

На правах рукописи



Панкрушина Алла Вадимовна

**Моделирование процессов в сложных
ректификационных комплексах
при разработке технологии разделения
кремнийорганических продуктов**

05.17.04 – Технология органических веществ

05.13.18 – Математическое моделирование, численные методы
и комплексы программ

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2019

Работа выполнена на кафедре информатики и компьютерного проектирования федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева».

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Гартман Томаш Николаевич,
заведующий кафедрой информатики
и компьютерного проектирования
ФГБОУ ВО «Российский химико-технологический
университет имени Д. И. Менделеева»

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
Фролкова Алла Константиновна
заведующий кафедрой химии и технологии
основного органического синтеза
ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский
технологический университет»
доктор технических наук, профессор
Бессарабов Аркадий Маркович
заместитель директора по науке
ПАО Научный центр «Малотоннажная химия»

Ведущая организация: федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Казанский национальный исследовательский
технологический университет»

Защита состоится « 17 » мая 2019 г. в ____ часов на заседании диссертационного совета Д 212.204.02 при РХТУ им. Д. И. Менделеева (125047 Москва, Миусская пл., д. 9) в ауд. 443 (конференц-зал).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-библиотечном центре РХТУ им. Д.И. Менделеева и на сайте университета <http://diss.muctr.ru/author/273/>.

Автореферат диссертации разослан « ____ » _____ 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.204.02

Староверов Д.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Основным способом получения этилдихлорсилана, незаменимого сырья для производства материалов специального назначения, является синтез из металлического кремния и газообразного хлористого этила, осуществляемый в реакторе псевдооживленного слоя. В ходе реакции образуется смесь многих компонентов, из которой целевой продукт выделяется методами ректификации. На стадию выделения этилдихлорсилана из реакционной смеси приходится более 90% энергозатрат. Существенное удешевление данной технологической стадии может быть достигнуто исключительно за счёт применения современных энергосберегающих технологий, требующих меньшего количества единиц оборудования. Данные проблемы – снижение капиталоемкости и энергосбережение на стадии ректификационного разделения продуктов синтеза и нефтепереработки – являются глобальными.

Поиск оптимального порядка разделения в настоящее время может быть реализован различными путями, однако все они являются ресурсоёмкими, требуют существенных затрат рабочего времени специалистов и использования высокопроизводительной компьютерной техники. Дополнительное снижение числа единиц технологического оборудования и энергозатрат достигается использованием ректификационных колонн с внутренней разделительной стенкой. Методики расчёта таких колонн в настоящее время сложны для практического использования, а получаемые колонны сложны в управлении технологическим процессом, что в совокупности обуславливает малое число реализованных проектов с оборудованием такого типа. Поэтому создание простого в использовании алгоритма поиска энергоэффективных путей разделения многокомпонентных смесей и подготовка методологических рекомендаций по разработке ректификационных колонн с разделительной стенкой, включая схему управления их технологическими параметрами, являются актуальными задачами.

Вышеперечисленное обуславливает интерес к исследованию и созданию компьютерных моделей для расчета процессов разделения смесей с применением различных комплексов ректификационных колонн с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками, поиска оптимальных параметров работы данных установок, и снижения энергозатрат на разделение многокомпонентных смесей.

Одной из проблем при применении моделирующих программ является отсутствие процедур расчета сложных ректификационных комплексов. В современных моделирующих программах заложены алгоритмы расчета ректификационных колонн с несколькими потоками питания и отбора. Для моделирования сложных комплексов, таких как колонны с разделительной стенкой, со связанными тепловыми и материальными потоками, процедура моделирования должна представлять собой расчет технологических схем с различным числом рециклических потоков. Для обеспечения сходимости расчетов таких комплексов необходимо разрабатывать отдельные процедуры, включающие выбор оптимальных алгоритмов расчета рециклов и физически обоснованных начальных приближений. На сегодняшний день этот вопрос недостаточно проработан и требует к себе особого внимания.

Решение перечисленных актуальных задач, носящих глобальный характер для химико-технологического производства, является целью настоящего исследования.

Целью диссертационной работы является модернизации технологии разделения смеси этилхлорсиланов с применением сложных ректификационных комплексов, включающих колонны с различным положением внутренних разделительных стенок.

Задачи исследований. Для реализации поставленной цели диссертации автором сформулированы и успешно решены следующие основные задачи:

1. Разработаны методики определения порядка разделения многокомпонентной системы.
2. Разработаны процедуры подготовки компьютерной модели энергоэффективной технологической схемы разделения.
3. Разработаны методологические подходы к моделированию и выполнено моделирование схемы управления сложными колоннами с различным положением внутренних разделительных стенок.
4. Выполнена модернизация технологии разделения смеси этилхлорсиланов.

Методы решения поставленных задач: математического моделирования, вычислительной математики, универсальные программные средства разработки комплексов программ, методы расчёта процессов и аппаратов химической технологии и методы системного проектирования химико-технологических процессов.

Научная новизна диссертационной работы

1. Предложены и теоретически обоснованы критериальные уравнения, позволяющие на основании знания теплот испарения компонентов и параметров исходной зеотропной смеси выбирать наиболее предпочтительный порядок разделения смеси как для комплексов простых ректификационных колонн, так и для колонн с внутренней разделительной стенкой.
2. Предложен алгоритм выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации.
3. Предложен метод синтеза технологических схем ректификации, включающих колонны с внутренними разделительными стенками.

Практическая значимость диссертационной работы

1. На базе вновь разработанных критериальных уравнений создан пакет прикладных программ, позволяющий с минимальными трудозатратами определить энергоэффективный порядок ректификационного разделения зеотропной многокомпонентной смеси.
2. В среде пакета моделирующих программ (ПМП) ChemCad разработана процедура синтеза специализированной вычислительной модели, позволяющей рассчитывать сложные ректификационные колонны с внутренними разделительными стенками.
3. В среде ПМП ChemCad разработана и смоделирована схема управления сложными ректификационными колоннами с внутренними разделительными стенками.
4. Разработан способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов, позволяющий существенно сократить энергетические затраты на процесс разделения.

Достоверность и обоснованность полученных результатов и выводов предопределяется использованием современных методов системного проектирования химико-технологических процессов и подтверждается результатами численного моделирования технологической схемы. Обоснованность разработанной технологической схемы предопределяется корректным использованием математического аппарата, методов процессов и аппаратов химической технологии, общепринятых закономерностей, фундаментальных законов математики, химии, выбором теоретически обоснованных численных методов, и подтверждается проверкой применимости выдвинутых положений к разделению смесей, порядок разделения которых хорошо известен.

Апробация работы. Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на Российско-американской научной школе-конференции «Моделирование и оптимизация химико-технологических процессов и систем РАШХИ-2016», Казань, КНИТУ, 2016; на Международной научной конференции ММЕТ NW 2018, Санкт-Петербург, СПбГТИ(ТУ), 2018.

Публикации. Основные результаты диссертационной работы изложены в 6 тезисах докладов конференций, опубликованы 5 работ в журналах, из них 4 работы опубликованы в журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки РФ; на основании проведенных исследований получен диплом лауреата конкурса «Молодые ученые» в рамках 21-ой Международной промышленной выставки «Металл ЭКСПО 2015», а также специальный именной грант Некоммерческой организации «Благотворительный фонд «ЛУКОЙЛ» в 2017 г. и в 2018 г.; осуществлена государственная регистрация программы для ЭВМ «Программа выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условий четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации» в Федеральной службе по интеллектуальной собственности Российской Федерации. Номер регистрации (свидетельства) № 2018618946. Дата регистрации: 24.07.2018. Язык программирования: MATLAB; подана заявка на патент № 2018136571 от 17.10.2018 «Способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов».

Структура и объем диссертационной работы. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений, приложений и библиографического списка. Диссертационная работа изложена на 223 страницах машинописного текста, содержит 96 рисунков, 53 таблицы, библиография включает 64 наименования.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и основные задачи, раскрыты научная новизна и практическая значимость работы.

В **первой главе** рассмотрены существующие технологии производства и первичного разделения продуктов реакции прямого синтеза этилхлорсиланов, выполнен аналитический обзор технологических решений схем разделения с использованием принципов термодинамически обратимой ректификации. Рассмотрены различные ПМП, которые можно использовать на этапе разработки химической технологии. Выбран ПМП ChemCAD, как обеспечивающий достижение цели работы, позволяющий провести анализ и, при необходимости, модернизацию созданного производства.

Вторая глава посвящена разработке критериального метода, позволяющего на основании знания теплот испарения компонентов и состава исходной смеси осуществить быстрый выбор между различными вариантами разделения трёхкомпонентной смеси на основании расчёта трех критериальных уравнений, определить последовательность разделения, требующую минимальных энергозатрат, и получить значения технологических параметров, необходимых для последующего строгого моделирования и оптимизации технологического оборудования.

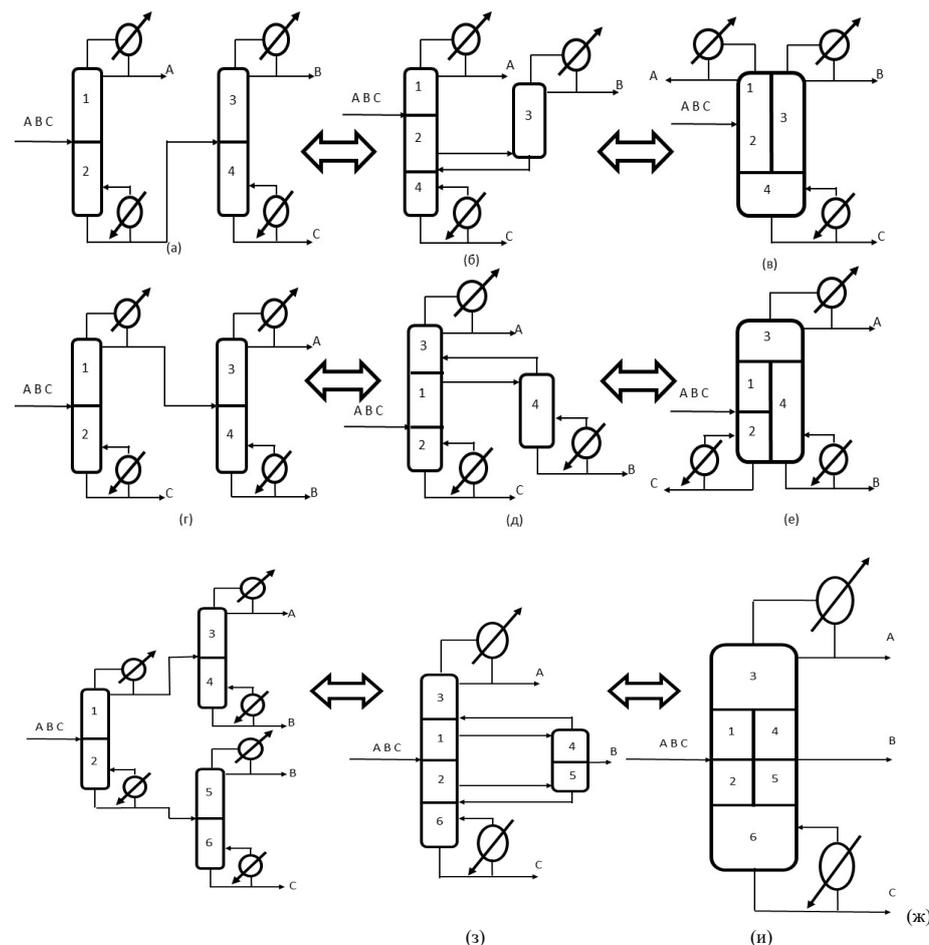


Рисунок 1. Схематическое изображение комплексов ректификационных колонн: а) комплекс с прямой последовательностью ректификационных колонн; б) сложный комплекс с дополнительной укрепляющей секцией; в) сложная ректификационная колонна с верхней разделительной стенкой; г) комплекс с непрямой последовательностью ректификационных колонн; д) сложный комплекс с дополнительной отпарной секцией; е) сложная ректификационная колонна с нижней разделительной стенкой; ж) комплекс с симметричной последовательностью ректификационных колонн; з) сложный комплекс с полностью связанными потоками; и) сложная ректификационная колонна с разделительной стенкой по центру

С целью определения возможности упрощения метода поиска оптимального маршрута разделения смеси, было рассмотрено восемь трехкомпонентных зеотропных смесей, выбранных таким образом чтобы они охватывали различные классы химических веществ: 1. Пентан – Гексан – Гептан; 2. Бензол – Толуол – Этилбензол; 3. Этанол – н-Пропанол – н-Бутанол; 4. Метанол – Этанол – Изобутанол; 5. Гексан – Толуол – Хлорбензол; 6. Хлороформ – Толуол – Хлорбензол; 7. Метилэтилкетон – н-Пропанол – Уксусная кислота; 8. Хлороформ – Бензол – Толуол.

Расчет осуществлялся при условии четкого разделения на примере трех базовых комплексов ректификационных колонн с прямой, непрямой и симметричной последовательностью, которые топологически эквивалентны колоннам с разделительной стенкой, расположенной в верхней, центральной и нижней частях колонны, соответственно (рисунок 1). Расчет простых комплексов и является первым этапом при расчете сложных колонн с различным положением разделительной стенки.

Изучение условий разделения смесей проводилось с применением пакета MATLAB на основе приближенной методики расчета ректификационных колонн. Был выполнен анализ концентрационной области для всех рассматриваемых смесей. Анализ выполнялся методом сканирования всей концентрационной области. Результаты расчета позволили сравнить суммарные тепловые нагрузки (по модулю) вышеуказанных комплексов ректификации.

На диаграмме Гиббса (рисунок 2) для одной из рассматриваемых смесей обозначены три концентрационные области, в каждой из которых выгоден один из трех вариантов разделения трёхкомпонентной системы. Поскольку расчёт технологических процессов имеет определённые допуски по точности, и при подборе промышленного оборудования закладываются необходимые технологические запасы, учитывающие не стационарность протекающих процессов, на рисунке белой полосой показаны те концентрационные области, в которых разница энергозатрат между различными вариантами разделения смеси не превышает 5%.

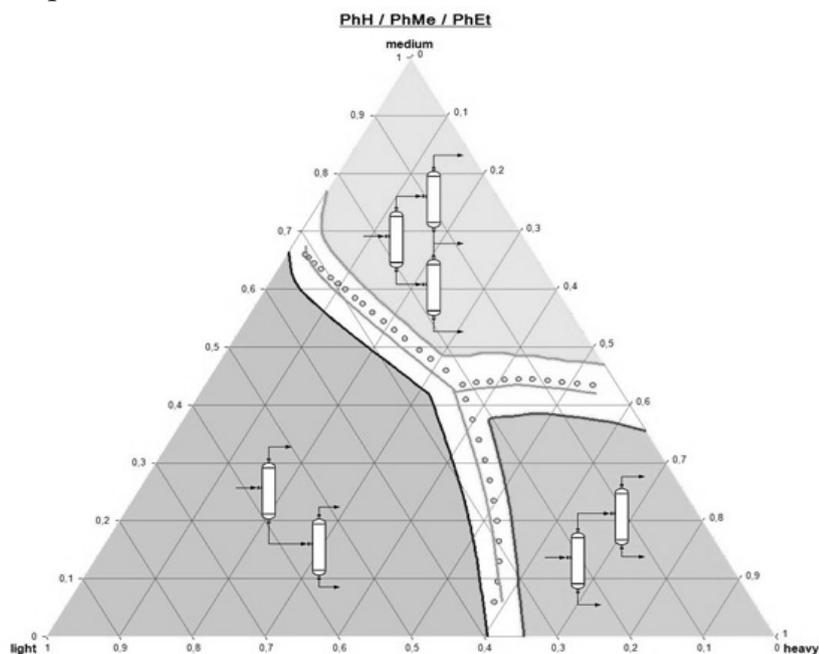


Рисунок 2. Линия равенства суммарных энергозатрат для комплексов с прямой, непрямой и симметричной последовательностями ректификационных колонн. Сплошная линия: равенство при чистоте выделяемых продуктов 99%; Белая полоса: полоса допуска $\pm 2,5\%$ для линии равенства энергозатрат; пунктирная линия: расчёт линии равенства по упрощённому критерию (уравнения 4, 8 и 9).

По результатам проведённого исследования предложены три критериальных уравнения, позволяющие сделать более оперативный выбор между различными вариантами разделения, не рассчитывая при этом каждую колонну комплекса, даже по приближенной методике.

Разработка критериальных уравнений основывалась на следующих принципах:

1. Для сопоставления энергозатрат разделение смеси на компоненты принималось при 100%-ной чистоте получаемых индивидуальных продуктов.

2. Количество тепла, подводимого в кубе колонны, и тепла, отводимого в дефлегматоре (при полной конденсации), равны.

С учётом сделанных допущений для значения суммарной тепловой нагрузки комплекса с прямой (1) и непрямой (2) последовательностью колонн было получено следующее выражение:

$$Q^{1\text{компл.к.}} = 2 \cdot (R_{\min}^I + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A + 2 \cdot (R_{\min}^{II} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B \quad (1)$$

$$Q^{2\text{компл.к.}} = 2 \cdot (R_{\min}^{I*} + 1) \cdot (A \cdot \Delta H_A + B \cdot \Delta H_B) + 2 \cdot (R_{\min}^{II*} + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A \quad (2)$$

где R_{\min} – минимальное флегмовое число; A – расход компонента А, кмоль/ч; B – расход компонента В, кмоль/ч; ΔH – теплота парообразования индивидуального вещества, кДж/кмоль; I, II – первая, вторая колонны комплекса с прямой последовательностью колонн; I*, II* – первая, вторая колонны комплекса с непрямой последовательностью колонн.

Условие равенства суммарных тепловых нагрузок комплексов (3) колонн можно записать в следующем виде:

$$\frac{Q^{1\text{компл.к.}}}{Q^{2\text{компл.к.}}} = \frac{2 \cdot (R_{\min}^I + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A + 2 \cdot (R_{\min}^{II} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B}{2 \cdot (R_{\min}^{I*} + 1) \cdot (A \cdot \Delta H_A + B \cdot \Delta H_B) + 2 \cdot (R_{\min}^{II*} + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A} = 1 \quad (3)$$

Выполнив разделение переменных, получаем критериальное уравнение, с помощью которого для трехкомпонентной смеси с известным составом можно определить какой из комплексов (прямая и непрямая последовательность разделения) энергетически наиболее выгоден: если соотношение в левой части меньше единицы, то меньшие энергозатраты будут для комплекса колонн с прямым разделением (т.е. первым должен выделяться компонент А).

$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{\min}^I - R_{\min}^{I*} - R_{\min}^{II*} - 1)}{B \cdot \Delta H_B \cdot (R_{\min}^{I*} - R_{\min}^{II})} = 1 \quad (4)$$

Комплексы ректификационных колонн с прямой и непрямой последовательностью представляют собой простейший способ разделения трёхкомпонентной смеси. Более сложным технологическим решением является симметричная последовательность разделения.

При расчете полного материального баланса комплекса необходимо вводить коэффициент b , показывающий отношение количеств среднего компонента в дистилляте и в кубовой жидкости. Применяв ранее принятые упрощения материального баланса, было получено аналитическое значение этого коэффициента:

$$\frac{1}{b} = \frac{\alpha_2}{\alpha_1} \cdot \frac{B}{A} \cdot \frac{1}{\beta} - 1 \quad (5)$$

где

$$\beta = -\frac{(\alpha_2 - \varphi_2) \cdot (\alpha_2 - \varphi_1)}{(\alpha_1 - \varphi_1) \cdot (\alpha_1 - \varphi_2)} \quad (6)$$

φ_1 и φ_2 – корни уравнений; значения корней лежат между значениями относительных летучестей ключевых компонентов α_1, α_2

С учётом принятых допущений получаем значения суммарной тепловой нагрузки всех трёх колонн комплекса и затем, получаем выражение для суммарных энергозатрат третьего комплекса.

$$Q^{3\text{комплекса}} = 2 \cdot [(R_{mn}^{I^{**}} + R_{mn}^{II^{**}} + 2) \cdot A \cdot \Delta H_A + (\frac{R_{mn}^{I^{**}} \cdot b + R_{mn}^{III^{**}}}{1+b} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B] \quad (7)$$

где R_{min} – минимальное флегмовое число; A – расход компонента А, кмоль/ч; B – расход компонента В, кмоль/ч; ΔH – теплота парообразования индивидуального вещества, кДж/кмоль; $I^{**}, II^{**}, III^{**}$ – первая, вторая, третья колонны комплекса с симметричной последовательностью колонн.

После выполнения необходимых математических преобразований, получено критериальное уравнение, согласно которому для трехкомпонентной смеси с известным составом можно определить, какой из комплексов (прямая и симметричная последовательность разделения) энергетически наиболее выгоден. Если соотношение в левой части меньше единицы, то меньшие энергозатраты будут для комплекса колонн с прямым разделением (т.е. первым должен выделяться компонент А).

$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{mn}^I - R_{mn}^{I^{**}} - R_{mn}^{II^{**}} - 1)}{B \cdot \Delta H_B \cdot (\frac{R_{mn}^{I^{**}} \cdot b + R_{mn}^{III^{**}}}{1+b} - R_{mn}^{II})} = 1 \quad (8)$$

Аналогичным методом получено критериальное уравнение для сравнения комплексов с непрямой ($Q^2_{\text{комплекса}}$) и симметричной ($Q^3_{\text{комплекса}}$) последовательностью ректификационных колонн. Если соотношение в левой части меньше единицы, то меньшие энергозатраты будут для комплекса колонн с непрямым разделением (т.е. первым должен выделяться компонент В).

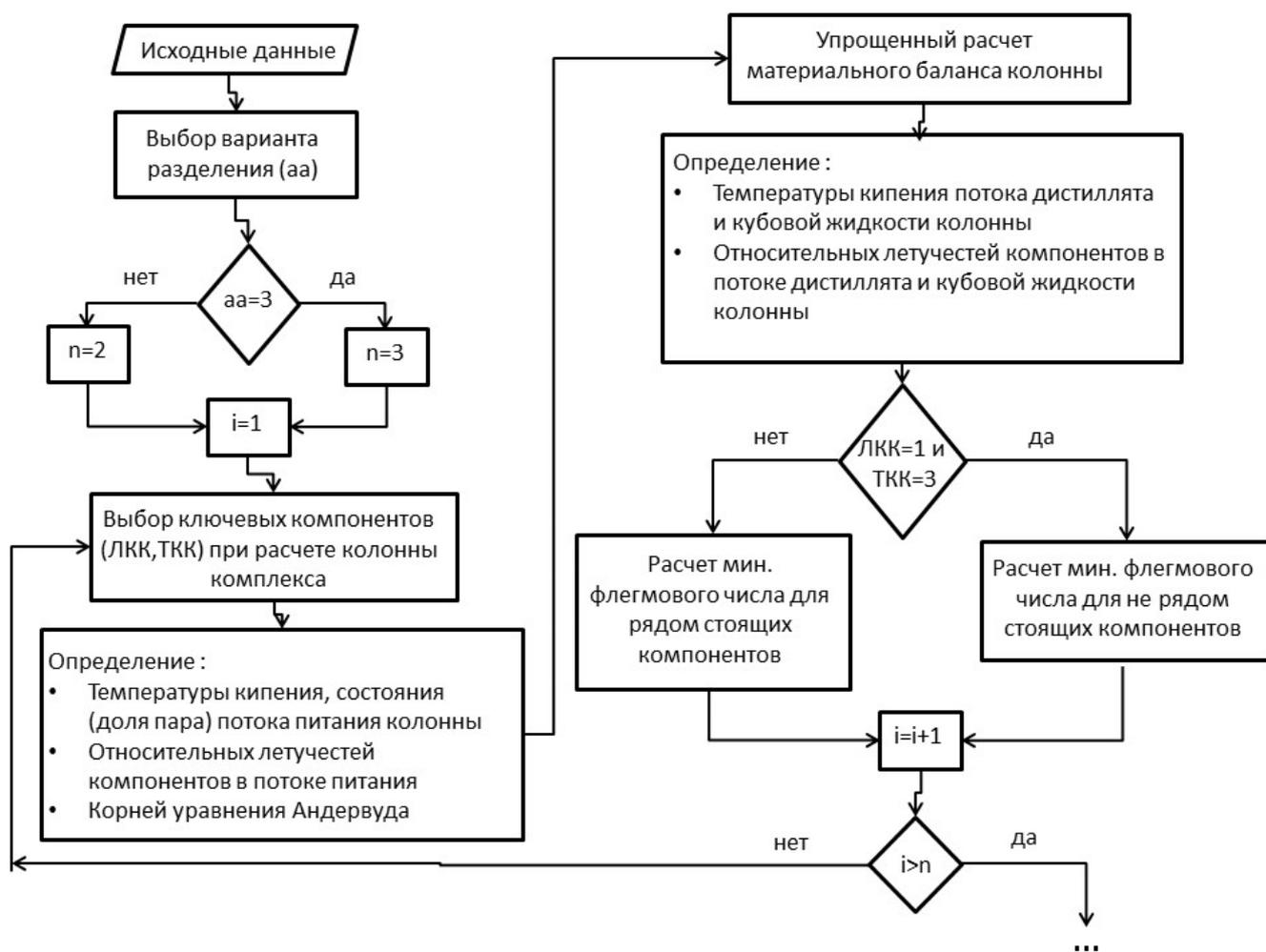
$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{mn}^{I^*} - R_{mn}^{I^{**}} - R_{mn}^{II^{**}} - R_{mn}^{II^*})}{B \cdot \Delta H_B \cdot (\frac{R_{mn}^{I^{**}} \cdot b + R_{mn}^{III^{**}}}{1+b} - R_{mn}^{I^*})} = 1 \quad (9)$$

Для практического применения выведенных критериальных уравнений (4, 8, 9) не требуется анализировать всю концентрационную область. Был разработан программный продукт на основе алгоритма выбора последовательности разделения трехкомпонентных систем при условии четкого разделения с использованием разработанных критериальных уравнений (рис.3), и реализован в виде программы на языке MATLAB, Программу можно представить в виде двух модулей:

1. Выбор оптимальной последовательности разделения посредством использования трех критериальных уравнений (уравнения 4, 8, 9). Применение разработанных критериальных уравнений требует предварительного расчета минимальных флегмовых чисел исходя из упрощенного материального баланса каждой рассматриваемой колонны, а также знание теплот испарения компонентов, состав и расход потока питания исходной смеси.

2. Расчет выбранной, оптимальной схемы на основании приближенной методики расчета ректификационных колонн с целью определения начальных приближений технологических параметров колонн (материальный баланс, тепловые нагрузки дефлегматоров и кипятильников, флегмовые числа, высоты колонн в теоретических тарелках и номера тарелок питания) для последующего моделирования строгими методами «от тарелки к тарелке».

На рисунке 3 представлена блок схема расчета.



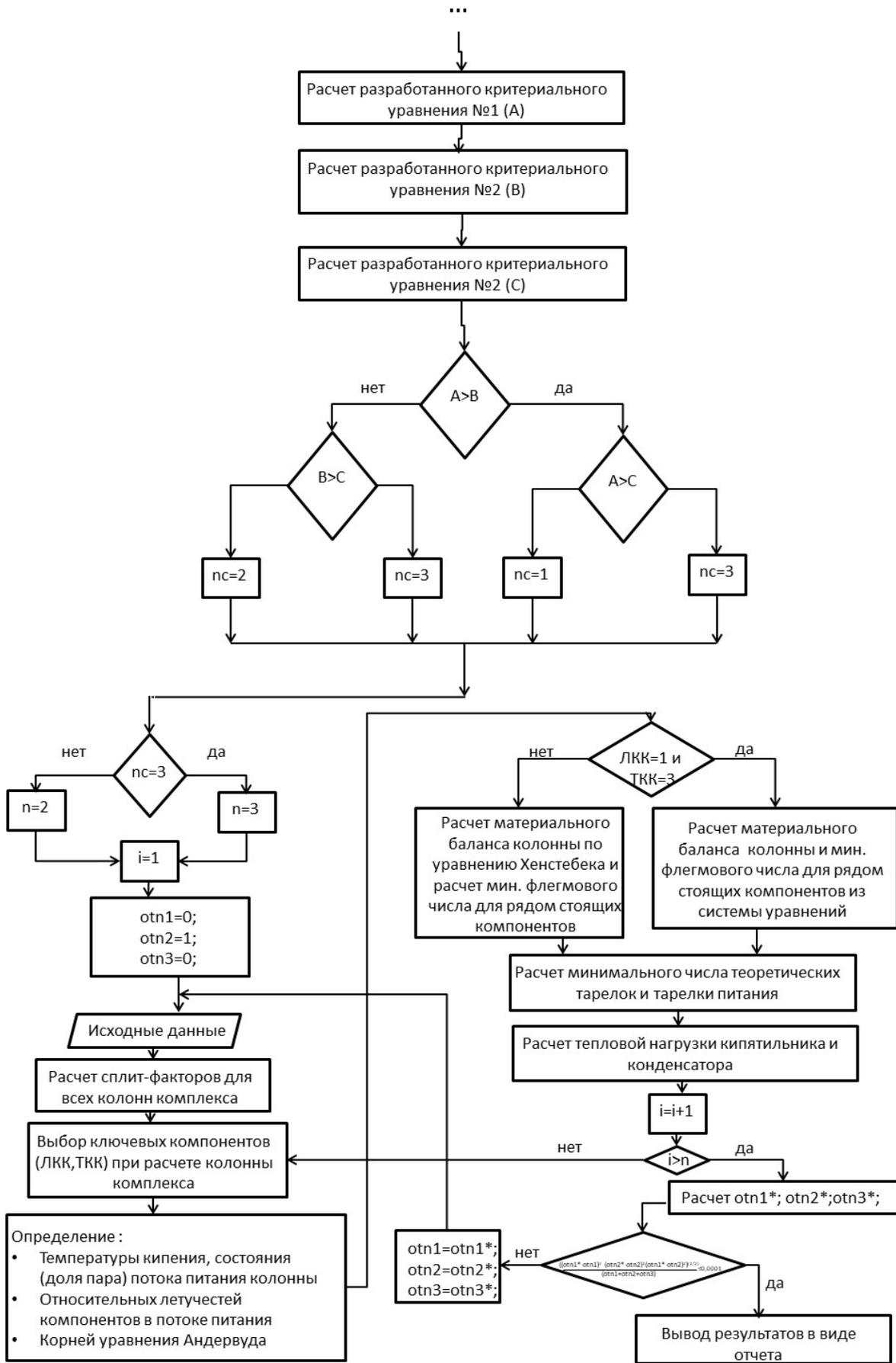


Рисунок 3 Блок-схема алгоритма выбора последовательности разделения трехкомпонентных эвтропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации

С целью проверки работоспособности разработанных критериальных уравнений и метода выбора оптимальной последовательности разделения было проведено исследование с использованием точных методов решения для расчёта простых комплексов ректификации на основе ПМП ChemCAD. Исследование проводилось на примере трехкомпонентной зеотропной системы «этанол – пропанол – бутанол». Было рассмотрено 6 составов потока питания, отвечающих различным концентрационным областям (табл. 1).

Смесь, состава потока питания, необходимо было четко разделить на индивидуальные компоненты (0.99 мол. доля.) с использованием трех ранее упомянутых простых ректификационных комплексов и сравнить их суммарных энергозатраты.

Таблица 1. Составы потока питания, мольные доли

Состав:	этанол	–	пропанол	–	бутанол
состав № 1:	0,5	–	0,2	–	0,3
состав № 2:	0,1	–	0,2	–	0,7
состав № 3:	0,1	–	0,6	–	0,3
состав № 4:	0,3	–	0,3	–	0,4
состав № 5:	0,22	–	0,58	–	0,2
состав № 6:	0,15	–	0,35	–	0,5

В результате проведенного исследования (табл. 2) было получено, что несмотря на то что, при строгом расчёте комплексов от тарелки к тарелке в абсолютном выражении полученные величины суммарных тепловых нагрузок комплексов отличаются от полученных при упрощённых расчётах, взаимное расположение комплексов согласно их энергоэффективности сохраняется. Это

означает, что для выбора последовательности разделения трёхкомпонентной смеси вместо полного расчёта всех вариантов ректификации можно воспользоваться проведением упрощённого расчёта по предлагаемым нами критериальным уравнениям.

Естественно, использование параметров колонн (тепловые нагрузки, флегмовые числа, потоки жидкости и пара), полученных при упрощённом расчете, недопустимо иначе, как в виде первоначального приближения для последующего точного моделирования ректификационного комплекса.

Таблица 2. Суммарная тепловая нагрузка комплексов с прямой (ППК – рисунок 1 (а)), непрямой (НПК – рисунок 1 (г)), симметричной (СПК– рисунок 1 (ж)) последовательность ректификационных колонн.

Суммарная тепловая нагрузка комплекса, Гкал/час (Q_{sum})						
методы расчета	ППК		НПК		СПК	
	Упрощенный	Точный	Упрощенный	Точный	Упрощенный	Точный
Состав №1	131,47	146,29	160,63	176,89	167,33	186,45
Состав №2	117,37	128,12	101,35	111,39	114,74	142,71
Состав №3	163,02	183,10	156,33	176,17	143,18	174,50
Состав №4	136,73	147,72	143,90	160,15	175,69	186,21
Состав №5	164,22	183,06	169,72	196,01	156,81	173,34
Состав №6	138,40	145,81	130,04	142,71	134,10	152,98

В третьей главе рассмотрена применимость разработанного во второй главе подхода к выбору порядка разделения многокомпонентных смесей для колонн с внутренней разделительной стенки. Была детально описана процедура моделирования в ПМП ChemCAD сложной колонны при трёх различных положениях внутренней разделительной стенки. На примере трехкомпонентной зеотропной системы «Этанол–

Пропанол–Бутанол» были подготовлены компьютерные модели для нескольких вариантов положения разделительной стенки в сложной колонне и проведены расчёты шести составов потока питания.

Результаты расчета (табл. 3) подтвердили применимость разработанных критериальных уравнений для выбора оптимальной последовательности разделения как для комплексов простых ректификационных колонн, так и для колонн с внутренней разделительной стенкой.

Таблица 3. Суммарная тепловая нагрузка сложных колонн с различным положением внутренних разделительных стенок в колонне, Гкал/час

	в верхней части	в нижней части	в центральной части
Состав №1	137,94	139	146,11
Состав №2	122,51	104,47	129,65
Состав №3	171,21	173,26	119,07
Состав №4	141,39	184,66	152,69
Состав №5	167,56	171,39	139,28
Состав №6	144,29	133,99	136,79

С учётом результатов моделирования в статическом режиме, для сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру, была подготовлена компьютерная модель с ПИД-регуляторами, позволяющая выполнять расчёты в динамическом режиме.

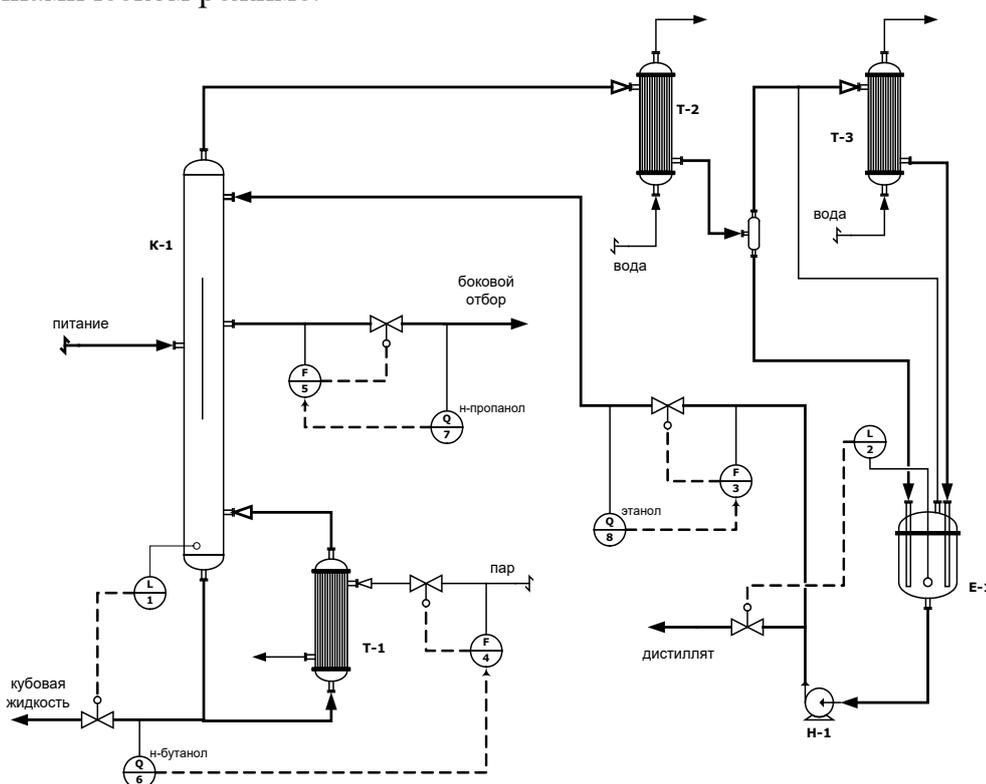


Рисунок 4. Схема регулирования параметров работы сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру (рисунок 1 (и))

Подготовленная схема была использована для анализа эффективности ее работы в нестационарных режимах поступления исходной смеси (изменение состава потока питания). По результатам моделирования было определено восемь точек контроля и управления технологическим процессом (рисунок 4). В ходе подготовки динамической компьютерной модели найдены параметры для восьми ПИД-регуляторов, из них шесть в составе трех каскадных контуров регулирования.

Всего, для созданной динамической модели сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру, были рассмотрены различные режимы изменения входных параметров, связанные с изменениями состава поступающей на разделение смеси, а именно: при резких изменениях состава (рисунок 5) и при периодических колебаниях состава (рисунок 6). Во всех случаях созданная технологическая схема с системой управления процессом обеспечивает удовлетворительное соблюдение норм технологического режима.

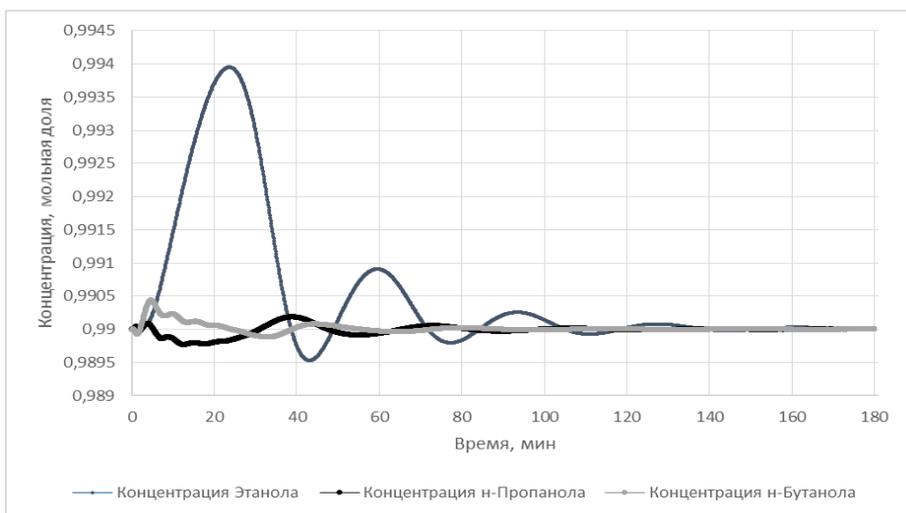


Рисунок 5.
Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при резком изменении состава потока питания

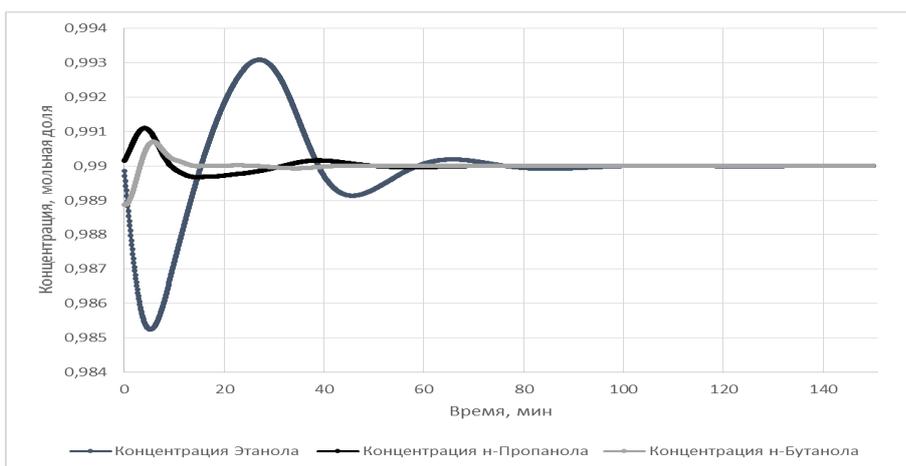


Рисунок 6.
Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при колебаниях состава с периодом 40 минут.

В четвертой главе рассматривается вопрос модернизации технологии разделения смеси этилхлорсиланов. Известно две схемы разделения этилхлорсиланов. В одной из них осуществляется последовательное выделение целевых продуктов на четырёх ректификационных колоннах (выделение смеси высококипящих продуктов, легкокипящих продуктов, этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана, диэтилдихлорсилана).

В другой осуществляется параллельно-последовательное разделение целевых продуктов (выделение высококипящих продуктов, разделение на две фракции, далее из легкой фракции выделяют смесь легкокипящих продуктов и этилдихлорсилан, из тяжелой фракции выделяются этилтрихлорсилан и диэтилдихлорсилан).

С целью оценки применимости, в качестве сопоставительного примера было выполнено моделирование существующих схем разделения с оптимизацией каждой из ректификационных колонн (тарелка питания, высота колонны, флегмовое число).

С помощью разработанного алгоритма выбора последовательности разделения был определен порядок разделения смеси ЭХС и подготовлена оптимальная схема разделения (рисунок 7), исходя из технических требований к чистоте конечных продуктов и их физико-химических свойств.

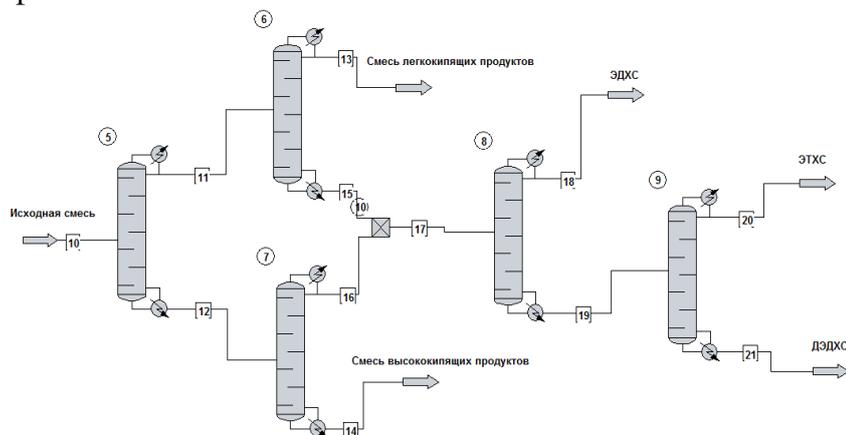


Рисунок 7. Схема разделения смеси ЭХС согласно разработанной методике определения оптимального порядка разделения.

Для проверки оптимальности порядка разделения смеси этилхлорсиланов, найденного с помощью разработанного алгоритма, средствами ПМП ChemCAD были проанализированы все возможные варианты разделения, при условии, что каждый вариант будет оптимизирован по единому критерию. В качестве такового был принят энергетический критерий (с определением высоты каждой колонны и тарелки питания при заданном качестве получаемых продуктов).

Рассмотрение всех возможных вариантов разделения смеси ЭХС показало, что наименьшие энергозатраты на разделение смеси соответствуют тому порядку разделения, которой был определен с помощью алгоритма выбора последовательности разделения, описанного во второй главе. Это подтверждает применимость разработанного алгоритма на языке MATLAB для определения порядка разделения многокомпонентных смесей.

Для выбранного порядка разделение было выполнено моделирование двух сложных колонн с разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, соответственно (рисунок 8).

Суммарная энергетика двух сложных ректификационных колонн с разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, на 31,77% меньше чем энергетика общеизвестной схемы с параллельно-последовательным разделением и на 28,9% меньше чем энергетика схемы с последовательным разделением.

Таким образом, использование сложных колонн с разделительной стенкой для разделения смеси этилхлорсиланов позволяет снизить общие энергетические затраты на разделение смеси не менее, чем на 25%, и уменьшить вдвое число ректификационных колонн, что позволяет в два раза сократить число единиц оборудования, обслуживающих колонны (подогрев питания, дефлегматоры, кипятильники, флегмовые ёмкости, флегмовые насосы) и в три раза сократить объём ёмкостного парка, необходимый для хранения промежуточных продуктов разделения. Тем самым предлагаемый способ разделения смеси этилхлорсиланов позволяет сократить на 14% капитальные и на 25% эксплуатационные затраты и необходимые размеры. По результатам моделирования схемы

разделения смеси этилхлорсиланов была подана заявка на патент «Способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов» №2018136571 от 17.10.2018.

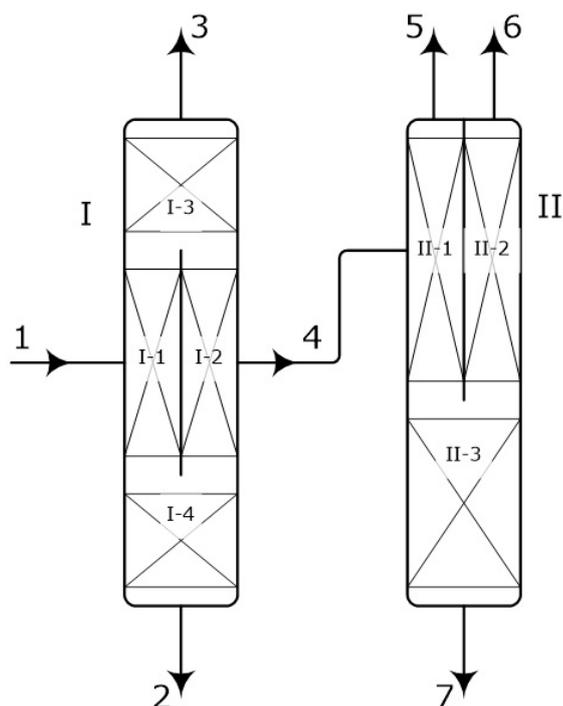


Рисунок 8. Схема разделения смеси ЭХС с использованием двух сложных колонн с разделительной стенкой, расположенной в центральной и верхней частях колонны;

1. Исходная смесь этилхлорсиланов;
 2. Высококипящие продукты с температурой кипения выше, чем у диэтилдихлорсилана;
 3. Легкокипящие продукты с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана;
 4. Смесь целевых этилхлорсиланов;
 5. Этилдихлорсилан;
 6. Этилтрихлорсилан;
 7. Диэтилдихлорсилан.

I. Колонна выделения высококипящих и легкокипящих продуктов; **II.** Колонна разделения этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана.

I-1. Секция предварительного разделения колонны I; I-2. Секция окончательного разделения колонны I; I-3. Общая вышележащая секция колонны I; I-4. Общая нижележащая секция колонны I; II-1. Секция предварительного разделения колонны II; II-2. Секция окончательного разделения колонны II; II-3. Общая нижележащая секция колонны II.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

1. Выполнен анализ существующих технологических решений стадии первичного разделения продуктов прямого синтеза этилхлорсиланов и аналитический обзор технологических решений схем разделения с использованием принципов термодинамически обратимой ректификации.
2. Разработаны критериальные уравнения (уравнения 4, 8, 9), позволяющие на основании знания теплот испарения компонентов и состава исходной зеотропной смеси выбрать наиболее предпочтительный комплекс ректификационных колонн при условии четкого разделения и для каждой колонны комплекса получить значения технологических параметров,
3. Разработан алгоритм расчёта, использующий предлагаемые критериальные уравнения, который не только позволяет быстро и с минимальными затратами определить порядок разделения, но и для выбранного комплекса колонн получить значения технологических параметров, необходимых для последующего строго расчета и оптимизации колонн с внутренней разделительной стенкой в моделирующих программах типа CHEMCAD, AspenPlus, Pro II и им аналогичных.
4. Получено свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ «Программа выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условий четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации» в Федеральной службе по интеллектуальной собственности Российской Федерации. Номер регистрации (свидетельства) № 2018618946 от 24.07.2018. Язык программирования: MATLAB.

5. Подтверждена применимость разработанных критериальных уравнений и самого метода выбора оптимальной энергоэффективной схемы разделения многокомпонентной системы в результате проведенного исследования на основе строго расчёта с помощью моделирующей программы CHEMCAD. Показано, что относительная энергоэффективность ректификационных комплексов при критериальном и при строгом расчёте сохраняется, несмотря на то, что имеются отличия в абсолютных численных значениях суммарных тепловых нагрузок комплексов.
6. Разработана компьютерная модель сложной ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки.
7. Определены точки контроля и управления работой ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки.
8. Описана процедура динамического моделирования технологических процессов для колонн с внутренней разделительной стенкой и включающих рецикловые потоки и многоуровневые каскадные схемы регулирования.
9. Разработаны компьютерные модели двух общеизвестных схем разделения смеси этилхлорсиланов.
10. Подтверждена применимость разработанного алгоритма на языке MATLAB для определения порядка разделения многокомпонентной смеси этилхлорсиланов результатами проведенного исследования на основе строго расчёта с помощью моделирующей программы CHEMCAD.
11. Разработаны компьютерные модели двух сложных колонн: с разделительной стенкой, расположенной в центральной части колонны, для разделения исходной смеси ЭХС на три фракции: легкая, средняя и тяжелая; сложная ректификационная колонна с разделительной стенкой, расположенной в верхней части колонны, для разделения средней фракции на три целевых продукта: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан.

ОСНОВНЫЕ РАБОТЫ, ОПУБЛИКОВАННЫЕ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:

В изданиях из перечня ВАК:

1. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н. Технологический расчет сложных комплексов ректификационных колонн и оценка их эффективности с учетом колебания состава питания. // Химическая технология, 2016, №8, С. 367-376
2. Pankrushina A.V., Gartman T.N. The Process Design of Complex Systems of Rectification Columns and the Evaluation of Their Effectiveness with the Assumption of the Range of Feed Composition. // Theoretical Foundations of Chemical Engineering, 2017, Vol. 51, No. 5, pp. 858–866.
3. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н., Перерва О.В., Новикова Д.К., Клушин Д.В. Критериальный метод синтеза комплекса ректификационных колонн с внутренними перегородками. // Химическая промышленность сегодня, 2017, №4, с.45-55
4. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н., Перерва О.В., Новикова Д.К., Клушин Д.В. Эффективный выбор вариантов ректификации для колонн с внутренними перегородками. // Химическая промышленность сегодня, 2017, №5, с.9-16

5. Панкрушина А.В. Компьютерное моделирование сложных колонн с внутренней разделительной стенкой в статических и динамических режимах // Химическая промышленность сегодня, 2018, №4, с.22-27

В других изданиях:

6. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н. Компьютерный анализ ректификационных комплексов с рециклическими потоками в технологических схемах химических производств с позиции энергосбережения. // Сборник материалов международной научно-практической конференции «Рециклинг, переработка отходов и чистые технологии». ФГУП «Институт Гинцветмет», Москва, 2014
7. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н. Исследование параметрической чувствительности процессов рециклинга в сложных комплексах ректификационных колонн. // Сб. материалов XI-й Международной научно-практической конференции «Рециклинг, переработка отходов и чистые технологии», 2015
8. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н., Клушин Д.В. Процедура расчета сложных комплексов ректификационных колонн с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками с применением программ ChemCAD и MATLAB. // Сборник тезисов докладов Российско-американская научная школа-конференция «Моделирование и оптимизация химико-технологических процессов и систем РАШХИ-2016», Казань, КНИТУ, 2016, С. 16-18
9. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н., Моргунова Е.П. Анализ эффективности ректификационных комплексов разделения зеотропной жидкой системы путем оценки суммарных тепловых нагрузок кипятильников и конденсаторов. // Сборник материалов международного конгресса молодых ученых по химии и химической технологии “МКХТ-2016”, том XXX, №2, Москва, РХТУ, 2016, Т. XXX, №2, С. 132-134
10. Панкрушина А.В., Перерва О.В., Гартман Т.Н. Инициализация параметров расчета и оценка эффективности комплексов с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками. // Сборник материалов XXX - Международной научной конференции Математические Методы в Технике и Технологиях ММТТ- 30, 2017, Т.4, С. 66-68
11. Панкрушина А.В., Гартман Т.Н., Перерва О.В., Клушин Д.В. Подготовка компьютерной модели сложной ректификационной колонны с различным положением внутренних перегородок // Сборник докладов Международной научной конференции ММЕТ NW 2018, Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2018, С. 201-204
12. Панкрушина А.В., Перерва О.В., Гартман Т.Н. Программа выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условий четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2018618946 от 24.07.2018 г.
13. Перерва О.В., Ендовин Ю.П., Панкрушина А.В., Гартман Т.Н. Способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов. Заявка на патент № 2018136571 от 17.10.2018 г.

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает искреннюю признательность и глубокую благодарность: научному руководителю – профессору Гартману Томашу Николаевичу за постоянное внимание и ценные советы.

Автор считает своим долгом выразить признательность старшему научному сотруднику лаборатории промышленного производства кремнийорганических мономеров ГНЦ РФ АО «ГНИИХТЭОС» к.т.н. Перерве Олегу Валентиновичу за постоянное внимание к работе и помощь, оказанную при написании диссертационной работы.

Автор искренне благодарит всех преподавателей кафедры информатики и компьютерного проектирования РХТУ имени Д.И. Менделеева за доброжелательное отношение и плодотворные научные дискуссии по результатам диссертационной работы.