HIPSD mode, the fully HIPSD mode could handle much smaller feed flow rate and composition disturbances despite of a little economic benefit. Therefore, the selection of energy-saving modes for the separation process should weigh economy against controllability.

Key words: ethyl acetate; *n*-hexane; heat integration; pressure-swing distillation; control

收稿: 2019-01-11, 修回: 2019-04-15, 网络发表: 2019-05-16, Received: 2019-01-11, Revised: 2019-04-15, Published online: 2019-05-16

基金项目: 重庆市科技创新领军人才支持计划资助项目(编号: CSTCCXLJRC201703); 重庆市社会事业与民生保障科技创新专项基金资助项目(编号: cstc2017shmsA90016)

作者简介: 吕利平(1987-), 女, 四川省简阳市人, 博士研究生, 主要从事化工过程系统工程研究, Tel: 13896936313, E-mail: lvliping@yznu.edu.cn; 李兵, 通讯联系人, E-mail: zhhyflb@sina.com.

引用格式: 吕利平, 李航, 何树华, 等. 不同热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸物的优化与控制. 过程工程学报, 2019, 19(6):1167-1177.
Lü L P, Li H, He S H, et al. Design and control of ethyl acetate/*n*-hexane azeotropic system separation via different heat-integrated pressure-swing distillation process (in Chinese). Chin. J. Process Eng., 2019, 19(6):1167-1177, DOI: 10.12034/j.issn.1009-606X.219115.

不同热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸物的优化与控制

吕利平^{1,2}, 李航², 何树华¹, 徐建华¹, 李兵^{1,3*}

1. 长江师范学院化学化工学院, 重庆 408100

2. 西南石油大学化学化工学院, 四川 成都 610500

3. 中化重庆涪陵化工有限公司, 重庆 408100

摘要: 基于变压精馏分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系两塔的温差, 利用 Aspen Plus 软件, 以年度总成本最小为目标函数, 对部分及完全热集成变压精馏工艺进行了稳态模拟及优化。在此基础上, 利用 Aspen Dynamics 软件开发了多种控制结构, 通过引入不同进料流量及组成的扰动测试控制结构的有效性。结果表明, 完全热集成变压精馏工艺比部分热集成变压精馏工艺的经济性稍好。动态响应结果表明, 部分热集成变压精馏工艺的压力-补偿温度控制结构可有效处理不同程度的干扰, 能有效提高控制结构对干扰的响应速度, 缩短达到新稳态的时间, 保证乙酸乙酯和正己烷产品纯度在 99.9wt% 之上; 而完全热集成变压精馏工艺的组分-温度串级控制结构仅能处理较小的组分和流量干扰, 实现稳健控制, 无法处理较大的干扰。综合比较两种工艺的经济性和可控性, 认为部分热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系优于完全热集成变压精馏工艺。

关键词: 乙酸乙酯; 正己烷; 热集成; 变压精馏; 控制

中图分类号: TQ208

文献标志码: A

文章编号: 1009-606X(2019)06-1167-11

1 前言

乙酸乙酯和正己烷具有溶解性能好、毒性小等特点, 常用作优良溶剂, 大量应用于化工及制药等领域^[1,2]。但在最终产品中, 这些溶剂需完全脱除, 产生大量乙酸乙酯和正己烷废液。回收这些废液以达到循环利用资源和保护环境的目的, 成为关注热点之一。由于乙酸乙酯和正己烷会形成共沸物(共沸温度 65.1℃, 含 39.0wt% 乙酸乙酯), 需采用特殊精馏方法才能得到高纯度的目标产品^[2-5]。

目前, 分离该体系的方法主要有萃取精馏^[3,4]、共沸精馏^[2,5]及变压精馏^[6,7]等。黄丽红等^[3]和杨文东等^[4]采用萃取精馏分离该共沸体系, 得到纯度为 99.0wt% 的乙酸乙酯和正己烷产品; 白鹏等^[2]和叶青等^[5]通过实验和模拟探索了共沸精馏分离该共沸体系的可行性; Lü 等^[6]通过模拟计算得到常规变压精馏比共沸精馏分离该共沸体系可节约 20.8% 的年度总成本(Total Annual Cost, TAC)。与萃取和共沸精馏相比, 变压精馏具有工艺简单、应用性强、产品无污染及成本低等特点。同时, 由于两个塔的操作压力不同, 可利用高压塔塔顶和低压塔塔底的温差实现工艺内部热集成^[8]。据统计^[9-12], 热集成后的变压精馏工艺比常规变压精馏工艺节能约 30%, 但热集成会导致两塔所受限制增加, 使干扰在塔内的传递增强, 从而使控制更复杂^[13,14]。

虽然有研究者^[6,15]对常规变压精馏分离该共沸体系的可行性及工艺进行了研究, 但并未对不同热集成变压精馏工艺分离该共沸体系的经济性及可控性进行比较。基于此, 本工作利用 Aspen Plus 软件对分离乙酸乙酯/

正己烷共沸体系的部分及完全热集成变压精馏工艺进行模拟, 以最小 TAC 为目标函数, 采用序贯迭代法对其进行优化, 比较工艺的经济性。在最经济稳态工艺的基础上, 开发基础控制方案及多种改进控制方案考察工艺的可控性。同时, 通过引入±10%和±20%的进料流量及组成干扰测试控制结构的动态性能, 以获得适用于分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系的最佳工艺。

2 稳态设计与优化

2.1 物性方法及压力选择

模拟结果的准确性取决于所用热力学模型^[6]。吕利平等^[15]用 NRTL 模型计算 0.1 MPa 压力下的气液相平衡数据, 与文献值比较, 发现二者吻合度较高。因此, 本工作选用 NRTL 模型进行模拟计算。

两塔的操作压力会影响变压精馏分离工艺的操作成本。图 1 为压力对乙酸乙酯/正己烷共沸体系共沸温度及组成的影响。由图可知, 当低压塔的操作压力为常压时, 乙酸乙酯/正己烷共沸物(约 60℃)可从塔顶采出, 冷凝器可用循环冷却水(约 30℃)进行冷凝, 且传热温差可达 30℃。当高压塔的操作压力为 0.6~1.0 MPa 时, 液相中正己烷组成大于 10wt%; 同时, 高压塔的操作压力为 0.6 MPa 时, 塔底温度约为 130℃, 与低压蒸汽(160℃)间有足够的温差, 可选用低压蒸汽对其加热。操作压力太大, 所需加热动力及设备的固定投资也会相应提高; 操作压力过小, 会增大工艺的循环量及能耗, 使塔底热负荷及蒸汽费用提高。综合分析, 确定低压塔及高压塔的操作压力为 0.1 和 0.6 MPa。

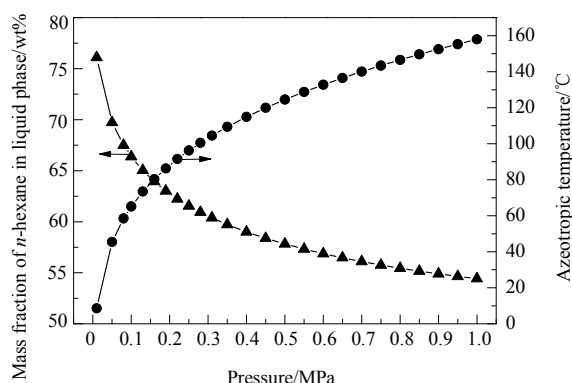


图1 乙酸乙酯/正己烷共沸体系的相图

Fig.1 Equilibrium phase diagram of ethyl acetate/n-hexane azeotropic system

2.2 过程设计及优化

2.2.1 过程设计及模拟

部分和完全热集成变压精馏工艺主要由低压塔(LPC)和高压塔(HPC)组成。含乙酸乙酯和正己烷的废料(流量 1000 kg/h, 含乙酸乙酯 39wt%, 常温, 常压)和来自高压塔塔顶的循环物一并送入低压塔进行精馏分离。其中, 部分热集成工艺的低压塔总塔板数(N_{T1})、原料进料位置(N_{F1})、循环物料进低压塔的位置(N_R) (物流的进料位置均为从上往下数的塔板位置)和低压塔的回流比(RR_1)初设为 20、第 10 块塔板、第 13 块塔板和 2, 完全热集成对应工艺参初设为 26、第 11 块塔板、第 13 块塔

板和 1.56。低压塔塔底采出高纯度(>99.9wt%)乙酸乙酯产品, 塔顶采出 0.1 MPa 下的共沸物, 经泵加压后送入高压塔进行精馏。部分热集成工艺的高压塔总塔板数(N_{T2})、物料进料位置(N_{F2})和低压塔的回流比(RR_2)初设为 25、第 12 块塔板和 2, 完全热集成工艺初设为 26、第 10 块塔板和 2.08。高压塔塔底采出高纯度(>99.9wt%)正己烷产品, 塔顶采出 0.6 MPa 下的共沸物, 循环至低压塔; 同时, 利用高压塔塔顶热物流部分/完全加热低压塔塔底冷物流, 实现变压精馏工艺内部部分/完全热集成, 从而达到节能的目的。

2.2.2 过程优化

本工作采用 Luyben^[16]的经济模型, 同时考虑冷却水成本计算 TAC, 并以 TACmin 作为目标函数, 采用序贯迭代法优化工艺。由于完全热集成要求高压塔的塔顶热负荷 Q_{C2} 与低压塔的塔底热负荷 Q_{R1} 完全相等, 所以, 利用流程的 Design spec 工具调整操作变量 RR_1 。图 2 为部分及完全热集成变压精馏工艺的优化程序。

表 1 为优化后部分和完全热集成变压精馏工艺的操作参数及经济指标。可以看出, 部分和完全热集成变压精馏工艺比常规变压精馏工艺的 TAC 分别降低了 26.85%和 33.14%; 且完全热集成变压精馏工艺的年度能耗费用 TAC_{en}、年度设备费用 TAC_{eq} 及年度总成本 TAC 比部分热集成工艺分别下降了 12.24%, 4.38%和 8.60%。这是由于完全热集成变压精馏工艺中高压塔塔

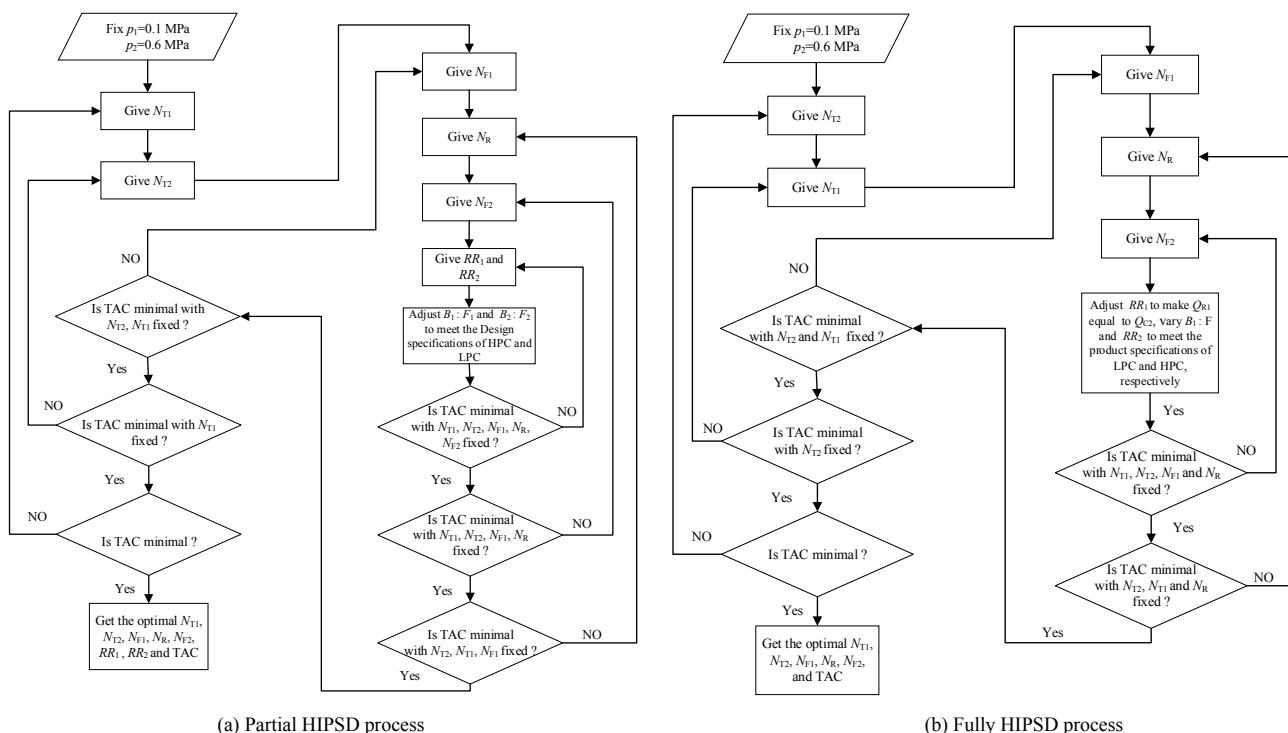


图2 热集成变压精馏工艺的优化程序

Fig.2 Sequential iterative optimization procedure of PSD process

表 1 不同变压精馏工艺的操作参数和经济指标对比

Table 1 Comparisons of operation parameters and economic indicators between different PSD processes

Operation parameter and economic indicator	Conventional PSD ^[14]		Partial HIPSD		Fully HIPSD	
	LPC	HPC	LPC	HPC	LPC	HPC
Total number of stages, N_T	24	29	22	27	23	29
Feeding location of raw materials, N_F	9	12	7	10	8	12
Feeding location of recycle materials, N_R	14		11		13	
Reflux ratio, RR	1.300	1.500	1.300	1.600	1.114	1.608
Heat duty of condenser/kW	718.370	528.403	735.920	0	673.794	0
Heat duty of reboiler or auxiliary reboiler/kW	613.210	696.603	61.080	737.980	0	737.020
Total energy cost, $TAC_{en}/(10^5\$/y)$		3.190		1.960		1.720
Total equipment cost, $TAC_{eq}/(10^5\$/y)$		1.800		1.690		1.616
Total annual cost, $TAC/(10^5\$/y)$		4.990		3.650		3.336

Note: LPC: Low pressure column; HPC: High pressure column

顶冷凝器热负荷 Q_{C2} 与低压塔塔底再沸器热负荷 Q_{R1} 完全相等, 低压塔塔底再沸器及蒸汽无需额外辅助供热, 因此完全热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系比部分热集成变压精馏工艺更具有经济优势。

3 动态特性分析

评价工艺流程能否工业化除最小 TAC 外, 还应考虑流程的安全可靠性, 而工艺的动态特性可有效评价其处理干扰的能力及对关键指标的控制能力^[17]。Luyben^[12]研究了不同热集成变压精馏工艺分离水/四氢呋喃的能耗和可控性, 发现完全热集成的能耗虽最低, 但可控性较弱。对甲酸乙酯/甲醇共沸体系^[12]、甲苯/乙醇共沸体系^[10]及四氢呋喃/甲醇共沸体系^[11]等也作了类似比较, 认为变压精馏工艺热集成模式不仅要考虑经济性, 还需考虑工艺的可控性。基于此, 本工作利用 Aspen Dynamics 软件研究了分离乙酸乙酯/正己烷共沸物的两种热集成变压精馏节能工艺的动态控制性能, 在给定 $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$ 流量扰动及进料组成扰动下, 考察控制结构对扰动的动态响应情况。

3.1 温度控制板的选择

合理选择温度控制板是保证控制方案有效性的重要手段。通常温度控制板有 5 种判据, 即产品变化最小判据、恒定温度判据、奇异值分解判据、灵敏度判据及斜率判据^[18]。Zhang 等^[19]利用奇异值分解判据及灵敏度判据为分离乙酸甲酯/甲醇共沸物的部分热集成变压精馏工艺选择了合适的温度控制板, 实现了稳健控制; Wang 等^[11]利用斜率判据为分离四氢呋喃/甲醇共沸体系的热集成变压精馏工艺选择了合适的温度控制板, 开发了抗干扰能力较强的控制结构, 实现了稳健控制; Cao 等^[20]针对精馏塔温度呈直线分布的特点, 提出采用导斜率判据选择温度控制板, 成功实现了稳健控制。本工作

采用简单及实用性强的斜率判据选择温度控制板。图 3 为两塔塔板的温度斜率分布图。可以看出, 两塔的温度斜率均只有 1 个峰, 最大值分别出现在第 17 块板和第 19 块板。因此, 选择这两块塔板作为温度控制板。

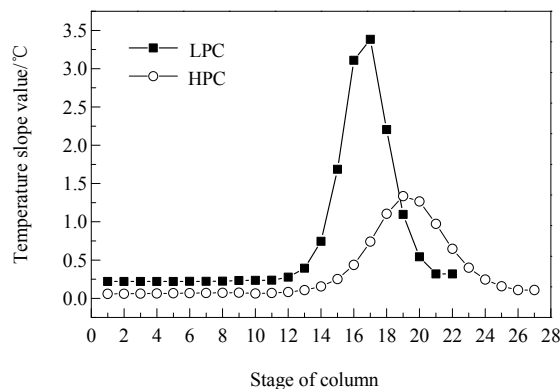


图 3 低压塔和高压塔的塔板温度斜率

Fig.3 Temperature slope of LPC and HPC

3.2 部分热集成变压精馏工艺的控制方案

3.2.1 基础控制结构

对于部分热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系, 由于高压塔塔顶冷凝器的热负荷 Q (温度为 T) 和低压塔塔底再沸器的热负荷 Q_{Reb} (温度为 T_{Reb}) 不相等, 所以需在低压塔塔底增设一个辅助再沸器 (以温度控制器 TC1 的输出 OP 表示) 以保证热源供给。假设联合换热器的总传热系数为 $0.0020448 \text{ GJ}/(\text{h} \cdot \text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C})$ ^[20], 由稳态参数计算出辅助再沸器的传热面积为 19.43 m^2 。同时, 利用 Aspen Dynamics 软件中的 Flowsheet Equations 编辑方程实现部分热集成, 相应的方程如式(1)和(2)所示。建立流程后, 利用 Tyreus-Luyben 法对两塔的温度控制器 TC1 和 TC2 进行调谐, 获得其增益/积分时间分别为 17.89/15.84 min 和 5.82/10.56 min。

$$\text{BLOCKS}("T2").\text{Condenser}(1).Q = -19.4297400641 \times 0.0020448 \times (\text{BLOCKS}("T2").\text{Stage}(1).T - \text{BLOCKS}("T1").T_{\text{Reb}}) \quad (1)$$

$$\text{BLOCKS}("T1").Q_{\text{Reb}} = -\text{BLOCKS}("T2").\text{Condenser}(1).Q + \text{BLOCKS}("TC1").\text{OP} \quad (2)$$

通过向控制结构中引入 $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$ 进料流量和组成干扰考察控制结构的动态性能^[8,17,19]。响应结果表明,基础控制结构在受到不同进料流量干扰时,低压塔塔底的乙酸乙酯产品纯度基本维持在约 99.9wt%;而高压塔塔底的正己烷产品纯度受干扰 5 h 后才能稳定;且控制结构所受到的干扰越大,产品纯度偏离设定值越远,尤其当该结构受到+20%流量干扰时,高压塔塔底产品的纯度降至 99.84wt%,且达到新稳态所需时间为 8 h。由两塔温度控制板及塔底热负荷的响应情况可知,当流量干扰被引入该控制结构中时,温度控制器能及时改变塔底的热输入速率,使温度控制板的温度迅速恢复至初值,表明两塔温度控制板的选择合理。但当进料流量干扰过大时,该结构无法维持高压塔塔底产品纯度在设定值附近。原料中乙酸乙酯的含量变化 $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$,即由 31.00wt%改变为 $\pm 3.9\text{wt}\%$ 和 $\pm 7.8\text{wt}\%$ 时,低压塔塔底的产品纯度基本都能稳定在 99.9wt%以上;但高压塔塔底的产品纯度无法稳定在 99.9wt%,达到新稳态的时间长达 12 h,且干扰越大,纯度偏差越大,表明该结构不

能有效处理组分干扰。

3.2.2 比例控制结构

比例控制结构可提高基础控制结构的响应速度,同时克服控制结构的缺陷,最常用的前反馈比例控制结构为再沸器的蒸汽流量与进料量比(Q_R/F)。为减小高压塔塔底产品的纯度偏差,同时缩短控制结构受干扰后达到新稳态的时间,考虑增加两个比例控制的模块 Q_{R1}/F 和 Q_{R2}/F 。图 4 为部分热集成变压精馏工艺的比例控制结构及控制面板,表 2 列出了该结构涉及的 9 个控制器的符号、初始值及控制行为。

添加不同流量和组分干扰使系统运行 20 h,以检测改进后的比例控制结构的控制效果。图 5 为改进结构的动态响应情况。由图 5(a)可以看出,原料流量由 1000 kg/h 增加或减少 100 或 200 kg/h 时,低压塔的塔底乙酸乙酯产品纯度能在经历一个短暂的瞬间偏差后恢复至设定值,且达到新稳态的时间由原来的 8 h 缩短到 2 h。高压塔塔底的正己烷产品纯度遇到干扰后,瞬时偏差较小,可在 6 h 内达到新稳态。相比基础控制结构,响应

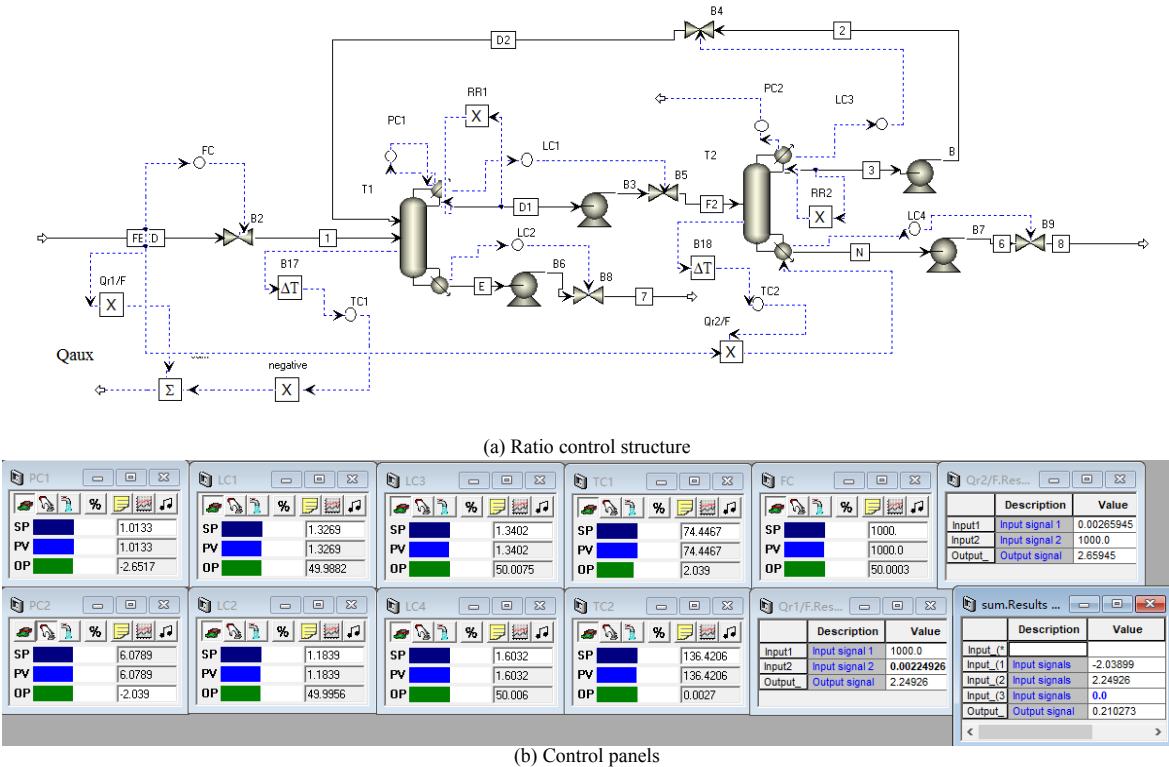


图 4 Q_{R1}/F 和 Q_{R2}/F 比例控制结构及控制面板

Fig.4 Q_{R1}/F and Q_{R2}/F ratio control structures and control panels

表 2 Q_{R1}/F 和 Q_{R2}/F 比例控制结构中涉及的 9 个控制器

Table 2 Nine controllers of Q_{R1}/F and Q_{R2}/F ratio control structures

Controller	Controller symbol	Set point	Controller action
Flow controller	FC	1000 kg/h	Reverse acting
Level controller	LC1, LC2, LC3, LC4	1.33, 1.34, 1.18, 1.60 m	Direct acting
Temperature controller	TC1, TC2	74.45, 136.42℃	Direct acting/reverse acting
Pressure controller	PC1, PC2	0.101, 0.607 MPa	Reverse acting

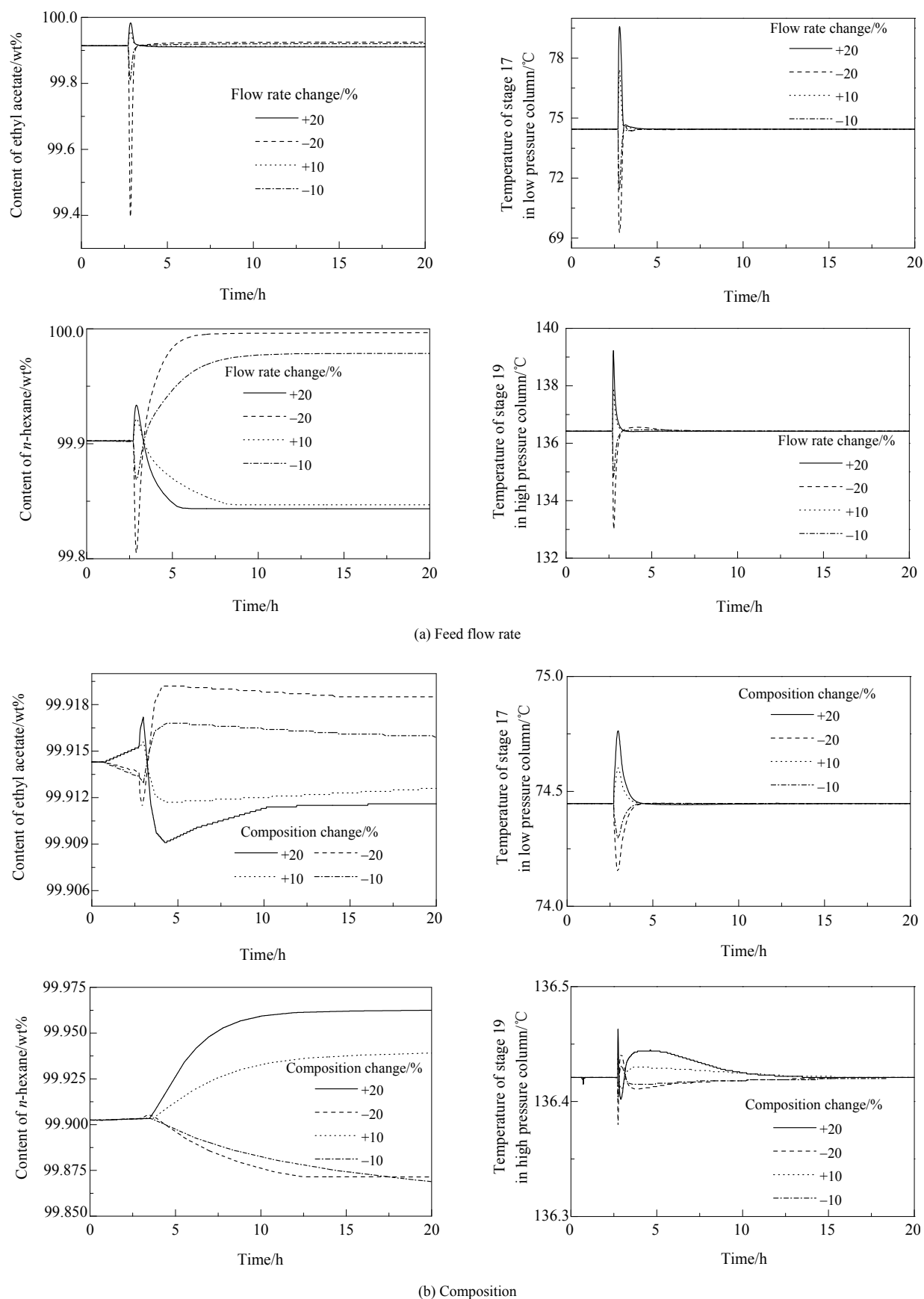


图5 比例控制结构对±10%和±20%流量和组成干扰的动态响应

Fig.5 Dynamic responses of the Q_{R1}/F and Q_{R2}/F ratio control structures with $\pm 10\%$ and $\pm 20\%$ disturbances by feed flow rate and composition

时间虽有所缩短,但不明显,纯度也并无明显提高。由图 5(b)可以看出,低压塔乙酸乙酯的产品纯度在受到流量干扰后依然维持在约 99.9wt%,但乙酸乙酯含量为 31.2wt%或 35.1wt%时,达到新稳态时,正己烷的产品纯度却低于 99.9wt%。

从新稳态的产品纯度上看,比例控制结构可克服基础控制结构的部分问题,但改进效果并不显著。这主要是因为高压塔的压力会随干扰变化而变化,压力变化将会导致控制板温度改变,从而影响温度控制效果。基于此,在该结构的基础上引进压力补偿-温度控制结构。

3.2.3 压力-补偿温度控制结构

压力-补偿温度控制结构主要是通过测量控制板上的温度和压力估算塔板的组成^[18]。根据稳态模拟条件,高压塔的操作压力为 6,假设在存在干扰条件下高压塔操作压力变化范围为 0.5~0.7 MPa,通过计算该塔板上液体的泡点温度计算补偿温度。图 6 给出了高压塔压力对第 19 块板上乙酸乙酯/正己烷混合物泡点温度的影响。

可以看出,在此压力变化范围内,泡点温度与压力近似呈直线关系,斜率 $k=7.9702$,压力-补偿温度用式 (3)计算,图 7 为压力-补偿温度控制结构、控制面板及实现程序。

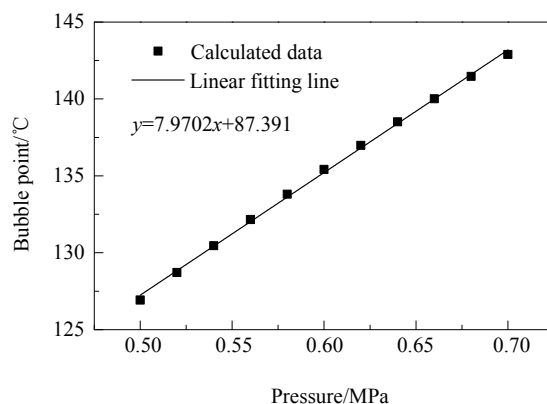


图 6 不同压力下高压塔第 19 块塔板上液体混合物的泡点温度

Fig.6 Bubble point of liquid mixture on the stage 19 column of the HPC at different pressures

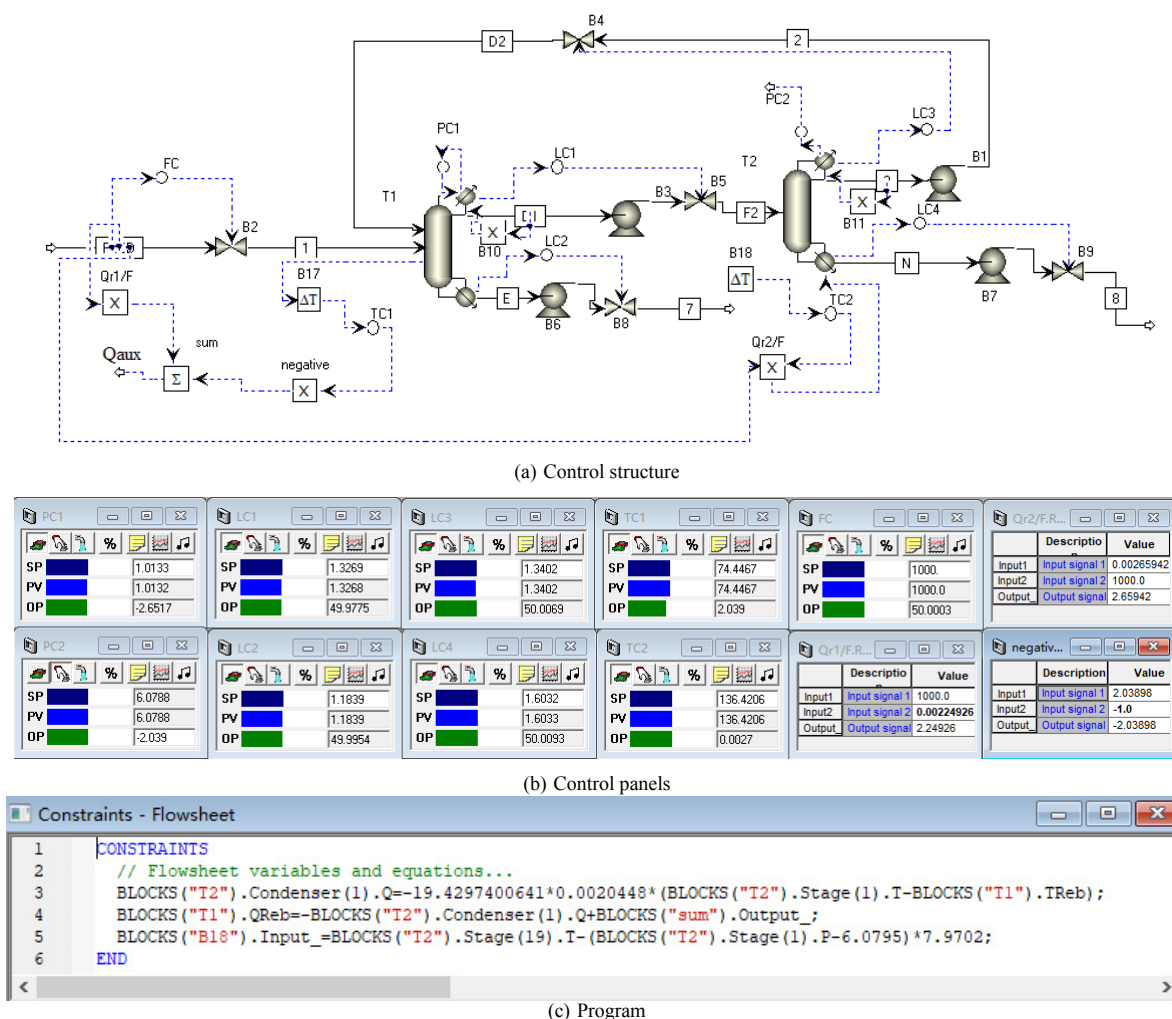
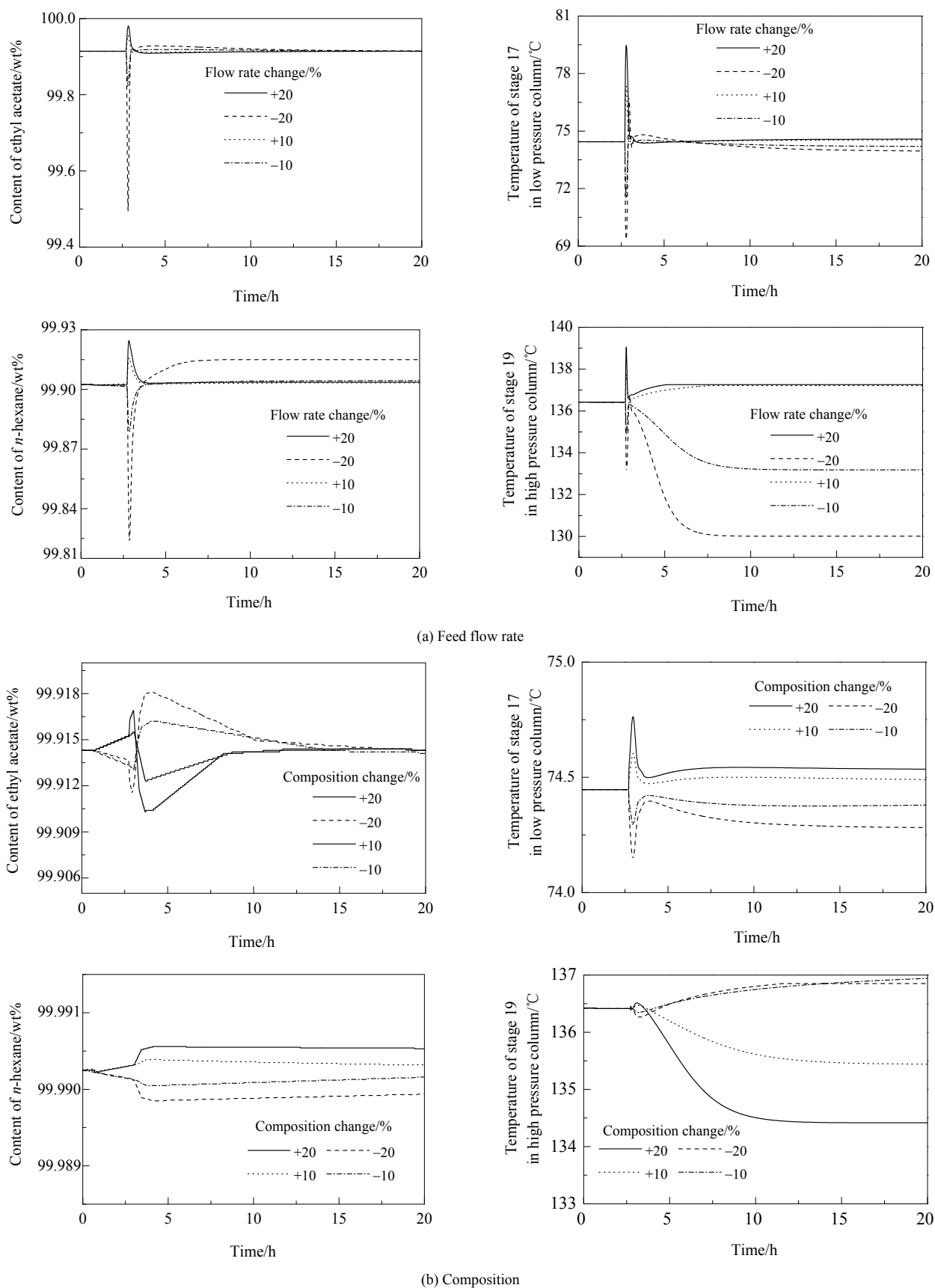


图 7 压力-补偿温度的控制结构、控制面板和程序

Fig.7 Pressure-compensated temperature control structures, control panels and program

图 8 压力-补偿温度控制结构对 $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$ 流量和组成干扰的动态响应Fig.8 Dynamic responses of the pressure-compensated temperature control structure with $\pm 10\%$ and $\pm 20\%$ disturbances by feed flow rate and composition

$$T_{PC}=T_{2,19}-7.9702(p/10-6) \quad (3)$$

式中, T_{PC} 为补偿温度($^{\circ}\text{C}$), $T_{2,19}$ 为高压塔第 19 块塔板上的温度($^{\circ}\text{C}$), p 为高压塔塔顶的压力(MPa)。

图 8(a)为该结构对不同流量干扰的动态响应情况, 可见当引入不同流量干扰时, 高压塔的控制板温度并没有完全维持在设定值, 而是在 $130\sim 140^{\circ}\text{C}$ 内波动, 并维持该新稳态。该控制结构受到干扰后, 达到新稳态的时间由原来的 6 h 缩短至 4 h 以内, 且两塔产品纯度均能达到规定。从图 8(b)可知, 当原料组成乙酸乙酯含量变化 $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$ 时, 两塔塔底产品纯度均稳定在约 99.9wt%。该控制方案能达到预期的抗干扰能力。

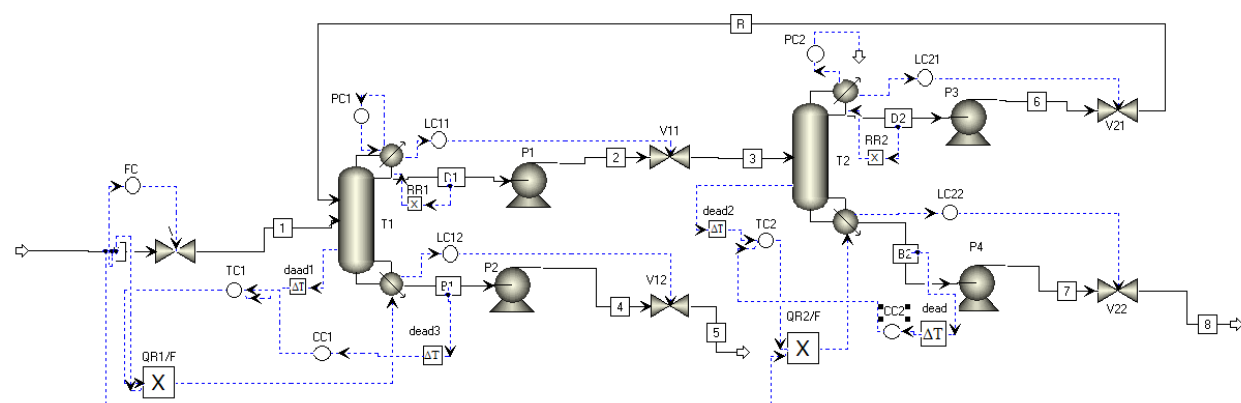
综上所述, 可认为压力-补偿温度控制方案能有效处理不同程度的流量和组分干扰, 且能获得较稳健控制, 维持两产品的纯度在可接受范围内。

3.3 完全热集成变压精馏工艺的控制方案

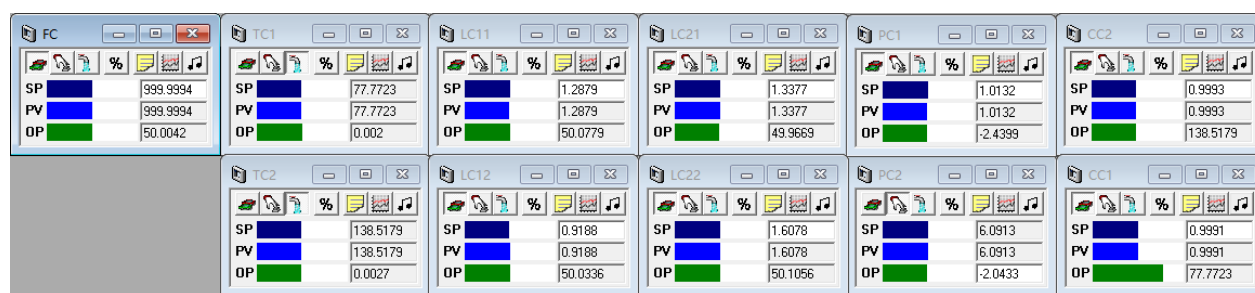
完全热集成变压精馏工艺的优点是高压塔的冷凝器和低压塔的再沸器可共用一个换热器, 不需额外设置

辅助换热器。但由于低压塔再沸器的热输入不能完全独立设定, 导致该工艺比常规或部分热集成工艺, 缺少自由度。因此, 该工艺的控制问题一直是研究的热点。

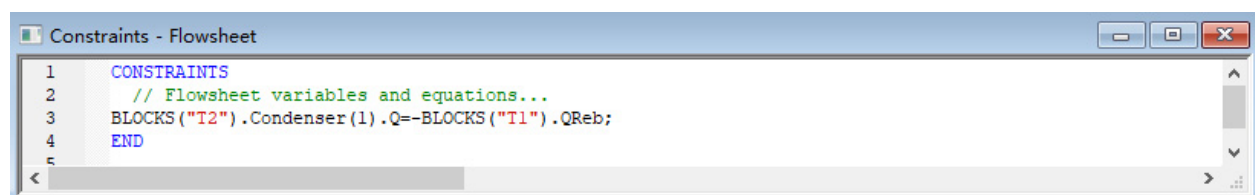
本工作针对完全热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸体系, 先采用斜率判据选择低压塔和高压塔的温度控制板为第 19 和 22 块板, 再向基础控制结构中引入 $\pm 5\%$, $\pm 10\%$ 和 $\pm 20\%$ 的流量和组分干扰, 以考察控制结构的有效性。结果表明, 该控制结构在受到 $\pm 5\%$ 和 $\pm 10\%$ 的组分和流量干扰时, 两塔塔底的产品纯度均有偏差, 而遇到较大干扰时系统会被迫停车。因此, 在控制结构的基础上建立多种改进的控制结构以维持产品纯度。组分-温度串级控制结构能有效处理 $\pm 5\%$ 和 $\pm 10\%$ 的组分和流量干扰, 实现稳健控制, 使乙酸乙酯和正己烷产品的纯度稳定在设定值 99.9wt% 左右。图 9 为组分-温度串级控制结构、控制面板和实现程序, 相应的动态响应情况如图 10 所示。由此可知, 部分热集成工艺的可控性强于完全热集成工艺。



(a) Control structure



(b) Control panel



(c) Program

图9 组分-温度串级的控制结构、控制面板和程序

Fig.9 Composition-temperature cascade control structure, control panels and program

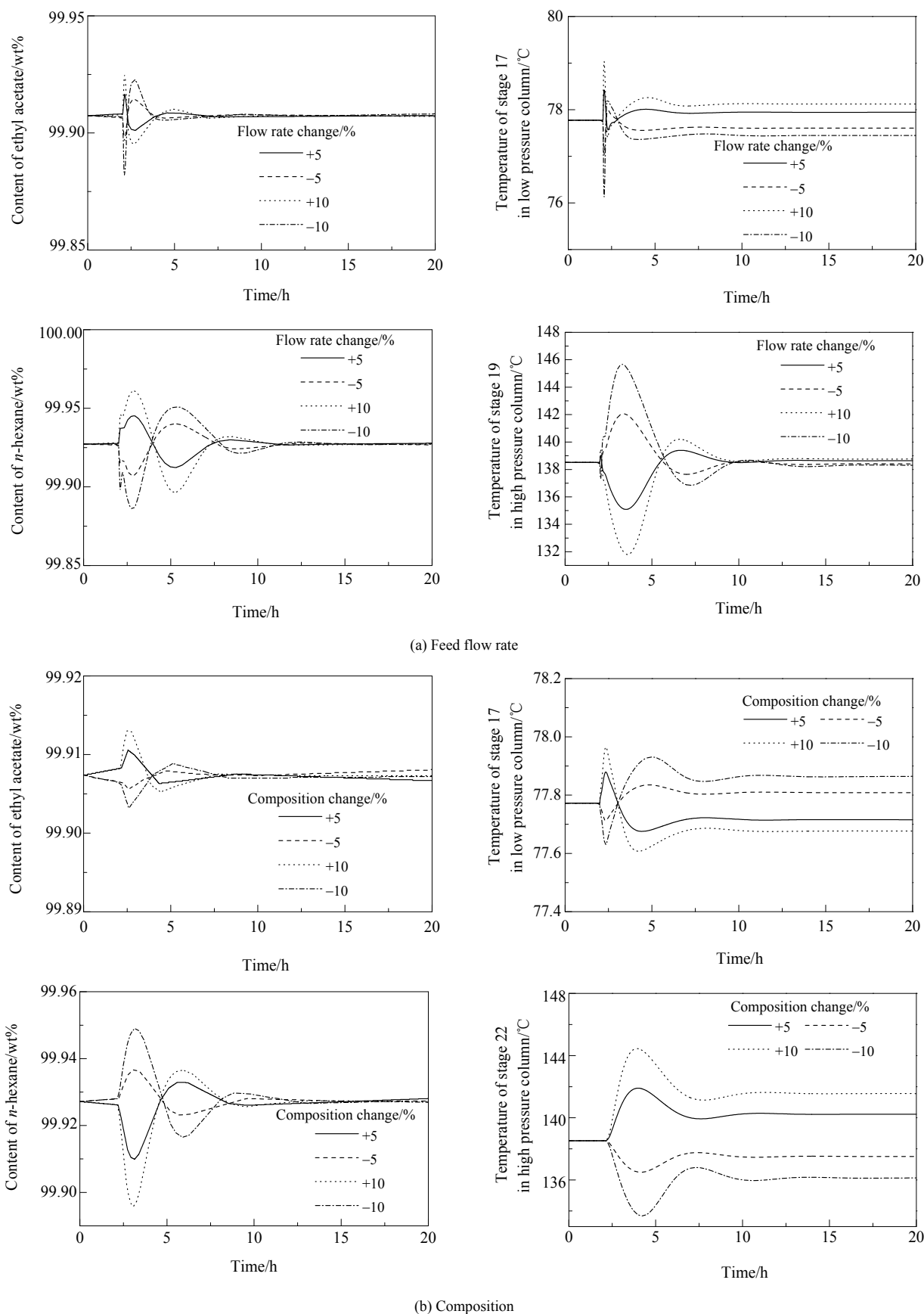


图10 组分-温度串级控制结构对±5%和±10%流量和组成干扰的动态响应

Fig.10 Dynamic responses of the composition-temperature cascade control structure with ±5% and ±10% disturbances by feed flow rate and composition

4 结论

针对乙酸乙酯/正己烷二元共沸体系,以最小年度总成本(TAC)为目标函数,采用序贯迭代法对两种不同热集成变压精馏工艺进行优化,比较其经济性。在此基础上,利用Aspen Dynamics软件分别研究了两种工艺的可控性,开发了多种控制结构,通过引入不同程度的流量及组分干扰考察控制结构的有效性,得出以下结论:

(1) 两种热集成变压精馏工艺的TAC比常规变压精馏工艺分别降低了26.85%和33.14%,节能效果明显;完全热集成变压精馏工艺分离乙酸乙酯/正己烷共沸物的能耗费用、设备费用和TAC比部分热集成变压精馏节约12.24%, 4.38%和8.60%。

(2) 压力-补偿温度控制结构能有效处理不同程度的流量和组分扰动,使两塔塔底的产品纯度维持在约99.9%,实现稳健控制。对于完全热集成变压精馏工艺的控制结构,组分-温度串级控制结构能有效处理较小的组分和流量干扰($\pm 5\%$ 和 $\pm 10\%$),实现稳健控制,但无法处理较大的干扰。

(3) 对于乙酸乙酯/正己烷共沸体系,部分热集成变压精馏工艺的经济性比完全热集成工艺稍弱,但可控性更强,因此,认为部分热集成变压精馏工艺为分离该体系的最佳工艺。

参考文献

- [1] 程能林. 溶剂手册 [M]. 第5版. 北京: 化学工业出版社, 2015: 627-630.
Cheng N L. Solvent handbook [M]. 5th Edition. Beijing: Chemical Industry Press, 2015: 627-630.
- [2] 白鹏, 朱良伟, 李晓峰, 等. 正己烷和乙酸乙酯间歇共沸精馏分离共沸剂的研究 [J]. 石油化工, 2006, 35(1): 37-41.
Bai P, Zhu L W, Li X F, et al. Entrainer for separation of *n*-hexane and ethyl acetate by batch azeotropic distillation [J]. Petrochemical Technology, 2006, 35(1): 37-41.
- [3] 黄丽红, 韩淑萃. 萃取精馏分离乙酸乙酯和正己烷的过程模拟 [J]. 广东化工, 2012, 39(11): 64-65.
Huang L H, Han S C. Simulation study of the separation of ethyl acetate and *n*-hexane by extractive distillation [J]. Guangdong Chemical Industry, 2012, 39(11): 64-65.
- [4] 杨文东, 袁慎峰, 陈志荣, 等. 乙酸乙酯-正己烷萃取精馏过程的模拟计算 [J]. 计算机与应用化学, 2012, 29(8): 955-958.
Yang W D, Yuan S F, Chen Z R, et al. Simulation of extractive distillation process of ethyl acetate *n*-hexane system using aspen plus [J]. Computers and Applied Chemistry, 2012, 29(8): 955-958.
- [5] 叶青, 肖国栋. 共沸精馏分离正己烷和乙酸乙酯的模拟研究 [J]. 常州大学学报(自然科学版), 2010, 22(2): 31-33.
Ye Q, Xiao G D. Separation of *n*-hexane and ethyl acetate by azeotropic distillation [J]. Journal of Changzhou University (Natural Science Edition), 2010, 22(2): 31-33.
- [6] Lü L L, Zhu L, Liu H M, et al. Comparison of continuous homogenous azeotropic and pressure-swing distillation for a minimum azeotropic system ethyl acetate/*n*-hexane separation [J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2018, 26(10): 2023-2033.
- [7] 吕利平, 李航, 李兵, 等. 甲醇-苯共沸体系变压精馏分离工艺的动态控制 [J]. 过程工程学报, 2018, 18(5): 1003-1012.
Lü L P, Li H, Li B, et al. Dynamic control of pressure-swing distillation for separating azeotropic system of methanol/benzene [J]. The Chinese Journal of Process Engineering, 2018, 18(5): 1003-1012.
- [8] Luo B B, Feng H S, Sun D Z, et al. Control of fully heat-integrated pressure swing distillation for separating isobutyl alcohol and isobutyl acetate [J]. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2016, 110: 9-20.
- [9] Zhang Z S, Zhang Q R, Li G J, et al. Design and control of methyl acetate-methanol separation via heat-integrated pressure-swing distillation [J]. CIESC Journal, 2016, 24(11): 1584-1599.
- [10] Zhu Z Y, Wang L L, Ma Y X, et al. Separating an azeotropic mixture of toluene and ethanol via heat integration pressure swing distillation [J]. Computers & Chemical Engineering, 2015, 76: 137-149.
- [11] Wang Y L, Zhang Z, Zhang H, et al. Control of heat integrated pressure-swing-distillation process for separating azeotropic mixture of tetrahydrofuran and methanol [J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2015, 54(5): 1646-1655.
- [12] Luyben W L. Design and control of a fully heat-integrated pressure-swing azeotropic distillation system [J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2008, 47: 2681-2695.
- [13] Luyben W L. Control of a triple-column pressure-swing distillation process [J]. Separation and Purification Technology, 2017, 174: 232-244.
- [14] Zhu Z Y, Xu D F, Jia H, et al. Heat integration and control of a triple-column pressure-swing distillation process [J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2017, 56(8): 2150-2167.
- [15] 吕利平, 李航, 李兵, 等. 变压精馏分离乙酸乙酯-正己烷共沸物的动态特性 [J]. 高校化学工程学报, 2018, 32(2): 478-486.
Lü L P, Li H, Li B, et al. Dynamic characteristics of pressure-swing distillation for ethyl acetate and *n*-hexane separation [J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2018, 32(2): 478-486.
- [16] Luyben W L. Comparison of extractive distillation and pressure-swing distillation for acetone/chloroform separation [J]. Computers & Chemical Engineering, 2013, 50: 1-7.
- [17] Wang Y L, Zhang Z, Xu D F, et al. Design and control of pressure-swing distillation for azeotropes with different types of boiling behavior at different pressures [J]. Journal of Process Control, 2016, 42: 59-76.
- [18] Luyben W L. Distillation design and control using aspen simulation [G]. Hoboken: John Wiley & Sons, 2006: 131-133.
- [19] Zhang Q R, Peng J Y, Zhang K. Separation of an azeotropic mixture of dimethyl carbonate and methanol via partial heat integration pressure swing distillation [J]. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering, 2017, 12(1): 50-64.
- [20] Cao Y J, Li M, Wang Y, et al. Effect of feed temperature on economics and controllability of pressure-swing distillation for separating binary azeotrope [J]. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2016, 110: 160-171.