

На правах рукописи

**Панкрушина Алла Вадимовна**

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

Специальности:

05.17.04 – Технология органических веществ (технические науки)

05.13.18 – Математическое моделирование, численные методы и  
комплексы программ (технические науки)

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор  
Гартман Томаш Николаевич

**Москва – 2019**

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ ЭНЕРГОСБЕРЕЖЕНИЯ ПРОЦЕССОВ РАЗДЕЛЕНИЯ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПОЛУЧЕНИЯ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ.....	11
1.1 Существующие технологии получения кремнийорганических мономеров .....	11
1.2 Прямой метод синтеза кремнийорганических мономеров .....	13
1.3 Ректификационное разделение сырца кремнийорганических мономеров.....	16
1.4 Современные энергоэффективные решения комплексов ректификации.....	22
1.5 Комплексы с частично связанными тепловыми и материальными потоками.....	25
1.6 Комплексы со связанными тепловыми и материальными потоками.....	26
1.7 Колонны с внутренними разделительными стенками и их применение.....	28
1.8 Компьютерное моделирование химико-технологических схем.....	32
Выводы по главе 1.....	34
ГЛАВА 2. РАЗРАБОТКА КРИТЕРИАЛЬНОГО МЕТОДА СИНТЕЗА КОМПЛЕКСА РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН С ВНУТРЕННИМИ РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫМИ СТЕНКАМИ ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО ВЫБОРА ВАРИАНТОВ РЕКТИФИКАЦИИ.....	35

2.1 Расчет комплексов с прямой и непрямой последовательностью ректификационных колонн на основе уравнений Фенске-Андервуда.....	41
2.2 Упрощённый метод выбора между прямой и непрямой последовательностью разделения трёхкомпонентной смеси.....	47
2.3 Расчет комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн на основе уравнений Фенске-Андервуда.....	52
2.4 Упрощённый метод выбора между симметричной, прямой и непрямой последовательностями разделения трёхкомпонентной смеси.....	55
2.5 Проверка применимости критериальных уравнений путём строго расчёта разделения с помощью программы ChemCAD.....	63
2.6 Алгоритм выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации.....	71
Выводы по главе 2.....	74
<b>ГЛАВА 3. МОДЕЛИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТАЦИОНАРНЫХ И НЕСТАЦИОНАРНЫХ РЕЖИМОВ РАБОТЫ СЛОЖНЫХ КОЛОНН С ВНУТРЕННИМИ РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫМИ СТЕНКАМИ.....</b>	
3.1 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной в верхней части колонны.....	75
3.2 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной в нижней части колонны.....	85

3.3 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру.....	95
3.4 Определение точек контроля и управления работой ректификационной колонны с внутренней разделительной стенкой .....	125
3.5 Моделирование нестационарных (динамических) режимов работы сложной колонны с внутренней разделительной стенкой с системой автоматического управления.....	159
3.5.1 Создание динамической модели кубовой части колонны.....	159
3.5.2 Создание динамической модели системы конденсации.....	161
3.5.3 Сборка полной динамической модели ректификационной колонны.....	164
3.5.4 Изучение работы колонны в динамических режимах.....	172
3.5.5 Уточнение параметров оборудования и перенастройка параметров ПИД-регуляторов ректификационной колонны с внутренней разделительной стенкой .....	176
3.5.6 Повторное изучение работы колонны в динамических режимах.....	183
Выводы по главе 3.....	186
<b>ГЛАВА 4. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЗАДАЧА. РАЗДЕЛЕНИЕ СМЕСИ ЭТИЛХЛОРСИЛАНОВ.....</b>	<b>187</b>
4.1 Компьютерная модель общеизвестной схемы №1 разделения этилхлорсиланов.....	189
4.2 Компьютерная модель общеизвестной схемы №2 разделения этилхлорсиланов.....	191
4.3 Определение порядка разделения на основе разработанного алгоритма с использование программы на языке MATLAB.....	193

4.4 Разделение смеси этилхлорсиланов на простых комплексах с прямой, не прямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн.....	197
4.4.1 Разделение исходной смеси на трех простых комплексах на три фракции: легкую, среднюю, тяжелую.....	198
4.4.2 Разделение средней фракции на трех простых комплексах на три целевых компонента: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан.....	200
4.5 Разделение смеси этилхлорсиланов на двух сложных колоннах с внутренней разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, соответственно.....	202
Выводы по главе 4.....	205
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	206
БЛАГОДАРНОСТИ.....	209
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	210
Приложение 1 (а). Результаты расчета по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения на первом этапе разделения смеси этилхлорсиланов на три фракции: легкая, средняя и тяжелая.....	210
Приложение 1 (б). Результаты расчета по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения на втором этапе разделения средней фракции смеси этилхлорсиланов на три целевых компонента: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан.....	213
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	216

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность работы.**

Основной способ получения этилдихлорсилана, незаменимого сырья для производства материалов специального назначения, является синтез из металлического кремния и газообразного хлористого этила, осуществляемый в реакторе псевдоожиженного 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.

Процессы ректификации являются одними из самых энергоёмких процессов химической технологии, и их эффективность часто определяет экономику производства в целом, в особенности это проявляется, когда необходимо обеспечить условия четкого разделения компонентов смеси. Такие особенности производственных процессов как непрерывность и многотоннажность приводят к тому, что даже относительно невысокие снижение энергозатрат, повышение качества товарных фракций обеспечивают значительный экономический эффект для технологии в целом. Поэтому синтез оптимальных технологических схем ректификационного разделения является одной из важных проблем в химической технологии.

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 достижения поставленной цели в работе сформулированы и решены следующие 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.

**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.

### **Практическая значимость 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 пакета моделирующих программ (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.

**Апробация работы и публикации.** 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.

Результаты диссертационной работы изложены в 6 тезисах докладов конференций, опубликованы 5 работ в журналах, из них 5 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 2018 году. 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 «Способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов» № 2018136571 от 17.10.2018.

**Структура и объем диссертационной работы.** Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений, приложений и библиографического списка. Диссертационная работа изложена на 222 страницах машинописного текста, содержит 96 рисунков, 53 таблицы, библиография включает 64 наименования.

## **ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ ЭНЕРГОСБЕРЕЖЕНИЯ ПРОЦЕССОВ РАЗДЕЛЕНИЯ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПОЛУЧЕНИЯ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИХ ПРОДУКТОВ**

Кремнийорганические силоксаны, в англоязычной литературе называемые «силиконы» (silicones, не путать со словом silicon – кремний), за прошедшие 80 лет проделали путь от перспективных веществ, получаемых в небольших количествах (граммами в лабораториях или килограммами на пилотных установках), до крупнотоннажных производств суммарной мощностью более двух миллионов тонн в год.

Силоксаны – это соединения, молекула которых содержит цепочку атомов Si-O-Si сколь угодно большой длины. Каждый атом кремния при этом имеет 2 одинаковых или разных органических заместителя. Цепочка атомов Si-O-Si может быть линейной, разветвленной или объемной. В настоящее время силоксаны используются повсеместно, причиной этого являются их уникальные свойства, как химические, так и физические. Это высокая температурная стабильность, возможность работы при низких температурах, высокая радиационная стойкость, высокая биологическая инертность, гидрофобность, и многие другие. Именно совокупность свойств кремнийорганических полимеров обуславливает постоянно растущие потребности в данных продуктах.

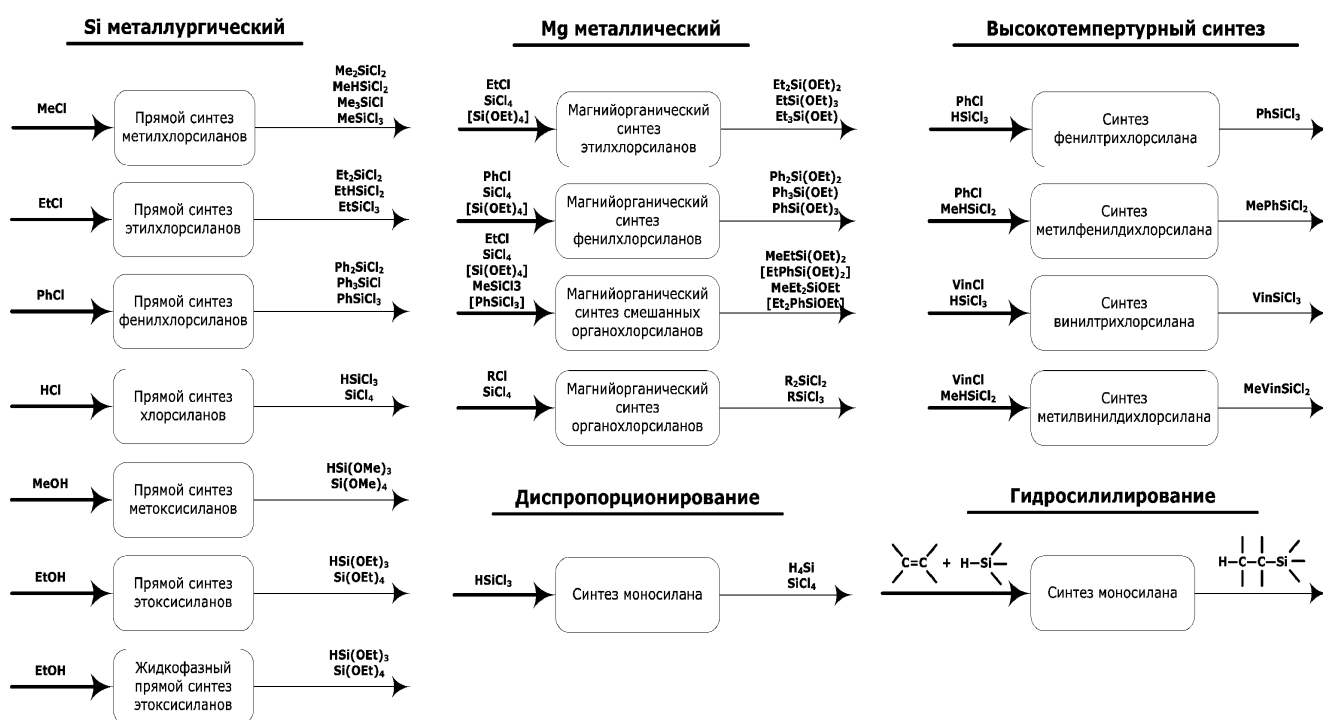
### **1.1 Существующие технологии получения кремнийорганических мономеров**

Сырьевой основой всех товарных силиконов, являются кремнийорганические мономеры. В отличие от традиционных органических соединений, органические соединения кремния в природе не встречаются. Практически безальтернативным сырьём для их синтеза является металлургический кремний (в свою очередь, также не встречающийся в природе и получаемый восстановлением кварцевого песка карботермическим методом). Хотя в настоящее время ведутся поиски новых путей синтеза кремнийорганических соединений непосредственно из природного диоксида кремния, экономически оправданного решения, способного составить

конкуренцию традиционным способам получения силиконов, до сих пор не найдено.

Кремнийорганические мономеры условно можно разделить на основные (базовые) и специальные. Основные мономеры являются продуктами крупнотоннажных производств. Специальные мономеры могут иметь любое сколь угодно сложное строение и включать более одного атома кремния. Эти вещества получают обычно в небольших объёмах (производственная мощность тонны, максимум сотни тонн в год), и для их синтеза используются базовые мономеры в качестве сырья.

Несмотря на многообразие кремнийорганических мономеров, вариантов их промышленного синтеза не так уж и много (рис. 1.1).



**Рисунок 1.1** Основные промышленные методы получения кремнийорганических мономеров

Во-первых, это метод прямого синтеза из металлургического кремния и органического хлорида (или хлористого водорода). Во-вторых, высокотемпературная конденсация трихлорсилана или органохлорсилана

(обязательно содержащего связь Si–H) с органическим хлоридом (атом хлора должен быть обязательно связан с ароматическим кольцом или с непредельной связью C=C). В-третьих, магнийорганический синтез из органического хлорида и кремнийорганического соединения, в котором кремний связан с хлором или алкоксигруппой (в данном синтезе магний выступает как акцептор хлора и образует хлорид магния в качестве отхода производства). В-четвёртых, диспропорционирование, при котором происходит перераспределение групп, связанных с различными атомами кремния. Например, производство моносилана из трихлорсилана. И в-пятых, достаточно широко применяется метод гидросилилирования, в котором кремний вводится в органическую молекулу в ходе реакции присоединения вещества, имеющего связь Si–H, к непредельному соединению с двойной или тройной связью.

Последние два метода, в основном, используются на малотоннажных производствах и для получения небольших количеств продуктов на полупромышленных установках. В составе крупнотоннажных производств применение нашли методы прямого синтеза, высокотемпературной конденсации и магнийорганического синтеза.

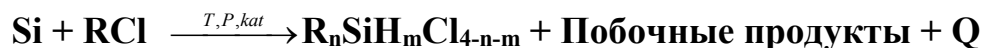
Тем не менее основа производства кремнийорганических мономеров – прямой синтез в реакторе псевдооживленного слоя [1]. Рассмотрим данный метод подробнее.

## **1.2 Прямой метод синтеза кремнийорганических мономеров**

Наиболее важными продуктами для силиконовой промышленности являются метилхлорсиланы. Метильными кремнийорганическими полимерами в настоящее время является более 90% от всей выпускаемой кремнийорганической продукции.

Известен промышленный процесс с применением этильной группы. Это позволят получать полимеры, которые более эффективны при использовании в экстремальных условиях, например, при низких температурах (ниже, чем минус 40 °C). Данная особенность этильных силоксанов имеет существенное значение при освоении Космоса и Арктики.

Основным способом получения кремнийсодержащих мономеров является взаимодействие металлического кремния с различными органическими галоидными соединениями или с хлористым водородом. В общем виде реакции прямого синтеза можно отобразить следующим уравнением:



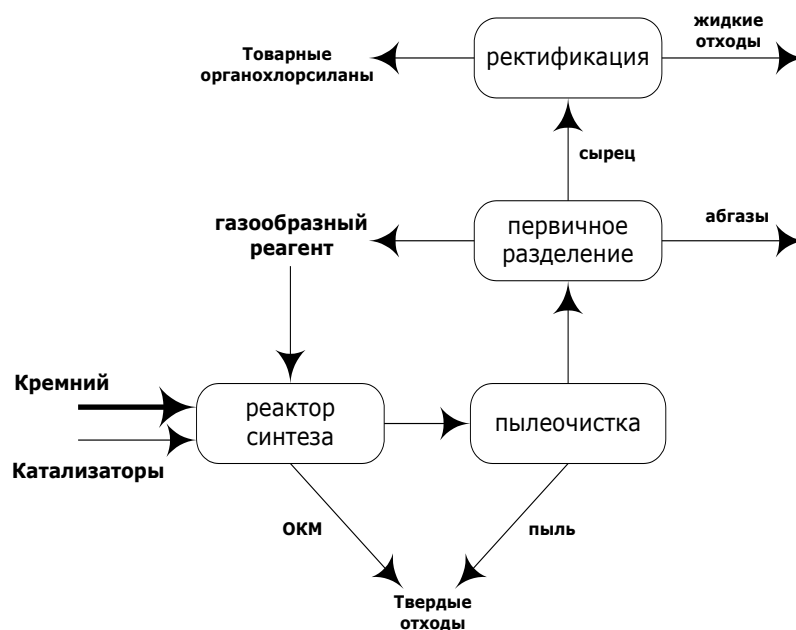
где R = CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>; n = 0÷4, m = 0÷1.

Наибольшее развитие данный метод получил после того, как была обнаружена способность меди катализировать образование Si-R связи в реакции металлического кремния с различными арил- и алкилхлоридами, в первую очередь с хлористым метилом и хлористым этилом.

Получение этилхлорсиланов из металлического кремния и хлористого этила возможно осуществлять в реакторах разного типа. Общим для всех вариантов осуществления синтеза является высокая температура процесса (более 200 °С, обычно 280...320 °С), повышенное давление (до 0,6 МПа (изб), обычно 0,2...0,3 МПа(изб) по верху реактора) и сложный состав выходящей из реактора смеси [2].

Особенностью каталитической реакции прямого синтеза этилхлорсиланов является взаимодействие твёрдого реагента (кремния) и твёрдого катализатора (меди) с газообразным реагентом (хлористым этилом), приводящее к получению газообразных продуктов реакции. По мере протекания реакций кремний расходуется. При этом в контактной массе, остающейся в реакторе синтеза, накапливаются примеси, изначально содержащиеся в исходном кремнии. Доля поверхности доступного для реакции кремния снижается. Уменьшается каталитическая активность меди. В итоге общая скорость реакции по мере выработки кремния снижается. Одновременно с этим уменьшается размер частиц твёрдого материала, что, в свою очередь, обуславливает появление в газовом потоке, выходящем из реактора синтеза, мелкодисперсных пирофорных частиц с высокой реакционной способностью по отношению к кислороду и влаге воздуха.

Данные особенности процесса определяют классическую схему проведения прямого синтеза органохлорсиланов (рисунок 1.2).



**Рисунок 1.2** Блок-схема прямого синтеза органохлорсиланов

Металлический кремний, катализаторы и газообразный реагент после необходимой подготовки (например, испарения в случае жидкого органохлорида) поступают в реактор синтеза. Выходящие из реактора продукты очищаются от пыли. Пыль и отработанная контактная масса (ОКМ) из реактора синтеза формируют твёрдые отходы, поступающие на специальную стадию обезвреживания и переработки. Обеспыленная смесь далее поступает на стадию первичного разделения, где выделяются абгазы процесса (водород, метан, этан, этилен - состав абгазов зависит от используемого органохлорида), непрореагировавший исходный реагент, возвращаемый на стадию синтеза, и сырец продуктов синтеза. Абгазы далее поступают на стадию сжигания, а сырец подвергается ректификационному разделению на товарные продукты и жидкие отходы, которые представляют собой побочные продукты синтеза. Жидкие отходы могут или уничтожаться, или использоваться как сырьё в различных вспомогательных процессах.

В зависимости от используемого газообразного реагента состав и аппаратное оформление большинства стадий получения товарных продуктов

могут меняться. Так, например, в случае проведения реакции кремния с хлористым водородом конверсия хлористого водорода обычно составляет более 98%, в результате чего выделение непрореагировавшего HCl и возврат его в реактор синтеза не осуществляется.

Современные реакторы, предназначенные для проведения прямого синтеза, представляют собой вертикальные цилиндрические аппараты, снабжённые рубашкой и системой внутренних теплообменных элементов. Реакторы заполняются молотым кремнием в смеси с катализаторами процесса. Газообразный реагент подается снизу. Продукты синтеза выводятся сверху реактора. Реакция между кремнием и газообразным реагентом осуществляется в режиме псевдооживленного слоя при непрерывной подпитке свежей контактной массой (смесью молотого кремния и катализатора).

Синтез кремнийорганических мономеров и процессы разделения получаемых продуктов являются обычными химико-технологическими процессами. К ним применимы все известные параметры количественного описания процесса, а именно производительность, мощность, степень превращения, селективность, расходные коэффициенты и прочие.

Основой технологической схемы процесса прямого синтеза кремнийорганических мономеров является реактор синтеза. Для успешного проведения процесса необходимо обеспечить ряд взаимосвязанных условий: заданный температурный режим реакционного слоя в различные периоды синтеза, равномерность температуры по всему реакционному объёму, необходимый состав контактной массы, качественное сырьё, время контакта реагентов и т. д.

### **1.3 Ректификационное разделение сырца кремнийорганических мономеров**

В ходе прямого синтеза этилхлорсиланов (ЭХС) из металлического кремния и газообразного хлористого этила получается широкая смесь продуктов реакции. Разделение данной смеси осуществляется методами ректификации.



После того как получен сырец этилхлорсиланов, он собирается в отдельном емкостном парке и далее выдается на комплекс ректификационных колонн с постоянным расходом, не зависящим от текущей производительности реактора синтеза. Состав смеси также усредняется в емкостном парке сырца и обычно не подвержен резким колебаниям состава.

Абгазы процесса (водород и метан как основные компоненты, этан и этилен как примеси) не поступают на стадию разделения этилхлорсиланов. Хлористый метил остается в сырце ЭХС как низкокипящая примесь. Большинство продуктов синтеза присутствуют в незначительных количествах, иногда только на уровне чувствительности аналитических методов (менее 5 ppm).

Все примеси в выделяемых товарных этилхлорсиланах являются близки кипящими, и выделение их методами ректификации экономически нецелесообразно. Поскольку большинство органических примесей присутствует в незначительных количествах, специальная очистка от них не производится, тем более, что наличие микропримесей предельных углеводородов обычно не сказывается на свойствах товарных ЭХС. Исключение составляют непредельные соединения. Для ряда направлений использования ЭТХС и ДЭДХС присутствие непредельных примесей ухудшает конечные свойства кремнийорганических полимеров. Что касается очистки от примесей, в открытой печати нет исчерпывающих достоверных данных по методам, используемым различными производителями силиконов. Одним из относительно простых методов очистки является метод мягкого хлорирования непредельной связи с последующим ректификационным выделением полученных хлоруглеводородов, имеющих более высокую температуру кипения. В СССР и позднее в России дополнительной очистки товарных этилхлорсиланов от органических микропримесей не проводилось.

Кремнийорганические соединения, образующиеся в ходе прямого синтеза и имеющие температуру кипения выше, чем температура кипения ДЭДХС,

обобщенно называются высококипящими компонентами (сокращённо ВК) и обычно в материальных балансах производства детально не расшифровываются.

Последовательность разделения сырца ЭХС в значительной степени определяется его составом. Для современных производств, работающих без изменения направленности синтеза и обеспечивающих содержание ДЭДХС в сырце ЭХС более 80%, на первой колонне обычно выделяют высококипящие продукты. Это обусловлено тем, что несмотря на относительно высокую термическую стабильность ВК (чистые компоненты стабильны до 180°C) в кубе колонны при повышенной температуре возможно протекание реакций диспропорционирования ВК, что приводит к появлению легкокипящих этилхлорсиланов. Наиболее существенной возможностью такого загрязнения становится в случае попадания в куб колонны мелкодисперсной пыли отработанной контактной массы (не уловленной на стадии мокрой пылеочистки) и солей металлов (особенно хлористого алюминия).

Наиболее значимыми компонентами, присутствующими в смеси ЭХС в количестве более 2-3%, являются смесь легкокипящих компонентов, ЭДХС, ЭТХС, ДЭДХС и смесь высококипящих компонентов.

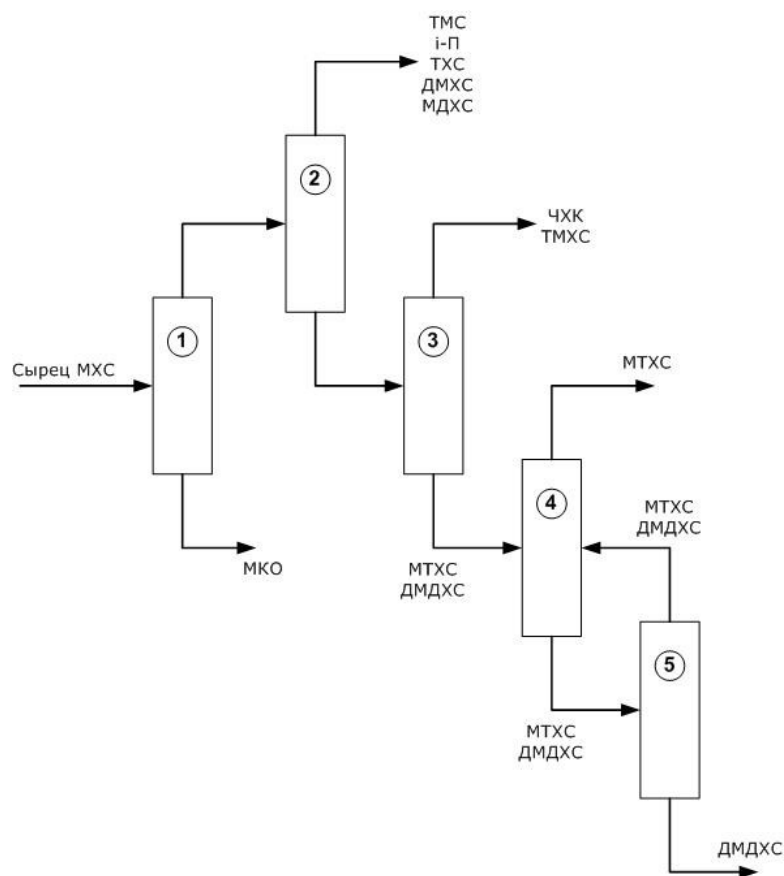
Почти все используемые в промышленности схемы ректификации можно свести к нескольким базовым вариантам.

Рассмотрим различные схемы разделения сырца этилхлорсиланов.

В случае, когда хлористый этил из сырца ЭХС на предыдущей стадии выделяется достаточно полно и когда количество легкокипящих компонентов в составе сырца невелико, более целесообразно на колонне (1) выделять высококипящие продукты, а дальнейшее разделение проводить последовательно, выделяя легкокипящие компоненты на колоннах (2)-(3)-(4)-(5). Один из вариантов такой организации разделения смеси ЭХС показан на рис. 1.3.

Первый блок данной схемы, показанный как колонна (1), только условно соответствует одной ректификационной колонне (хотя это и достаточно распространённый вариант). В реальности выделение ВК может осуществляться

не на одной, а на двух колоннах. Наиболее часто устанавливают две последовательные колонны. На первой колонне выделяют ВК с высоким остаточным содержанием ДЭДХС (до 40-60%).

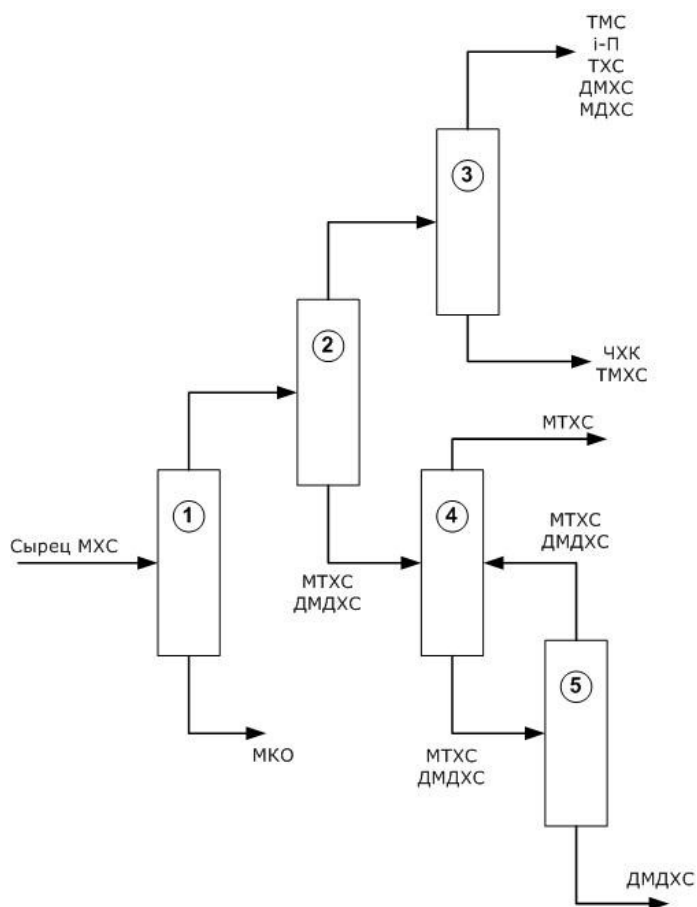


**Рисунок 1.3** Непрерывно действующие колонны разделения сырца этилхлорсиланов

Полученный продукт или направляют на стадию переработки ВК (расщепление до товарных ЭХС), или подают на отдельную колонну, осуществляющую более полное выделение ДЭДХС, что энергетически более выгодно, чем четкое разделение основного крупнотоннажного потока. Двухколонная схема выделения ВК также целесообразна из-за переменного содержания ВК в продуктах синтеза (в зависимости от условий синтеза содержание ВК колеблется от 2 до 8%).

Поскольку ДЭДХС является основным продуктом прямого синтеза, как можно более раннее выделение этого вещества является энергетически

оправданным. Соответственно, получаем новую схему разделения продуктов синтеза ЭХС (рис. 1.4).



**Рисунок 1.4** Непрерывно действующие колонны разделения сырца этилхлорсиланов

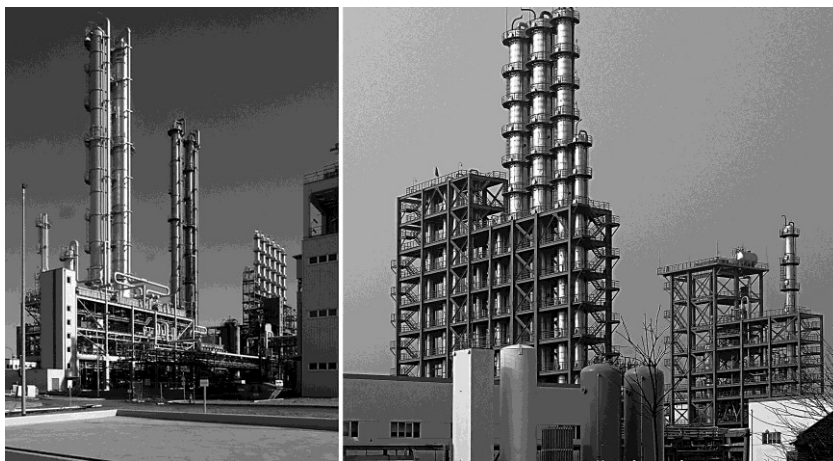
По схеме, представленной на рис. 24, после выделения ВК на колонне (1) и колонне (2) получают бинарную смесь ЭТХС/ДЭДХС как кубовую жидкость и все прочие легкокипящие компоненты как дистиллят. Далее дистиллят и кубовую жидкость разделяют независимо друг от друга на колоннах (3) и (4), (5).

При разработке технологической схемы разделения сырца ЭХС ни один из рассмотренных вариантов не является окончательным. Также ни один из этих вариантов не может быть априори признан неэффективным или, наоборот, «самым лучшим». Для каждого конкретного производства определение порядка разделения сырца ЭХС выполняется индивидуально. При этом существенное значение имеют производительность реактора синтеза, нормативный состав

продуктов реакции, колебания состава продуктов в переходных режимах работы реактора при пуске и остановке синтеза (с учётом нормативной периодичности пусков и остановок). Также существенное значение при выборе схемы разделения имеет допустимый объём емкостного парка. На разработку схемы разделения сырца ЭХС влияют параметры используемых массообменных устройств, наличие и характеристики вспомогательных технологий по переработке побочных продуктов и отходов производства.

Как уже говорилось, большинство бинарных пар, образуемых продуктами прямого синтеза ЭХС, являются сильно отклоняющимися от идеальности смесями с близкими температурами кипения индивидуальных компонентов. При этом к чистоте выделяемых товарных продуктов предъявляются высокие требования. Эти обстоятельства существенно осложняют ректификационное разделение сырца ЭХС. Для повышения эффективности разделения обязательным требованием становится снижение давления верха колонн и повышение эффективности массообменных устройств при снижении их гидравлического сопротивления.

Характерной чертой производств этилхлорсиланов является наличие двух-трёх высоких колонн, существенно превосходящих по высоте и диаметру остальные колонные аппараты (рис. 1.5).



**Рисунок 1.5** Производство компании Wacker Chemie (г. Нюнхритц, Германия, слева) и компании Мэйлань (г. Тайджоу, КНР, справа).

## 1.4 Современные энергоэффективные решения комплексов ректификации

В различных отраслях промышленности проблема уменьшения затрат имеет огромное значение. Эта проблема затрагивает и химические производства, в которых существенная доля затрат принадлежит процессам разделения смесей при получении чистых готовых продуктов.

Процесс ректификация является наиболее распространенным способом разделения, среди существующих методов разделения жидких смесей. Однако из-за высокой теплоты парообразования компонентов смеси, он является одним из наиболее энергоемких. Многими учеными рассматриваются вопросы разработки энергосберегающих способов ведения процессов ректификации.

Снижение энергоемкости технологических процессов и, прежде всего, наиболее энергоемких является одной из актуальных задач химической технологии. Энергоемкость таких процессов как ректификация, выпаривание, сушка, связана с необходимостью испарять один или несколько компонентов смеси, затрачивая при этом, как минимум, теплоту парообразования.

Ректификация – это процесс разделения бинарных или многокомпонентных смесей путем многократного испарения жидкости и конденсации пара по высоте ректификационной колонны. При этом жидкость, стекающая сверху вниз – от дефлегматора к кипятильнику, обогащается высококипящими (трудно летучими) компонентами, а пар, поднимающийся вверх, - низкокипящими (легколетучими) компонентами.

Ректификация является одним из самых энергетически затратных процессов разделения. Вместе с тем, это самый распространенный в мировой промышленности метод разделения многокомпонентных жидких смесей.

Процесс ректификации характеризуется низким коэффициентом полезного действия, высокими удельными затратами энергии, и является термодинамически необратимым. Это приводит к зависимости затрат энергии от последовательности выделения продуктов, т.е. от пути проведения. Поэтому структура технологической схемы ректификации определяет

энергоэффективность процесса [3], а задача синтеза оптимальной технологической схемы является одной из важнейших в химической технологии.

В качестве основного элемента технологических схем ректификации многокомпонентных смесей в большинстве случаев принимается простая ректификационная колонна с кипятильником и конденсатором. Однако технико-экономические показатели процесса значительно улучшаются при использовании сложных ректификационных колонн с несколькими сырьевыми потоками, промежуточными отборами продуктов, промежуточными подогревателями и конденсаторами-холодильниками; при реализации технологических схем одноклонных систем ректификации с различными давлениями (для азеотропных систем), с тепловым насосом или с конденсационно-испарительным принципом разделения [4].

Одним из современных направлений в разработке энергосберегающих схем процесса ректификации является приближение реального процесса к гипотетическому термодинамически обратимому процессу ректификации [5-11]. Основные идеи обратной ректификации использованы при создании ректификационных схем разделения с частично (PTCDS) и полностью (FTCDS) связанными тепловыми и материальными потоками и был впервые предложен отечественными исследователями [12], однако сложность управления долгое время препятствовала их внедрению в промышленном масштабе. FTCDS полностью, а PTCDS частично обеспечивают теплоинтеграцию и исключают термодинамически вредные процессы смешения потоков. Применение таких вариантов разделения по сравнению с обычными схемами обеспечивает экономию энергии примерно на 20% и снижение капитальных затрат до 20% за счет сокращения объема колонны и исключения части конденсаторов и кипятильников [13, 14].

Причиной термодинамических потерь в простой ректификационной колонне являются необратимые процессы смешения в зонах питания и на каждой тарелке (уровне), а также конечные движущие силы процесса. Конечные

движущих силы можно рассматривать как «полезную» необратимость, поскольку именно благодаря им возможно осуществление процесса при конечных размерах колонны и конечном времени. Процессы необратимого смешения, наоборот, относятся к «вредной» необратимости, так как приводят к увеличению энтропии и снижению термодинамической эффективности ректификации.

Различные способы приближения к обратимой ректификации и их практическая реализация рассмотрена в ряде работ [15-19].

Полностью обратимый процесс многокомпонентной ректификации [20-23] имеет ряд характерных особенностей, в силу которых не может быть в полной мере реализован на практике:

1. В каждом сечении колонны устанавливается равновесия между фазами;
2. Бесконечное число ступеней разделения;
3. Бесконечно малая скорость изменения состава и количества контактирующих фаз;
4. Дифференциальный подвод тепла в исчерпывающей и отвод холода от укрепляющей секции аппарата;
5. Наличие на каждой стадии разделения  $(n-2)$  распределенных компонентов между кубом и дистиллятом, где  $n$  – число компонентов, поступающих на разделение.

Термодинамическая необратимость процесса ректификации объясняет наличие множества вариантов технологических схем. При осуществлении обратимой ректификации все множество вариантов технологических схем ректификации сузится до одного варианта.

Применяя некоторые особенности, реальный процесс можно приблизить к обратимой ректификации. Во-первых, путем промежуточного подвода и отвода тепла по высоте колонны [13]. Во-вторых, использовать разделение с полностью распределенными между кубом и дистиллятом компонентами с промежуточной относительной летучестью. В таком случае появляется ряд вариантов технической организации процесса, обладающего структурными особенностями



термодинамически обратимой ректификации [8, 11, 12]. Они характеризуются тем, что в каждой секции исчерпывается не более одного компонента, и имеют следующие принципиальные особенности:

1. Общее число секций при разделении  $n$ -компонентной смеси равно  $n(n-1)$  вместо  $(2n-1)$  как в обычной схеме;
2. Достаточно наличие одного конденсатора и одного кипятильника независимо от числа компонентов смеси;
3. Два крайних по летучести компонента являются ключевыми;
4. Получается  $n$  продуктов заданной чистоты на одной колонне.

В термодинамическом отношении рассматриваемый способ разделения характеризуется наличием только «полезных» термодинамических потерь при массопередаче на каждой тарелке. Термодинамические потери при смешении потоков в районе питания и на концах колонн отсутствуют.

### **1.5 Комплексы с частично связанными тепловыми и материальными потоками**

К комплексам с частично связанными тепловыми и материальными потоками RTCDS относят колонны с выносными отпарными или выносными укрепляющими секциями (стриппинг-секциями). На одной колонне может быть установлено несколько таких секций. По сравнению с простыми ректификационными колоннами, эти колонны более сложны в управлении, однако позволяют существенно сократить энергетические затраты. Широкое применение такие комплексы получили в процессах переработки нефти и в меньшей степени реализуются в химической и нефтехимической промышленности.

В работе [24] было показано, что множество схем ректификации из простых двухсекционных колонн включает в себе все возможные варианты разделения исходной смеси и, соответственно, все возможные взаимосвязи секций колонны. Поэтому такие последовательности могут служить основой для синтеза других множеств технологических схем необратимой ректификации зеотропных смесей.

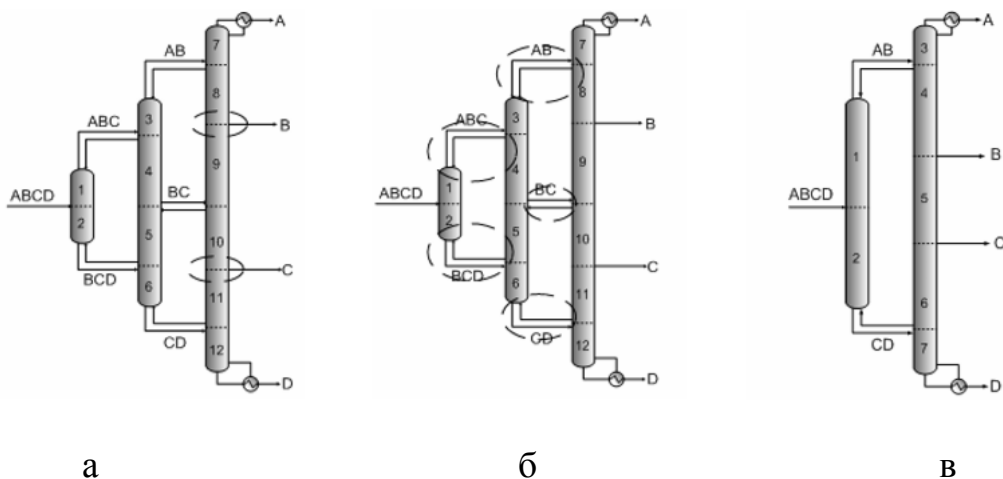
Авторами [13,14] были предложены подходы к синтезу схем ректификации, которые существенно отличаются от традиционных комбинаторных методов, и заключаются в том, что структуры в различных классах эквивалентности можно рассматривать как образы и прообразы. Таким образом, данный метод синтеза предсказывает энергоэффективность схем и ее преемственность при переходе от одних классов к другим. Если структура оптимальной технологической схемы, представленная в каком-либо виде, сохраняет все или основные свои связи при операциях преобразования, то она порождает оптимальные решения в других классах эквивалентности. Такая закономерность действительно наблюдается [25–27].

Другие подходы к синтезу технологических схем ректификации с частично связанными тепловыми и материальными потоками рассматриваются в следующих работах [28–31].

### **1.6 Комплексы с полностью связанными тепловыми и материальными потоками**

Комплексы с полностью связанными тепловыми и материальными потоками представляют собой более широкий класс ректификационных комплексов со связанными тепловыми потоками. Основное представление о зонах термического связывания можно получить из рис. 1.6

Характерными особенностями этих комплексов является то, что тепловые потоки всех колонн связаны между собой и промежуточные по летучести продукты выделяются во внутренних точках схемы, связанных с двумя различными секциями. В каждой двухсекционной колонне крайние по летучести компоненты не обязательно являются ключевыми. Ввиду термодинамической необратимости при смешении потоков в точках питания затраты на разделение несколько возрастают, однако уменьшается число секций и ступеней разделения. В некоторых случаях необратимость в точках питания оказывается незначительной.



а

б

в

A, B, C, D – компоненты смеси

**Рисунок 1.6** Зоны теплоинтеграции (а) и термического связывания (б) в комплексе FTCDS, комплекс со связанными тепловыми потоками (в).

За счет приближения к процессу обратимой ректификации, комплексы со связанными тепловыми и материальными потоками позволяют существенно снизить энергозатраты на разделение смеси. В каждом конкретном случае это зависит от состава разделяемой смеси и соотношения относительных летучестей разделяемых компонентов.

Вместе с тем комплексы со связанными тепловыми и материальными потоками обладают рядом недостатков, которые долгое время тормозили их внедрение в промышленных масштабах. К ним относятся:

1. необходимость поддерживать одинаковое давление во всех колоннах комплекса
2. увеличение числа ступеней разделения
3. сложность регулирования.

Создание в конце прошлого века концепции «термодинамически эквивалентных конфигураций» [32] и дальнейшее ее развитие [33–35], наряду с развитием способов контроля и управления технологическими процессами, позволило предложить более управляемые FTCDS. А это в свою очередь создало

предпосылки для более активного внедрения в промышленность такие варианты энергосберегающих схем ректификации.

Термодинамически эквивалентные конфигурации фактически различаются только распределением секций комплекса между реальными колоннами.

Достаточно долгое время для моделирования и оценки экономической и энергетической эффективности комплексов с полностью связанными потоками использовали приближенные методы на основе алгоритмов Фенске-Андервуда. Однако в последние годы исследователи активно применяют строгие методы расчета и оптимизации этих комплексов [36]. Это дает возможность более точно оценить энергоэффективность рассмотренных вариантов разделения и особенно важно для случаев «перераспределения» секций между реальными аппаратами, так как приближенные методики не дают возможности оценить разницу в энергозатратах.

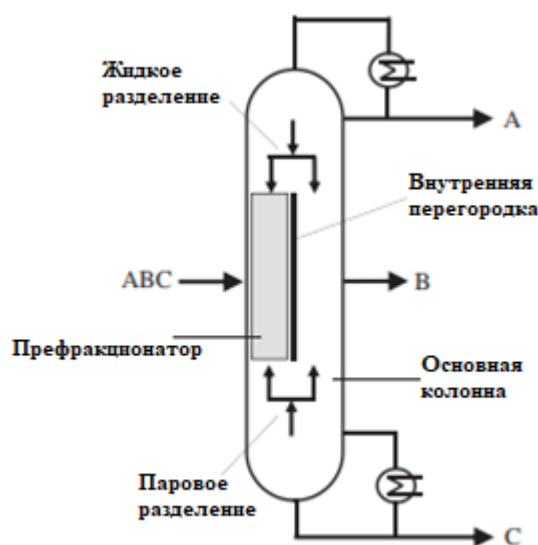
### **1.7 Колонны с внутренними разделительными стенками и их применение**

Колонны с внутренними разделительными стенками (Dividing-Wall columns - DWC) являются примером реализации внутренней теплоинтеграции и представляют собой колонны, которые по взаимосвязи потоков близки к комплексам с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками. В 1949 году [37] впервые были предложены такие ректификационные колонны (DWC) с целью снижения энергозатрат на разделение, однако теоретическое обоснование отсутствовало. Только с развитием теории обратимой ректификации и выявлением структуры комплексов с частично и полностью связанными потокам становилось понятно, что эти варианты организации разделения многокомпонентных смесей представляют собой практически идентичные с точки зрения термодинамики, но конструктивно различающиеся технические решения.

Проведя подробное исследование истории создания DWC, авторы [38], обращают внимание на то, что сама идея снижения затрат на разделение путем расположения вертикальной стенки внутри колонны была предложена достаточно

давно. Уже в 1936 году в Голландии, а затем и в США были запатентованы такие решения. Однако эквивалентный комплексу с полностью связанными потоками о взаимосвязи потоков и тепла является только патент 1949 года [37].

Необходимо уделять особое внимание структуре потоков, рассматривая я колонны с внутренними разделительными стенками. В зависимости от ситуации они могут соответствовать как комплексам с полностью связанными тепловыми и материальными потоками, так и сложным колоннам с частично связанными потоками. Например, в зависимости от требований к чистоте получаемых продуктов возможно расположение внутренней разделительной стенки в укрепляющей или исчерпывающей части колонны.



**Рисунок 1.7** Схематичное изображение колонны с внутренней разделительной стенкой (DWC – Dividing Wall Column)

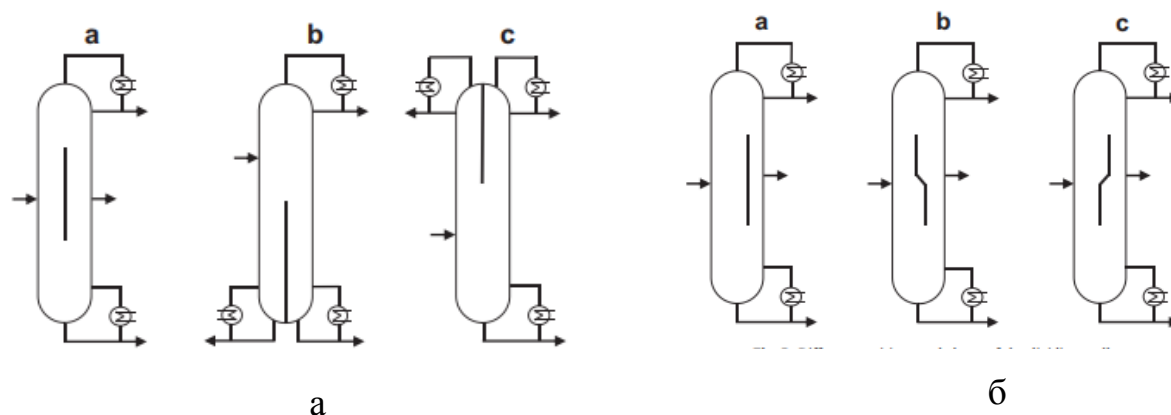
В настоящее время DWC (рисунок 1.7) являются уже достаточно распространенными техническими решениями, и все больше и больше привлекают внимание промышленных предприятий. Первая колонна с разделительной стенкой, работающая как FTCDS, была пущена в эксплуатацию в Людвигшафене, Германия, фирмой BASF. Самые крупные колонны имеют диаметр 5.2м и высоту до 100м. Наиболее успешным опытом реализации таких технических решений обладает фирма BASF. К 2004 году только этой компанией

использовалось 30 установок, имеющих в своем составе DWC [39]. В 2009 году – уже 70 установок DWC [40], а общее число их в мире превысило 100 [41]. Значительных успехов также добилась компания Linde AG, разработавшая к настоящему времени DWC для разделения продуктов синтеза Фишера-Троппша с оценочной высотой до 107 м и диаметром 5.2 м для фирмы Sasol [42]. Следует отметить, что колонна фирмы Linde AG была первым аппаратом тарельчатого типа среди DWC, до этого все технические решения предусматривали применение регулярной насадки. Использование тарельчатых массообменных устройств в DWC позволило рассматривать их и как аппараты, пригодные для эксплуатации там, где применение насадок неэффективно или нецелесообразно по технологическим требованиям [43– 48]. К настоящему времени фирма BASF уже не является единственным разработчиком колонн DWC. Очень активно в этой области работают Linde AG, Unde, UOP, а массообменные устройства разрабатывает уже не только J.Montz GmbH, но и такие известные фирмы как Sultzer Chemtech и Koch- Glitsch.

Применение DWC приводит за счет внутренней теплоинтеграции к снижению парового потока на 10–50% по сравнению с традиционными схемами ректификации [48–50]. Кроме того, можно ожидать и некоторого снижения капитальных затрат при применении DWC, поскольку также, как и FTCDS эти системы при максимальной теплоинтеграции имеют только один кипятильник и один конденсатор. Отметим, что, применение DWC эквивалентной FTCDS, требует увеличения числа ступеней разделения, что ведет к увеличению капитальных затрат. Таким образом, эти два фактора действуют разнонаправлено, и требуется экономическая оценка.

Если до 1996 года использовали фиксированные сварные стенки, то в настоящее время в результате применения нефиксированных (*рисунок 1.8*) стенки (расположение разделительной стенки может варьироваться от тарелки к тарелке или от секции к секции) удалось значительно расширить спектр применения DWC

и увеличить их выпуск. В настоящее время ежегодно в строй вводятся около 5 DWC. По-прежнему лидерами в этой области является фирма BASF.



**Рисунок 1.8** Схематичное изображение колонны с внутренней разделительной стенкой (DWC – Dividing Wall Column)

а) Основные виды колонн с внутренней разделительной стенкой

б) Различные положения и формы внутренней) разделительной стенки

Исследование, проведенное авторами [44], показало, что применение DWC позволяет снизить операционные затраты на 35%, инвестиции на 25%, а установка будет занимать на 40% меньше площади по сравнению с традиционными технологиями ректификации. Последнее связано с уменьшением числа вспомогательного оборудования и, в частности, кипятильников, конденсаторов, промежуточных емкостей.

Автор [50] приводит несколько иные данные по снижению капитальных затрат и энергопотребления установок, которые, по его оценкам, могут лежать в интервале 10–30%.

Также определенный интерес представляют и такие внеэкономические оценки DWC установок, как риск неисправностей, уровень неопределенности знаний о процессе, уровень влияния на окружающую среду. Считается, что во всех этих случаях имеется низкий уровень, что позволяет относить DWC установки к высококонкурентным технологическим решениям и по внеэкономическим критериям [51].

Основными проблемами, препятствующими реализации DWC в широкой промышленной практике, считались сложность управления и отсутствие опыта проектирования [46]. Эти соображения в полной мере относятся не только к DWC, но и к FTCDS и PTCDS, поскольку в условиях отсутствия теплообмена через разделительную стенку данные комплексы полностью идентичны как термодинамически, так и с точки зрения величин потоков тепла, пара и жидкости.

### **1.8 Компьютерное моделирование химико-технологических схем**

Для выполнения расчётов различных комплексов ректификационных колонн с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками, в том числе колонн с внутренней разделительной стенкой, а также для поиска оптимальных параметров работы оборудования, в настоящее время широко применяются специализированные моделирующие программы [52].

Существует достаточно большое количество универсальных пакетов моделирующих программ. Общим для всех программных средств является наличие:

- баз данных по теплофизическим свойствам веществ;
- методов расчёта термодинамических и теплофизических свойств смесей веществ;
- набор моделей для расчёта отдельных единиц оборудования (с различной степенью детализации);
- средства для формирования химико-технологических схем из заданного набора единиц оборудования с установлением необходимых связей между ними;
- средства для расчёта материальных и тепловых балансов сформированных химико-технологических схемах.

Отличает различные программные продукты наличие дополнительных возможностей по моделированию процесса. Например, возможность расчёта нестационарных процессов в динамическом режиме, наличие средств моделирования КИПиА, включая запорную арматуру, интегрирование с другими



программными средствами, предназначенными для решения задач проектирования.

Процесс разделения органических смесей – достаточно стандартный процесс. Основным оборудованием являются конденсаторы, теплообменное оборудование, емкости и ректификационные колонны. Это обстоятельство позволяет использовать для моделирования технологического процесса стандартные пакеты моделирующих программ. Наиболее распространёнными для расчёта химико-технологических процессов являются три программных решения: Pro II, AspenOne, ChemCAD.

Выбирая средство разработки технологического процесса разделения из описанных выше, следует учитывать, что базовые возможности современных версий всех трёх программных продуктов достаточно близки [53]. Какой бы выбор ни сделал разработчик, он получит инструмент, позволяющий решить поставленные задачи. В связи с тем, что лицензии на данные продукты дорогостоящие, и программы не совместимы друг с другом даже на уровне интерфейса, выбор необходимо сделать единожды в целях экономии средств и времени на переобучение. Для осознанного выбора средства разработки технологической схемы процесса разделения необходимо учитывать дополнительные возможности рассмотренных программных продуктов.

Если рассматривать Pro II как базовую, обладающую всеми необходимыми решениями программу, то ключевым отличием AspenOne будет возможность тесного интегрирования с САПР. Это критично важно для проектировщиков химических производств, поскольку позволяет значительно ускорить разработку проекта. В этом случае даже основной недостаток AspenOne – высокая сложность первоначального освоения – становится несущественным.

ChemCAD по сравнению с Pro II имеет преимущество в расширенных возможностях динамического моделирования и в интеграции со SCADA-системами. Эти возможности в первую очередь нужны технологам, в задачу которых входит не только тщательная разработка процесса, но и подробный

анализ созданных на основе их разработок реальных производств. В качестве дополнительного плюса можно отметить лёгкость освоения ChemCAD на базовом уровне.

Таким образом, на этапе разработки процедур компьютерного моделирования процессов разделения наиболее оптимальным средством моделирования химико-технологических процессов представляется пакет прикладных программ ChemCAD.

### **Выводы по главе 1**

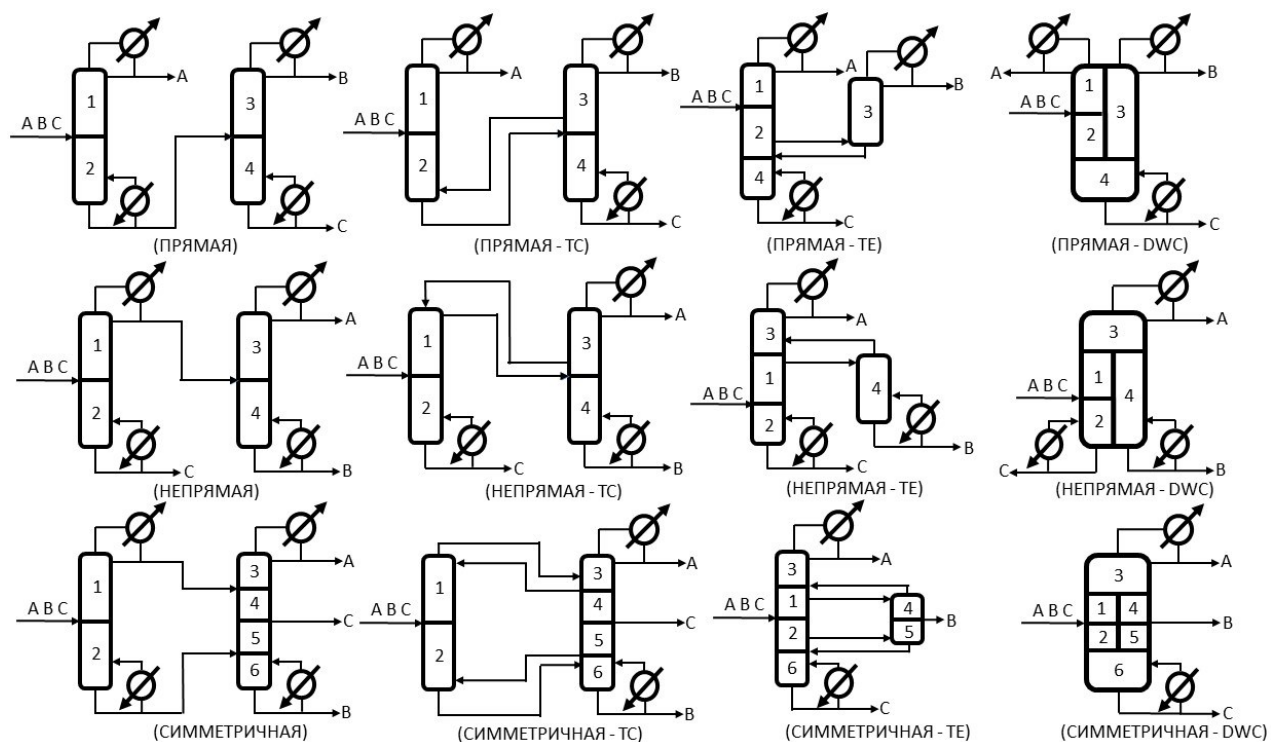
1. Выполнен анализ существующих технологий получения кремнийорганических мономеров. Подробно рассмотрен прямой метод синтеза кремнийорганических мономеров.
2. Рассмотрены существующие технологические решения стадии первичного разделения продуктов прямого синтеза этилхлорсиланов.
3. Выполнен аналитический обзор современных технологических решений схем разделения с использованием принципов термодинамически обратимой ректификации: комплексы с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками, колонны с внутренними разделительными стенками.
4. Рассмотрены различные пакеты моделирующих программ, которые можно использовать на этапе разработке химической технологии. Выбран пакет моделирующих программ ChemCAD, так как применение данного программного средства обеспечивает достижение цели работы, позволяет провести анализ и, при необходимости, модернизацию созданного производства.

## ГЛАВА 2. РАЗРАБОТКА КРИТЕРИАЛЬНОГО МЕТОДА СИНТЕЗА КОМПЛЕКСА РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН С ВНУТРЕННЕЙ РАЗДЕЛИТЕЛЬНОЙ СТЕНКОЙ ДЛЯ ЭФФЕКТИВНОГО ВЫБОРА ВАРИАНТОВ РЕКТИФИКАЦИИ

Задача оптимального синтеза систем ректификационных колонн занимает одно из ключевых мест на этапе разработки технологии для новых и модернизируемых химических производств. Методы решения задачи синтеза химико-технологических систем существенно отличаются друг от друга по точности найденного решения, сходимости, быстродействию и, в итоге, оказывают влияние на итоговые технологические параметры оборудования, на экономическую эффективность реализованного технологического процесса и на своевременность принятия управленческих решений.

Существенную роль в оптимизации объектов химической технологии играет структура технологической схемы. Применение процесса ректификации с целью выделения практически чистых компонентов из многокомпонентных смесей подразумевает использование линейных схем или функциональных комплексов, состоящих из нескольких колонн ректификации, в том числе охваченных рецикловыми потоками.

Поиск оптимальной последовательности разделения многокомпонентной смеси, в которой нет явно выраженных одного-двух компонентов, является достаточно сложной многовариантной задачей. Даже для простейшего случая разделения трёхкомпонентной системы можно предложить не менее двадцати возможных ректификационных комплексов (включая сложные термодинамически связанные колонны) [54]. Некоторые из этих вариантов показаны на *рисунке 2.1*. При возрастании количества компонентов в разделяемой смеси количество вариантов разделения быстро возрастает.



**Рисунок 2.1** Возможные комплексы разделения трехкомпонентной системы (цифрами обозначены топологически эквивалентные секции колонн).

ТС – комплекс со связанными тепловыми потоками (thermally coupled)

ТЕ – последовательность колонн, термодинамически эквивалентная комплексу со связанными тепловыми потоками (thermodynamically equivalent)

DWC – Колонна с разделительной стенкой (Dividing Wall Column)

Самый надежный метод решения задачи поиска оптимального порядка разделения многокомпонентной смеси – расчет всех возможных вариантов компоновки ректификационных колонн и выбор наиболее оптимального. Недостаток такого подхода состоит в необходимости расчёта огромного количества вариантов (особенно для сложных многокомпонентных смесей), что требует колоссальных трудозатрат даже при использовании высокопроизводительных компьютеров. Разработка методов поиска оптимальной последовательности ректификационных колонн для разделения многокомпонентных смесей до сих пор остаётся актуальной задачей [54].

Для решения этой задачи в настоящее время используют различные методы оптимизации. Тем не менее, их применение осложняется тем, что для каждой колонны требуется проводить расчет всех параметров, в том числе таких, которые являются дискретными величинами (например, диаметр колонны, количество теоретических тарелок). Кроме того, при разделении многокомпонентной смеси может быть различным порядок выделения индивидуальных веществ, что подразумевает разные пути разделения, а это означает выбор между вариантами разделения, образующими дискретное множество. Методы дискретной оптимизации достаточно сложны математически и в ряде случаев не приводят к упрощению решаемой задачи [55].

Кроме чисто математических сложностей поиска оптимального варианта разделения существует ряд технических аспектов, влияющих на возможный алгоритм поиска решения. При проведении полного расчета для каждой колонны должны учитываться условия её эксплуатации, высотное размещение оборудования, а так как в конечном изделии используются конкретные контактные устройства, имеющие собственные особенности и по-своему влияющие на оптимальное решение, то их характеристики желательно учитывать непосредственно в расчёте, а не оптимизировать колонну с «теоретическими тарелками».

Для каждой ректификационной колонны существует масса параметров, которые зависят от места эксплуатации, от способа монтажа колонн (закрытое помещение, этажерка, отдельно стоящая колонна), от климатических условий, условий сборки (собирается на месте при монтаже или собирается изготовителем и доставляется уже в собранном виде). Все эти параметры оказывают влияние на капитальные и эксплуатационные затраты. При выборе разных последовательностей разделения для каждой колонны желательно оптимизировать давление верха колонны с учётом гидравлического сопротивления контактных устройств исходя из имеющихся энергоресурсов и их

стоимости по месту установки колонн. Разные пути разделения могут предполагать использование разных энергоресурсов.

В качестве критерия оптимизации наиболее часто используются приведенные затраты. Расчет капитальных и эксплуатационных затрат обычно делается на момент создания проекта, без учёта прогнозов цен на оборудование и на энергоресурсы на момент окончания строительства. В тоже время, цикл практической реализации разработанной новой технологии (от постановки задачи до пуска производства), даже в минимальном случае, составляет около трех лет, а нормативный срок окупаемости в химической промышленности обычно принимается равным семи годам после пуска производства. Получается, что для правильной оценки приведённых затрат на этапе разработки технологического решения нужно оптимизировать не только химико-технологическую составляющую производства, но и прогнозировать экономическую ситуацию в стране и мире как минимум на десять лет вперёд.

Использование каких-либо методов глобальной оптимизации подразумевает расчет каждого пути разделения и каждой колонны в конкретных условиях её аппаратурной реализации, а это достаточно сложная технологическая задача. Получается, что для анализа и сравнения даже не то чтобы множества вариантов (двадцати для трёхкомпонентной смеси [54]), а хотя бы пяти-шести, необходимо подготовить пять-шесть проектных решений.

При строгом подходе к решению задачи выбора оптимального пути разделения многокомпонентной смеси необходимо максимально полно рассчитывать приведенные затраты, применять строгие алгоритмы оптимизации, выполнять расчёты для каждого пути разделения и каждой колонны в конкретных условиях её аппаратурной реализации. В этом случае появляется много входящих переменных, которые строго учесть не получится, и которые неизбежно придется упрощать или не учитывать на этапе выбора порядка разделения многокомпонентной смеси и оптимизации выбранного варианта (например, не учитывать вариации цен на энергоресурсы). Но при упрощенном подходе к

решению задачи в значительной степени теряет смысл использования сложных методов оптимизации для поиска оптимального пути разделения.

В такой ситуации можно идти по пути разделения решаемой задачи на два этапа. На первом этапе посредством упрощённых методов необходимо определять последовательность разделения многокомпонентной смеси и начальные приближения параметров ректификационных колонн. При этом критерии оптимизации по возможности должны быть не чувствительны к изменению цен на оборудование и энергоресурсы и к условиям монтажа оборудования. На втором этапе, уже с помощью более строгих методов, целесообразно проводить оптимизацию выбранной технологической схемы рассматривая, в том числе, такие варианты, как использование сложных колонн с разделительной стенкой.

Если не акцентироваться на экономических перспективах, то можно однозначно сказать, что чем менее энергозатратна выбранная последовательность разделения, тем она наиболее выгодна будет при реализации в условиях многолетней работы химического предприятия. Дальнейшая оптимизация (подбор давления, определение возможностей рекуперации тепла, организация теплосвязанных колонн и теплоинтеграция) для выбранного пути разделения является в большей степени вопросом последующих этапов расчёта технологической схемы. Исходя из этого, для выбранного направления разделения многокомпонентной смеси можно ограничиться достаточно простыми методами расчета, при условии, что их точность будет удовлетворительной. Самый простой метод, который используется повсеместно - это метод Андервуда [56]. Он не применим для неидеальных смесей (например, азеотропных, или с пинч-эффектами), но расчет таких смесей в настоящее время в любом случае требует индивидуального подхода. Если же ограничиваться смесями, у которых не идеальность не настолько высока, то для таких смесей чаще всего используются методы, основанные на уравнениях Фенске-Андервуда [57-59]. На основе этих методов можно выбирать оптимальный путь разделения. Они также дают хорошие начальные приближения для последующих более строгих расчетов.

Тем не менее, использование таких методов, особенно для многокомпонентных смесей, подразумевает строгий расчет материального и теплового баланса для каждой смеси каждого варианта и каждой последовательности. И даже если использовать методы оптимизации выбора оптимального пути разделения смеси, всё равно они сводятся к тому, что практически все рассматриваемые варианты (или большинство из них) необходимо просчитывать на каждой итерации поиска оптимального пути разделения [60-61,55].

Как следствие из всего вышесказанного, даже применяя уравнения Фенске-Андервуда и используя в качестве критерия оптимизации суммарные энергозатраты, необходимо производить достаточно много расчетов, рассматривая все варианты разделения многокомпонентных смесей. С одной стороны, использование компьютерных программ позволяет это сделать, но с другой стороны происходит непропорциональное возрастание объёма работ, выполняемых технологом. Перед технологом, после получения технического задания на разделение смеси, помимо решения задач, связанных конкретно с технологией, встает задача выбора оптимального пути разделения, которая приводит к необходимости предварительного расчёта всех вариантов и их сравнения. Фактически это умножение времени работы технолога на число вариантов разделения. И хотя основные трудозатраты должны приходиться именно на разработку конкретной технологии и определение параметров оборудования, систем управления, то в реальности получается, что чуть ли не самой трудоёмкой задачей становится рассмотрение всех возможных вариантов для выбора оптимального.

Мы считаем, что наиболее целесообразно сократить первый этап работы при разработке новой технологии разделения многокомпонентной смеси. Это возможно в том случае, если использовать такой методологический подход к выбору оптимальной последовательности разделения, который позволит находить решение быстро и с удовлетворительной погрешностью, не превышающей погрешность расчёта оборудования с учётом используемых технологических



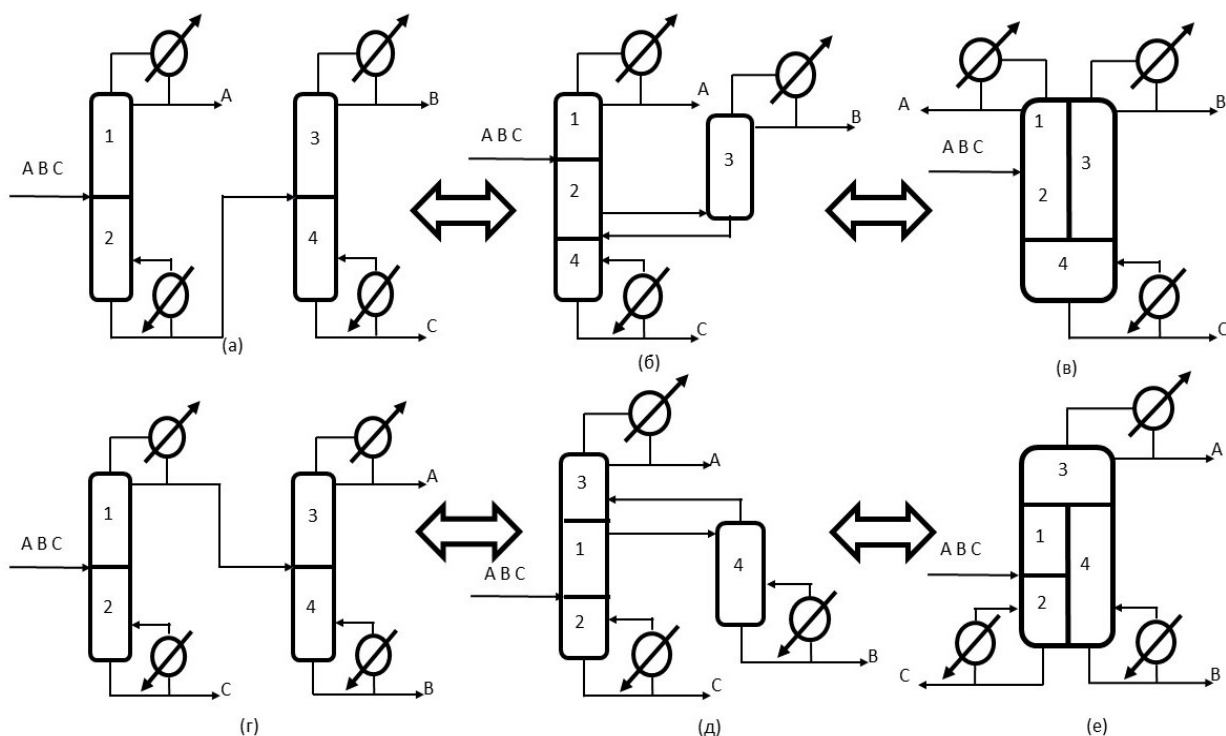
запасов. Дальнейшая оптимизация найденного варианта (или небольшого количества выбранных вариантов) может проводиться строгими методами в ходе предпроектной разработки технологического решения.

## **2.1 Расчет комплексов с прямой и непрямой последовательностью ректификационных колонн на основе уравнений Фенске-Андервуда**

С целью определения возможности упрощения метода поиска оптимального маршрута разделения смеси, нами было рассмотрено нескольких трехкомпонентных смесей. Расчет осуществлялся на примере двух базовых комплексов ректификационных колонн с прямой и непрямой последовательностью (*рисунок 2.2 а,з*), которые топологически эквивалентны комплексам с частично связанными тепловыми и материальными потоками, а также колоннам с верхней и нижней разделительными стенками при условии четкого разделения, т.е. получения индивидуальных веществ достаточно высокой чистоты.

Расчет простых комплексов ректификационных колонн (*рисунок 2.2 а,з*) является первым этапом при расчете сложных комплексов колонн с целью определения начальных приближений для последующего моделирования.

Изучение условий разделения различных смесей проводилось с применением пакета MATLAB на основе приближенной методики расчета ректификационных колонн. Был разработан и реализован алгоритм расчета комплексов с прямой и непрямой последовательностью колонн ректификации для различных составов потока питания, изменяющихся в широком диапазоне. Разработанный алгоритм, основываясь на методе сканирования всей концентрационной области, позволяет сравнивать суммарные тепловые нагрузки (по модулю) вышеуказанных комплексов ректификации, строить линию разделения, описывающую равенство энергозатрат двух комплексов и определять для каждой смеси область концентраций, где энергетически выгоднее использовать для разделения комплекс с прямой последовательностью колонн, а где с непрямой.



**Рисунок 2.2.** 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

Реализация алгоритма осуществлялась на примере восьми следующих зеотропных систем:

1. Пентан – Гексан – Гептан
2. Бензол – Тoluол – Этилбензол
3. Этанол – н-Пропанол – н-Бутанол
4. Метанол – Этанол – Изобутанол
5. Гексан – Тoluол – Хлорбензол
6. Хлороформ – Тoluол – Хлорбензол

7. Метилэтилкетон – н-Пропанол – Уксусная кислота

8. Хлороформ – Бензол - Тoluол

В данном алгоритме применяется приближенный метод расчета ректификационных колонн на основе уравнений Фенске-Андервуда. На начальном этапе составляется полный материальный баланс комплекса с целью определения сплит-факторов (отношение расходов легкого и тяжелого ключевого компонента в потоке дистиллята к потоку питания) для дальнейшего использования. Приближенный расчёт комплексов ректификации осуществляется в следующей последовательности:

- расчет температуры кипения потока питания;
- расчет давления насыщенного пара индивидуальных веществ на основе уравнения температурной зависимости;
- расчет коэффициентов активности (модель NRTL);
- расчет относительных летучестей компонентов в потоке питания;
- расчет материального баланса комплекса ректификации (составы и расходы дистиллята и кубового продукта) по методу Хенстебека (предполагает использование значений сплит-факторов, полученные на начальном этапе). Данный метод основан на наблюдении, что при флегмовом числе, значительно отличающемся от минимального, имеет место приближённое соотношение:

$$\lg \frac{d_i}{w_i} = a \cdot \lg a_i + p \quad (2.1)$$

где  $d_i$  – содержание компонента в дистилляте, кмоль/ч;  $w_i$  – содержание компонента в кубовой жидкости, кмоль/ч;  $a, p$  – константы (определяются через решение системы уравнений (2.1), записанных для легкого и тяжелого ключевых компонентов);  $a_i$  – относительная летучесть компонента в потоке питания (удобнее принимать по тяжёлому ключевому компоненту).

- расчет температуры верха и низа колонны;
- расчет минимального флегмового числа по методу Андервуда. Обычно используют систему из двух уравнений, выведенных Андервудом [56]:

$$\sum_{i=1}^n \frac{a_i \cdot C_i}{a_i - \varphi} = e = 1 - q \quad (2.2)$$

$$1 + R_{\min} = \sum_{i=1}^n \frac{a_i \cdot y_i}{a_i - \varphi} \quad (2.3)$$

где  $a_i$  – относительная летучесть  $i$ -го компонента, рассчитанная при температуре и давлении питания;  $C_i$  – содержание  $i$ -го компонента в питании (мольные доли);  $y_i$  – содержание  $i$ -го компонента в дистилляте (мольные доли);  $e$  – мольная доля отгона (рассчитанная при температуре и давлении питания);  $q$  – доля питания, поступающая в колонну в виде жидкости;  $n$  – количество компонентов в смеси;  $\varphi$  – корень уравнений (2.2), значение которого лежит между значениями относительных летучестей ключевых компонентов. При использовании уравнений Андервуда удобнее предварительно решить уравнение (2.2). При этом начальное приближение следует выбрать таким образом, чтобы оно лежало между значениями относительных летучестей ключевых компонентов. Для определения  $R_{\min}$  найденное значение корня  $\varphi$  подставляется в уравнение (2.3).

- расчет теплового баланса для определения тепловой нагрузки на кипятильник и конденсатор колонны. Тепловые нагрузки в кипятильнике  $Q_w$  и в конденсаторе  $Q_d$  рассчитываются по следующим формулам:

$$Q_w = [(R+1) \cdot D + (q-1) \cdot F] \cdot \lambda_w \quad (2.4)$$

$$Q_d = [(R+1) \cdot D] \cdot \lambda_D \quad (2.5)$$

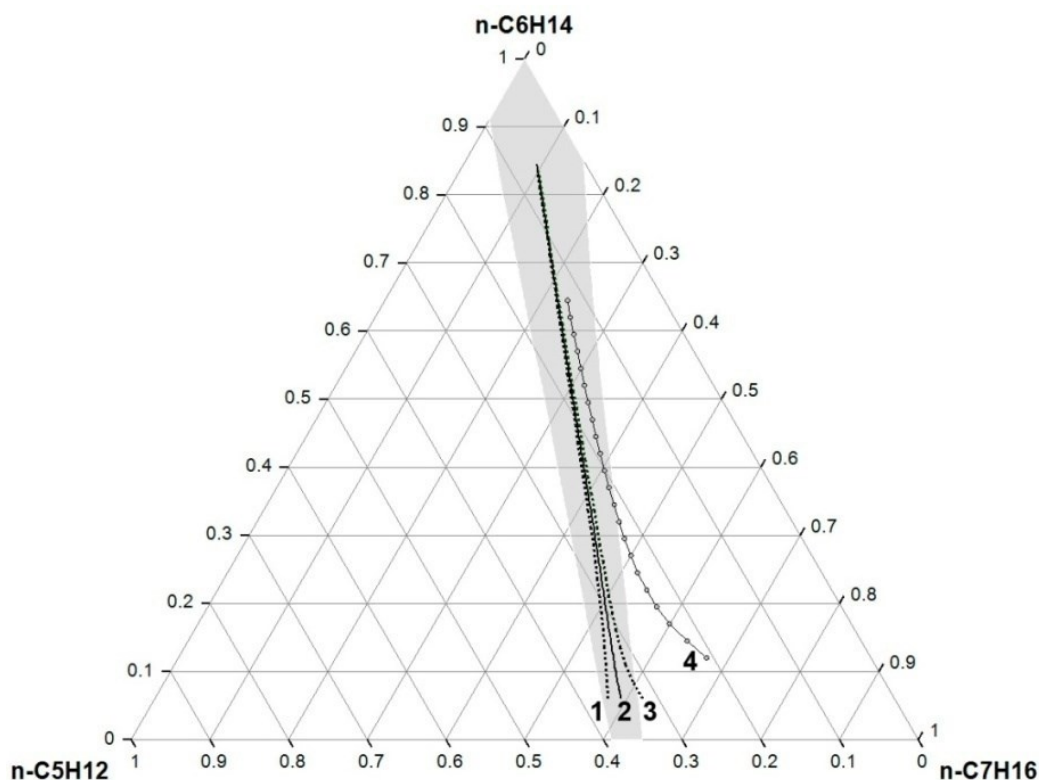
где  $\lambda_w$ ,  $\lambda_D$  – теплоты парообразования смеси в кубе и конденсаторе (кДж/кмоль);  $q$  – доля жидкости в потоке питания;  $R$  – рабочее флегмовое число;  $D$  – расход потока дистиллята (кмоль/час);  $F$  – расход потока питания (кмоль/час).

Анализ результатов расчета для всех восьми исследованных смесей показал, что строгого разграничения областей, где можно однозначно говорить о том, что одно разделение выгоднее другого, не существует. Например, если мы задаем возможное отклонение энергозатрат по каждому из комплексов на уровне  $\pm 2,5\%$  от полученного точного значения, то четкая линия разделения между первым и вторым комплексами превращается в широкую полосу (рисунок 2.3). Отклонение

$\pm 2,5\%$  от точного значения – достаточно много, когда рассматривают различные точные методы оптимизации. Но, как уже было сказано раньше, применять точные методы оптимизации для приближенных расчетов малообоснованно.

Кроме того, существует еще один момент, который связан с последующей разработкой и проектированием производства. В расчет технологического оборудования всегда закладывается технологический запас. Кроме того, сам расчет достаточно часто имеет большие допуски по точности (до 10% и более). Это, в частности, связано с тем, что созданная на основе расчетов технологическая схема обычно работает не в строго заданных условиях, а должна иметь достаточно широкий интервал работоспособности при изменении внешних параметров, например, состава или количества смеси, поступающей на разделение.

При выборе оптимальной схемы, таким образом, становится возможным рассматривать не четкую линию разделения, а полосу допуска. Поскольку обычно точность расчета технологического оборудования системы ректификации (колонн и теплообменников) принимается порядка 5-10%, а дополнительный запас по оборудованию принимается до 10-20%, то при разработке приближенного метода расчета допустимо некоторое отклонение от найденного точного значения равенства энергозатрат для первого и второго разделения. Нами было принято считать допустимым отклонение  $\pm 2,5\%$  (полоса допуска на *рисунке 2.3* выделена серым цветом).



**Рисунок 2.3.** Линия равенства энергозатрат для прямого (рисунок 2.2а) и непрямого (рисунок 2.2б) разделения трёхкомпонентной смеси для разной чистоты получаемых продуктов (1. 99,8%; 2. 99%; 3. 98% и 4. 90%). Серым цветом выделена полоса допуска по точности определения энергозатрат  $\pm 2,5\%$  для чистоты получаемых продуктов 99%.

Чистота получаемых продуктов оказывает влияние на положение линии равенства энергозатрат для прямого (рисунок 2.2а) и непрямого (рисунок 2.2б) разделения трёхкомпонентной смеси. Однако в случае, если количество примесей в конечных продуктах не превышает 2%, данное влияние оказывается несущественным (рисунок 2.3). «Отклонения» не выходят за пределы полосы допуска, полученной при чистоте конечных продуктов 99%. Данная чистота и полоса допуска при этой чистоте продуктов были приняты как базовые для определения применимости упрощённого метода поиска оптимального маршрута разделения смеси.

## **2.2 Упрощённый метод выбора между прямой и непрямой последовательностью разделения трёхкомпонентной смеси**

В настоящее время в качестве метода определения параметров ректификационных колонн при выборе оптимального пути разделения многокомпонентной смеси часто используется метод Фенске-Андервуда [56]. Несмотря на ряд упрощающих допущений, принятых при разработке данного метода, для зеотропных смесей с небольшими отклонениями от идеальности получаемые результаты имеют достаточную точность, чтобы метод сохранял свою актуальность.

Основные упрощающие допущения в методе Фенске-Андервуда известны [62]:

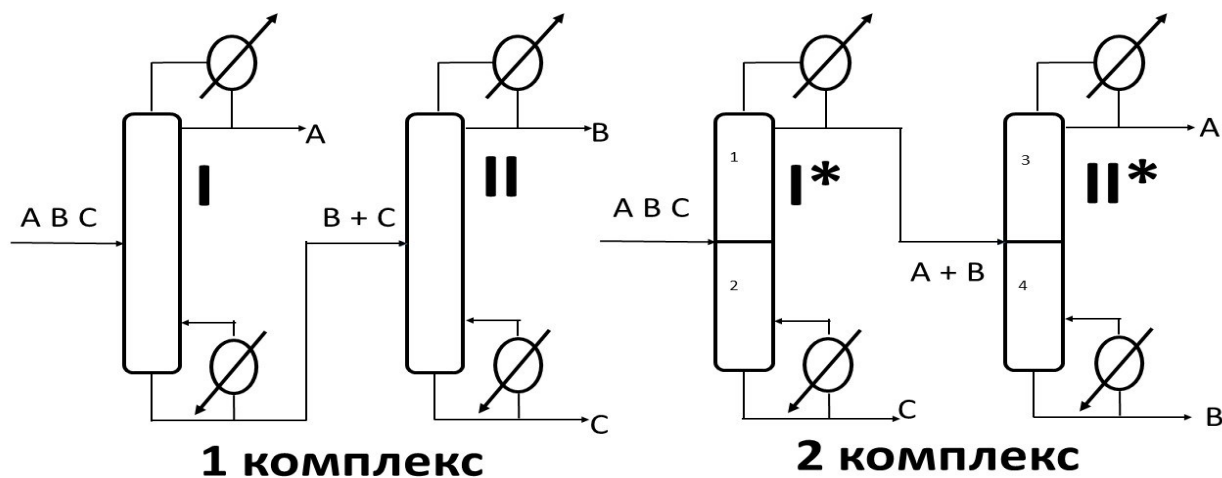
1. Тепловые потери колонны в окружающую среду равны нулю
2. Питание входит в колонну при температуре, равной точке кипения на тарелке
3. Теплоты смешения компонентов на тарелках также равны нулю
4. Мольные теплоты испарения для обоих компонентов одинаковы и постоянны по всей высоте колонны.
5. Состав верхнего продукта (дистиллята) одинаков с составом пара, поднимающимся с самой верхней тарелки колонны.

Несмотря на отмеченные упрощения, метод Фенске-Андервуда, по нашему мнению, имеет неиспользованный потенциал для его применения в качестве метода сравнения разных путей разделения и выбора наименее энергозатратного из них.

Рассмотрим прямую и непрямую последовательность разделения трёхкомпонентной смеси (*рисунок 2.4*).

Как уже было показано (*рисунок 2.3*), в области высокой чистоты получаемых конечных компонентов положение линии равенства энергозатрат для комплекса колонн с прямым и непрямым разделением меняется незначительно. Следовательно, для упрощения расчётов можно использовать для сопоставления

энергозатрат разделить смесь на компоненты при 100%-ной чистоте получаемых индивидуальных продуктов.



**Рисунок 2.4.** Расчётная схема комплексов с прямой (1-й комплекс) и непрямой (2-й комплекс) последовательностью ректификационных колонн

По методу Фенске-Андервуда количество вещества (в молях) принимается постоянным по высоте колонны. Если не рассматривать разделение веществ с сильно отличающимися теплоемкостями и теплотами испарения, и пренебречь энтальпией питания, дистиллята и кубовой жидкости, то можно принять второе упрощающее допущение: количество тепла, подводимого в кубе колонны, и тепла, отводимого в дефлегматоре (при полной конденсации), равны.

С учётом сделанных допущений получаем для значения суммарной тепловой нагрузки первой (I) и второй (II) колонн комплекса с прямой последовательностью колонн следующее выражение:

$$Q^{1\text{ комплекса}} = Q^{I\text{ колонны}} + Q^{II\text{ колонны}}$$

$$Q^{1\text{ комплекса}} = 2 \cdot (R_{\min}^I + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A + 2 \cdot (R_{\min}^{II} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B \quad (2.6)$$

где  $R_{\min}$  – минимальное флегмовое число;  $A$  – расход компонента А, равный его мольной доли в потоке питания умноженной на расход потока питания, кмоль/ч;  $B$  – расход компонента В, равный его мольной доли в потоке питания умноженной на расход потока питания, кмоль/ч;  $\Delta H$  – теплота парообразования индивидуального вещества, кДж/кмоль.



Для комплекса с непрямой последовательностью для первой (I\*) и второй (II\*) колонн, учитывая, что на первой колонне в качестве дистиллята выделяется смесь двух компонентов, получаем следующее выражение:

$$Q^{2_{\text{ком.плекса}}} = Q^{I^*_{\text{КОЛОННЫ}}} + Q^{II^*_{\text{КОЛОННЫ}}}$$

$$Q^{2_{\text{ком.плекса}}} = 2 \cdot (R_{\min}^{I^*} + 1) \cdot (A \cdot \Delta H_A + B \cdot \Delta H_B) + 2 \cdot (R_{\min}^{II^*} + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A \quad (2.7)$$

Условие равенства суммарных тепловых нагрузок комплекса с прямой и не прямой последовательностью ректификационных колонн можно записать в следующем виде:

$$\frac{Q^{1_{\text{ком.плекса}}}}{Q^{2_{\text{ком.плекса}}}} = \frac{2 \cdot (R_{\min}^I + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A + 2 \cdot (R_{\min}^{II} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B}{2 \cdot (R_{\min}^{I^*} + 1) \cdot (A \cdot \Delta H_A + B \cdot \Delta H_B) + 2 \cdot (R_{\min}^{II^*} + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A} = 1$$

Выполнив разделение переменных, получим критериальное уравнение, определяющее равенство энергозатрат комплексов с прямой и не прямой последовательностью ректификационных колонн:

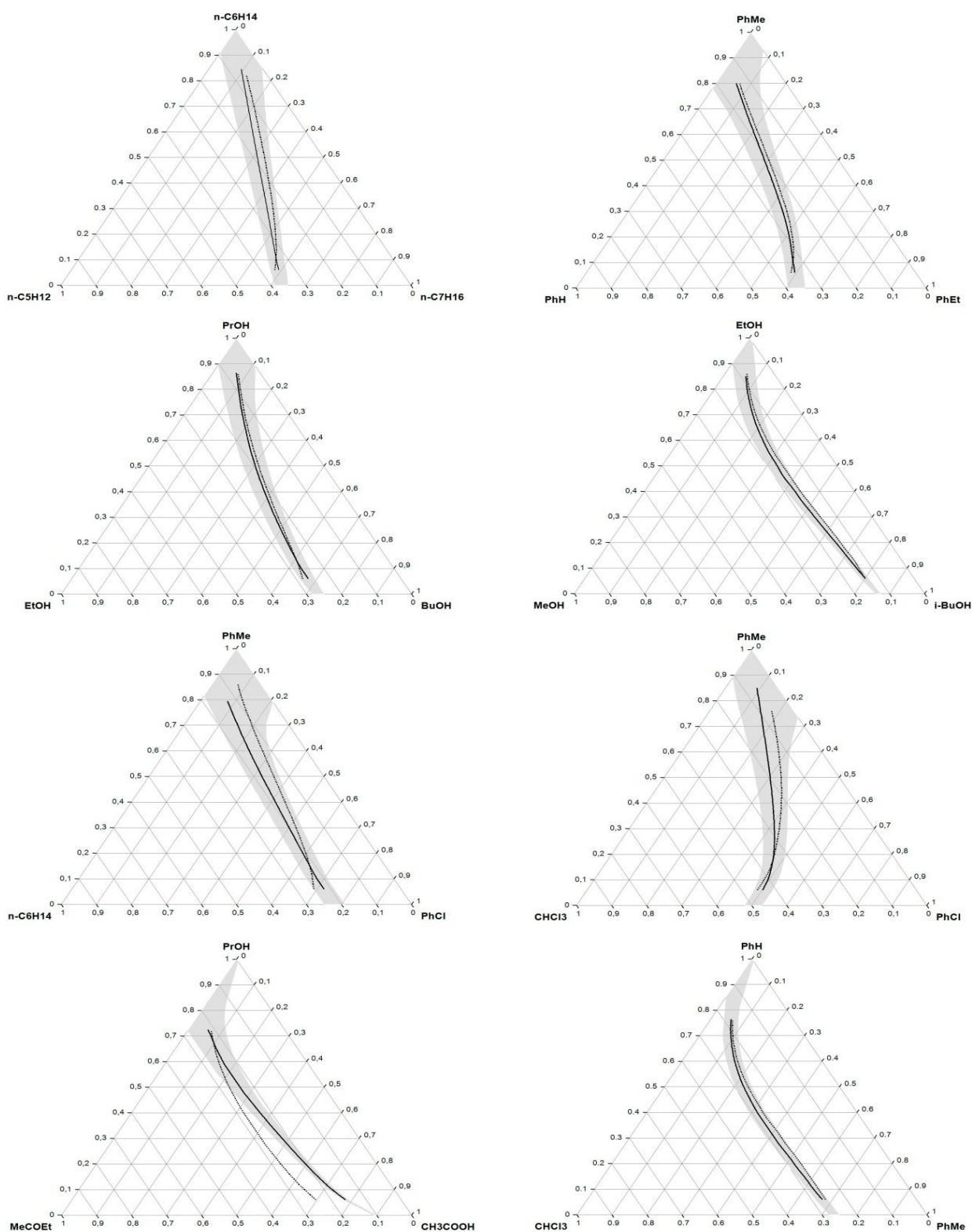
$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{\min}^I - R_{\min}^{I^*} - R_{\min}^{II^*} - 1)}{B \cdot \Delta H_B \cdot (R_{\min}^{I^*} - R_{\min}^{II^*})} = 1 \quad (2.8)$$

Таким образом, получено простое уравнение, с помощью которого для трехкомпонентной смеси с известным составом можно определить какой из комплексов (прямая и не прямая 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).

Используя полученное критериальное уравнение можно построить линию, разделяющую концентрационное поле для исходной смеси на две области, в которых наименьшие энергозатраты соответствуют или прямой последовательности колонн (область прилегает к точке с концентрацией легкого компонента равной 100%), или не прямой (область прилегает к точке с концентрацией тяжёлого компонента равной 100%). На *рисунке 2.5* показаны линии равенства энергозатрат для восьми различных смесей. За исключением

смеси «Метилэтилкетон – Пропанол – Уксусная кислота», ошибка не превышает  $\pm 2,5\%$  практически на всём диапазоне концентраций.

Ошибка расчёта линии равенства суммарных энергозатрат комплексов для смеси «Метилэтилкетон – Пропанол – Уксусная кислота» с помощью упрощённого критерия связана с сильной не идеальностью смесей, образуемых уксусной кислотой. Согласно упрощённому методу расчёта непосредственно в критериальном уравнении учитывается теплота парообразования только лёгкого и среднего компонентов. При этом предполагается, что температурная зависимость теплоты парообразования тяжёлого компонента симбатна остальным компонентам системы. Однако уксусная кислота – сильно ассоциирована как в жидком, так и в парообразном состоянии [63]. В результате температурная зависимость теплоты парообразования уксусной кислоты показывает сильное отклонение от «идеальной», т.е. той, которая могла бы иметь место при отсутствии ассоциации. Следствием этого является отклонение упрощенной линии равенства суммарных энергозатрат от точно рассчитанного значения, причем чем больше доля уксусной кислоты в смеси, тем больше проявляется это отклонение.

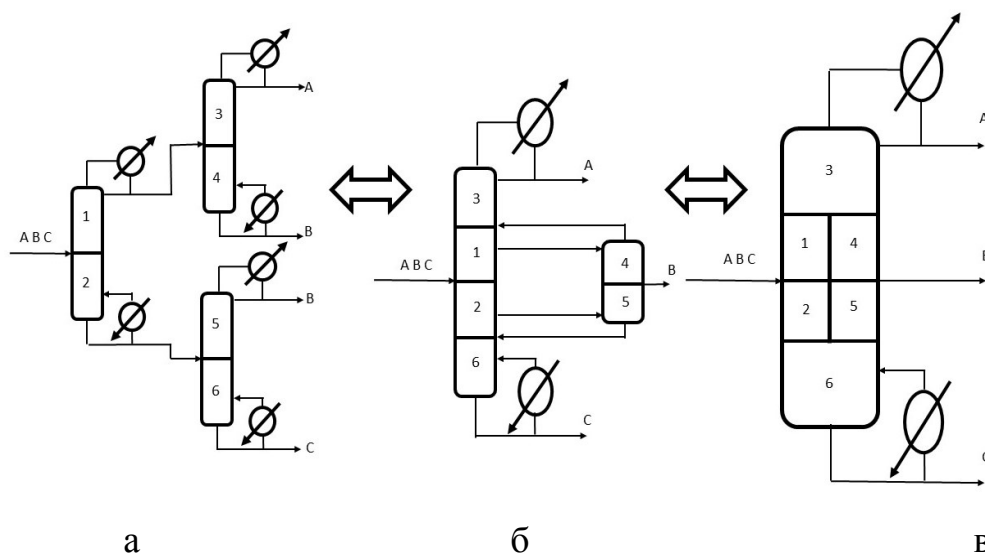


**Рисунок 2.5.** Линия равенства суммарных энергозатрат для комплекса с прямой и непрямой последовательностью ректификационных колонн (рисунок 2.5): сплошная линия – равенство при чистоте выделяемых продуктов 99%; серая полоса: полоса допуска  $\pm 2,5\%$  для линии равенства энергозатрат; пунктирная линия – расчёт линии равенства по упрощённому критерию (уравнение 2.8).

Таким образом, к не идеальным системам, допускающим лишь ограниченное применение упрощённых методов расчёта, следует отнести не только азеотропные смеси и смеси с пинч-эффектами, но и многокомпонентные системы, в которых имеются сильно ассоциированные жидкости.

### 2.3 Расчет комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн на основе уравнений Фенске-Андервуда

Комплексы ректификационных колонн с прямой и непрямой последовательностью представляют собой простейший способ разделения трёхкомпонентной смеси. Более сложным технологическим решением является симметричная последовательность разделения. В зависимости от степени интегрированности данная последовательность может быть реализована с помощью трёх, двух, или одной колонны (рисунок 2.6), топологически эквивалентных друг другу. Нами был выполнен расчёт симметричного комплекса в условиях, сопоставимых с расчётом прямой и непрямой последовательностей при чётком разделении компонентов (чистота получаемых продуктов 99%).



**Рисунок 2.6.** Схематическое изображение комплексов ректификационных колонн:

- а) комплекс с симметричной последовательностью ректификационных колонн
- б) сложный комплекс с полностью связанными потоками
- в) сложная ректификационная колонна с разделительной стенкой по центру

Алгоритм расчёта на основе приближенной методики Фенске-Андервуда [56] был реализован с применением пакета MATLAB для различных составов потока питания, изменяющихся в широком диапазоне. Целью расчёта было определение концентрационных областей, в которых использование симметричной последовательности разделения является энергетически более выгодным по сравнению с использованием прямой и непрямой последовательностей разделения. Разработанный алгоритм основывается на методе сканирования всей концентрационной области вдоль линий биссектрис, выходящих из вершины треугольника Гиббса, отвечающей максимальной концентрации среднего компонента.

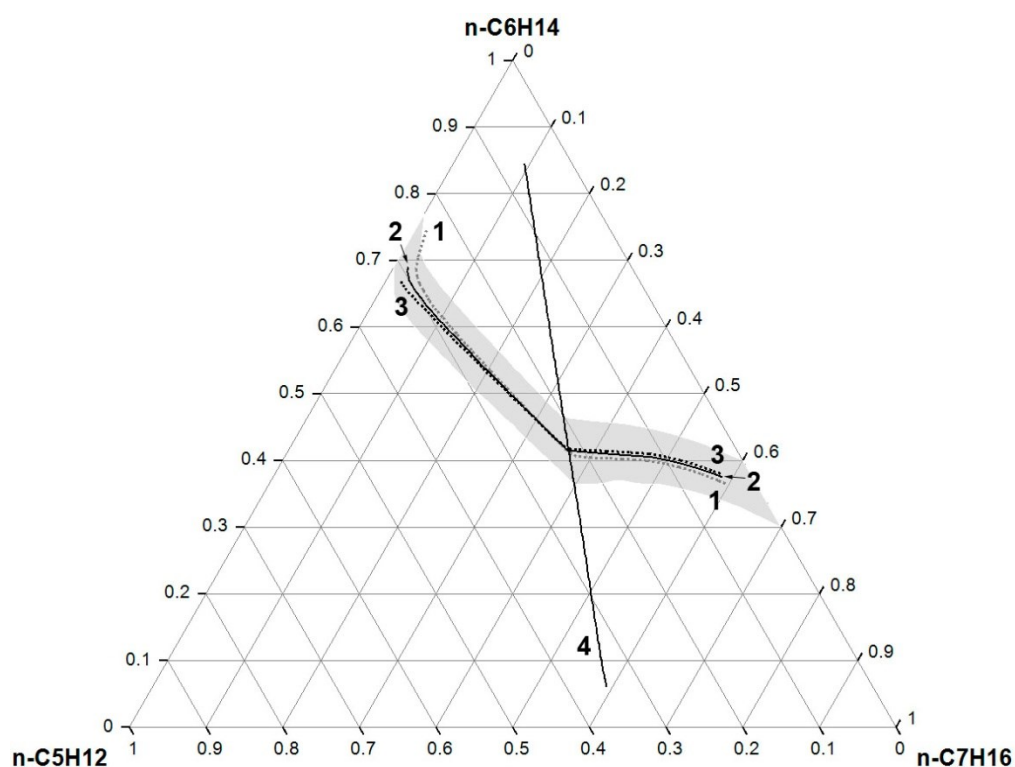
На начальном этапе рассчитывается полный материальный баланс комплекса с симметричной последовательностью колонн с целью определения сплит-факторов (отношение расходов легкого и тяжелого ключевого компонента в потоке дистиллята к потоку питания). Для этого задаётся соотношение  $v$ , показывающее отношение количеств среднего компонента в дистилляте и в кубовой жидкости. Начальное приближение принималось равным единице. В дальнейшем соотношение пересчитывалось в ходе решения системы уравнений для не рядом стоящих ключевых компонентов. Результатом расчёта является значение минимального флегмового числа, расход дистиллята и концентрация не ключевых компонентов в дистилляте. Система уравнений составляется исходя из следующих равенств:

$$\begin{cases} \sum_{j=1}^p \sum_{i=1}^n \frac{a_i \cdot d_i}{a_i - \varphi_j} \cdot \frac{1}{D} = R_{\min} + 1 \\ \sum_{i=1}^n \frac{d_i}{D} = 1 \end{cases} \quad (2.9)$$

$a_i$  - относительная летучесть  $i$ -го компонента, рассчитанная при температуре и давлении питания,  $d_i$  - расход  $i$ -го компонента в потоке дистиллята, равный произведению концентрации  $i$ -го компонента в потоке дистиллята  $x_i^D$  (мол. доля) на расход дистиллята  $D$  ( $d_i = x_i^D * D$ );  $\varphi_j$  - корни уравнения [уравнение (2.2)],

значения которых лежит между значениями относительных летучестей ключевых компонентов,  $R_{min}$  – минимальное флегмовое число.

При решении системы уравнений следует учитывать, что для компонентов, лежащих между ключевыми компонентами,  $d_i / D$  будет записываться в виде  $x_i^D$ . Для компонентов, расположенных перед легким ключевым компонентом,  $d_i = x_i^F * F$ , где  $F$  – расход потока питания,  $x_i^F$  – концентрация  $i$ -го компонента в потоке питания (мол.доля). Для компонентов, расположенных после тяжелого ключевого компонента,  $d_i = 0$ . Результатом решения системы уравнений являются значения минимального флегмового числа  $R_{min}$ , расхода  $D$  и состав  $x_i^D$  потока дистиллята.



**Рисунок 2.7.** Линия равенства суммарных энергозатрат для симметричного комплекса с энергозатратами для прямого и непрямого комплексов трёхкомпонентной смеси для разной чистоты получаемых продуктов (1. 98%; 2. 99%; 3. 99,8%). Серым цветом выделена полоса допуска по точности определения энергозатрат  $\pm 2,5\%$  для чистоты получаемых компонентов 99%. Линия 4 – линия равенства энергозатрат для комплексов колонн с прямым и непрямым разделением.

Расчёт второй и третьей колонны комплекса происходит аналогично тому, как это делалось для прямой и непрямой последовательностей в пункте 2.1.

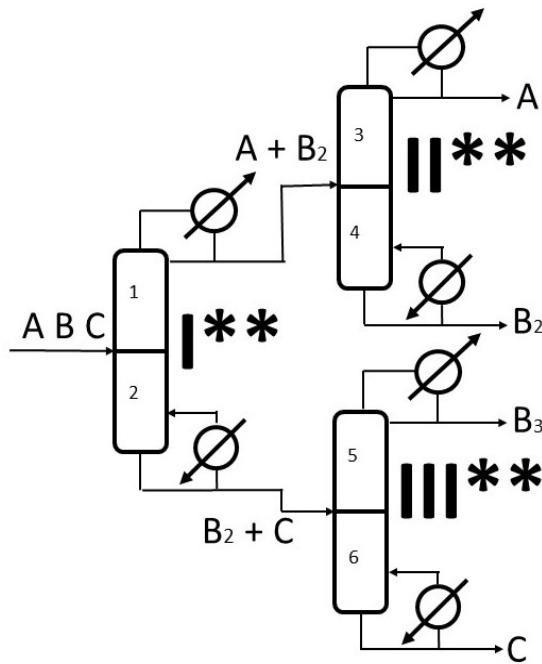
Сравнивая суммарные энергозатраты (по модулю) всех трёх вариантов разделения смеси (прямое, непрямоe и смешанное разделение), можно на треугольнике Гиббса построить линии равенства энергозатрат. При этом вся концентрационная область разделится на три области (*рисунок 2.7*). Симметричное разделение оказывается энергетически выгодным только при достаточно высоком содержании среднего компонента в исходной смеси.

Так же, как и в случае использования только прямого и непрямого разделений, чистота получаемых продуктов оказывает влияние на положение линии равенства энергозатрат. В условиях низкого содержания примесей в конечных продуктах ректификации (менее 2%) данное влияние оказывается несущественным (*рисунок 2.7*). Отклонения не выходят за пределы полосы допуска, полученной при чистоте конечных продуктов 99% (выделена на *рисунке 2.7* серым цветом). Данная чистота и полоса допуска при этой чистоте продуктов (отклонение энергозатрат не более  $\pm 2,5\%$ ) были приняты как базовые для определения применимости упрощённого метода поиска оптимального маршрута разделения смеси.

#### **2.4 Упрощённый метод выбора между симметричной, прямой и непрямой последовательностями разделения трёхкомпонентной смеси**

Разработка упрощения для расчёта комплекса с симметричной последовательностью колонн основывается на тех же принципах, что и в случае расчёта комплексов с прямой и непрямой последовательностью колонн, а именно:

- чистота получаемых индивидуальных продуктов равна 100%;
- количество тепла, подводимого в кубе колонны, и тепла, отводимого в дефлегматоре (при полной конденсации), равны;



**Рисунок 2.8.** Расчётная схема комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн

Соотношение количеств среднего компонента ( $B$ ), выделяемого в составе дистиллята ( $B_2$ ) и кубовой жидкости ( $B_3$ ) первой колонны, запишем следующим образом:

$$b = \frac{B_2}{B_3} \quad (2.10)$$

Так как

$$B = B_2 + B_3 \quad (2.11)$$

то для  $B_2$  и  $B_3$  можно записать:

$$B_2 = \frac{B \cdot b}{b + 1} \quad (2.12)$$

$$B_3 = \frac{B}{b + 1} \quad (2.13)$$

С учётом принятых допущений для значения суммарной тепловой нагрузки всех трёх колонн комплекса с симметричной последовательностью получаем:

$$Q^{I^{**}_{КОЛОНЫ}} = 2 \cdot (R_{mn}^{I^{**}} + 1) \cdot (A \cdot \Delta H_A + B_2 \cdot \Delta H_B) \quad (2.14)$$

$$Q^{II^{**}_{КОЛОНЫ}} = 2 \cdot (R_{mn}^{II^{**}} + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A \quad (2.15)$$



$$Q^{III^{**} \text{ колонны}} = 2 \cdot (R_{mn}^{III^{**}} + 1) \cdot B_3 \cdot \Delta H_B \quad (2.16)$$

$$Q^{\text{3 комплекса}} = Q^{I^{**} \text{ колонны}} + Q^{II^{**} \text{ колонны}} + Q^{III^{**} \text{ колонны}} \quad (2.17)$$

где  $R_{min}$  – минимальное флегмовое число;  $A$  – расход компонента А, равный его мольной доли в потоке питания умноженной на расход потока питания, кмоль/ч;  $B$  – расход компонента В, равный его мольной доли в потоке питания умноженной на расход потока питания, кмоль/ч;  $\Delta H$  – теплота парообразования индивидуального вещества, кДж/кмоль.

Решая совместно уравнения (2.12) - (2.17) получаем выражение для суммарных энергозатрат третьего комплекса (2.18):

$$Q^{\text{3 комплекса}} = 2 \cdot [(R_{mn}^{I^{**}} + R_{mn}^{II^{**}} + 2) \cdot A \cdot \Delta H_A + (\frac{R_{mn}^{I^{**}} \cdot b + R_{mn}^{III^{**}}}{1+b} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B] \quad (2.18)$$

В ходе расчёта по уравнениям Фенске – Андервуда начальное приближение коэффициента  $b$  задается вручную (обычно  $b = 1$ ) и пересчитывается при следующей итерации в ходе решения системы уравнений (2.9). Этот способ поиска численного значения коэффициента  $b$  не применим при использовании критериального уравнения. Аналитическое значение коэффициента можно получить, используя ранее принятые упрощения материального баланса.

Запишем уравнение (2.18) для трехкомпонентной смеси и обозначим легкий ключевой компонент А и тяжелый ключевой компонент С индексами 1 и 3, соответственно:

$$\frac{\alpha_1 \cdot x_1^D}{\alpha_1 - \varphi_1} + \frac{\alpha_2 \cdot x_2^D}{\alpha_2 - \varphi_1} + \frac{\alpha_3 \cdot x_3^D}{\alpha_3 - \varphi_1} = R_{min} + 1 \quad (2.19)$$

$$\frac{\alpha_1 \cdot x_1^D}{\alpha_1 - \varphi_2} + \frac{\alpha_2 \cdot x_2^D}{\alpha_2 - \varphi_2} + \frac{\alpha_3 \cdot x_3^D}{\alpha_3 - \varphi_2} = R_{min} + 1 \quad (2.20)$$

Здесь  $\varphi_1$  и  $\varphi_2$  – корни уравнений, значения корней лежат между значениями относительных летучестей ключевых компонентов

$$\alpha_1 > \varphi_1 > \alpha_2 > \varphi_2 > \alpha_3 \quad (2.21)$$

Если учитывать упрощение материального баланса, то в дистилляте первой колонны комплекса с симметричной последовательностью (рисунк 2.8) будет отсутствовать компонент С. Из этого следует, что  $x_3^D = 0$ .

Перепишем систему уравнений (2.19) - (2.20) следующим образом:

$$\frac{\alpha_1 \cdot x_1^D}{\alpha_1 - \varphi_1} + \frac{\alpha_2 \cdot x_2^D}{\alpha_2 - \varphi_1} = \frac{\alpha_1 \cdot x_1^D}{\alpha_1 - \varphi_2} + \frac{\alpha_2 \cdot x_2^D}{\alpha_2 - \varphi_2} \quad (2.22)$$

Преобразуем уравнение 2.22, сделав замену

$$\frac{x_2^D}{x_1^D} = x^D \quad (2.23)$$

$$\frac{\alpha_1}{\alpha_1 - \varphi_1} + \frac{\alpha_2 \cdot x^D}{\alpha_2 - \varphi_1} = \frac{\alpha_1}{\alpha_1 - \varphi_2} + \frac{\alpha_2 \cdot x^D}{\alpha_2 - \varphi_2}$$

После упрощения данного выражения получаем:

$$\frac{\alpha_2 \cdot x^D}{\alpha_1} = \frac{(\alpha_2 - \varphi_2) \cdot (\alpha_2 - \varphi_1)}{(\alpha_1 - \varphi_1) \cdot (\alpha_1 - \varphi_2)} \quad (2.24)$$

Примем, что:

$$\beta = -\frac{(\alpha_2 - \varphi_2) \cdot (\alpha_2 - \varphi_1)}{(\alpha_1 - \varphi_1) \cdot (\alpha_1 - \varphi_2)} \quad (2.25)$$

Значение  $\beta$  всегда положительно:

$$\alpha_2 - \varphi_2 > 0(+); \alpha_2 - \varphi_1 < 0(-);$$

$$\alpha_1 - \varphi_1 > 0(+); \alpha_1 - \varphi_2 > 0(+)$$

$$\beta = -\frac{(+)\cdot(-)}{(+)\cdot(+)} = (+)$$

Раскроем  $x^D$  и получим следующее выражение

$$\frac{\alpha_2}{\alpha_1} \cdot \frac{x_2^D}{x_1^D} = \beta \quad (2.26)$$

Перейдём от мольных долей к абсолютным количествам компонентов с учётом упрощения материального баланса (рисунк 2.8.):

$$x_1^D = \frac{A}{A + B_2}; x_2^D = \frac{B_2}{A + B_2}$$

$$\frac{x_2^D}{x_1^D} = \frac{B_2}{A} \quad (2.27)$$

С учётом выражения (2.11) для значения  $B_2$ , получаем:

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

После несложных преобразований можно получить аналитическое выражение для коэффициента  $\beta$ :

$$\frac{1}{\beta} = \frac{\alpha_2}{\alpha_1} \cdot \frac{B}{A} \cdot \frac{1}{b} - 1$$

Условие равенства суммарных тепловых нагрузок комплекса с прямой ( $Q^I$  комплекса) и симметричной ( $Q^3$  комплекса) последовательностью ректификационных колонн можно записать следующим образом:

$$\frac{Q^{1\text{компл.екса}}}{Q^{3\text{компл.екса}}} = \frac{2 \cdot (R_{mn}^I + 1) \cdot A \cdot \Delta H_A + 2 \cdot (R_{mn}^{II} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B}{2 \cdot [(R_{mn}^{I**} + R_{mn}^{II**} + 2) \cdot A \cdot \Delta H_A + (\frac{R_{mn}^{I**} \cdot b + R_{mn}^{III**}}{1+b} + 1) \cdot B \cdot \Delta H_B]} \quad (2.28)$$

Выполнив разделение переменных, получим критериальное уравнение

$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{mn}^I - R_{mn}^{I**} - R_{mn}^{II**} - 1)}{B \cdot \Delta H_B \cdot (\frac{R_{mn}^{I**} \cdot b + R_{mn}^{III**}}{1+b} - R_{mn}^{II})} = 1 \quad (2.29)$$

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).

Аналогично получим критериальное уравнение для сравнения комплексов с непрямой ( $Q^2$  комплекса) и симметричной ( $Q^3$  комплекса) последовательностью ректификационных колонн

$$\frac{A \cdot \Delta H_A \cdot (R_{mn}^{I*} - R_{mn}^{I**} - R_{mn}^{II**} - R_{mn}^{II*})}{B \cdot \Delta H_B \cdot (\frac{R_{mn}^{I**} \cdot b + R_{mn}^{III**}}{1+b} - R_{mn}^{I*})} = 1 \quad (2.30)$$

согласно которому для трехкомпонентной смеси с известным составом можно определить, какой из комплексов (непрямая и симметричная

последовательность разделения) энергетически наиболее выгоден: если соотношение в левой части меньше единицы, то меньшие энергозатраты будут для комплекса колонн с непрямым разделением (т.е. первым должен выделяться компонент В).

Используя полученные критериальные уравнения можно построить линии, разделяющие концентрационное поле на три области:

– в области, прилегающей к точке с концентрацией легкого компонента равной 100%, энергетически выгодно использовать прямую последовательность ректификационных колонн;

– в области, прилегающей к точке с концентрацией среднего компонента равной 100%, энергетически выгодно использовать симметричную последовательность ректификационных колонн;

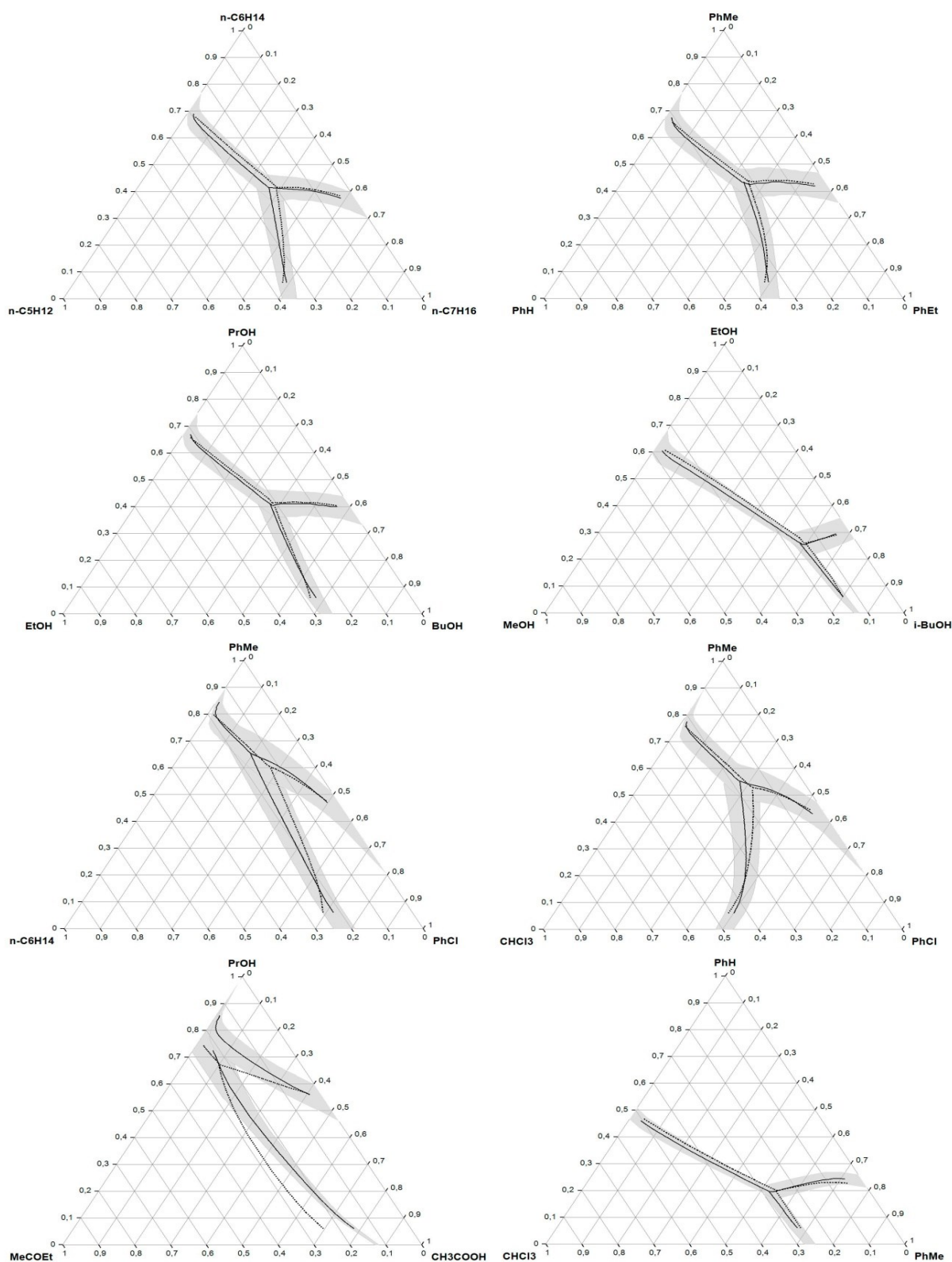
– в области, прилегающей к точке с концентрацией тяжёлого компонента равной 100%, энергетически выгодно использовать прямую последовательность ректификационных колонн;

На *рисунке 2.9* показаны линии равенства энергозатрат для восьми различных смесей. Результаты расчёта по предлагаемым критериальным уравнениям показывают удовлетворительное соответствие результатам, получаемым с помощью уравнений Фенске-Андервуда. За исключением смеси «Метилэтилкетон – Пропанол – Уксусная кислота», ошибка расчёта не превышает  $\pm 2,5\%$  практически на всём диапазоне концентраций. Снижение точности расчёта при разделении смеси с уксусной кислотой обусловлено её сильным отклонением от идеальности за счёт наличия ассоциации молекул уксусной кислоты как в жидком, так и в парообразном состоянии [63].

Для практического применения выведенных нами критериальных уравнений не требуется анализировать всю концентрационную область. Достаточно для конкретной исходной смеси с заданным составом компонентов применить предлагаемые уравнения в следующей последовательности:

- определить какой из двух вариантов разделения смеси (с прямой и непрямой последовательностью колонн) является более оптимальным с точки зрения уменьшения суммарным (по модулю) энергозатрат [уравнение (2.8)];
- для выбранного комплекса с помощью соответствующего уравнения (2.29) или (2.30) оценить предпочтительность комплекса с симметричной последовательностью колонн.

Применение разработанных критериальных уравнений требует расчета минимальных флегмовых чисел исходя из упрощенного материального баланса каждой рассматриваемой колонны (разделение смеси на компоненты при 100%-ной чистоте получаемых индивидуальных продуктов).



**Рисунок 2.9.** Линия равенства суммарных энергозатрат для комплексов с прямой, непрямой и симметричной последовательностями ректификационных колонн. Сплошная линия: равенство при чистоте выделяемых продуктов 99%; серая полоса: полоса допуска  $\pm 2,5\%$  для линии равенства энергозатрат; пунктирная линия: расчёт линии равенства по упрощённому критерию (уравнения 2.8, 2.29 и 2.30).

## 2.5 Проверка применимости критериальных уравнений путём строго расчёта разделения с помощью программы ChemCAD

С целью проверки работоспособности разработанных критериальных уравнений и метода выбора оптимальной последовательности разделения при использовании точных методов решения было проведено моделирование рассмотренной выше трехкомпонентной зеотропной системы «этанол – пропанол – бутанол» с использованием моделирующей программы ChemCAD.

На основе разработанных критериальных уравнений были получены следующие линии равенства суммарных энергозатрат для комплекса с прямой, непрямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн, показанные на *рисунке 2.10*.

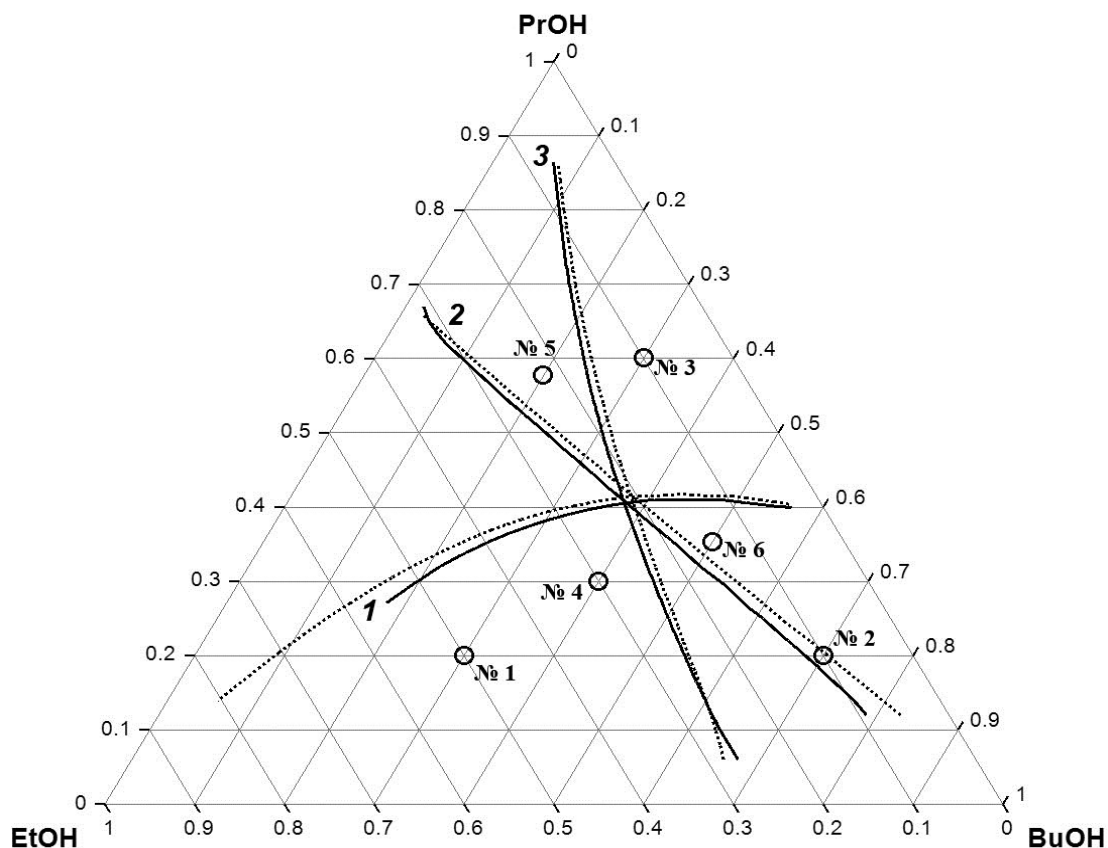
Линии равенства разделяют концентрационные области на треугольнике Гиббса в которых наиболее энергетически выгоднее одна из трех последовательностей разделения. Нами было рассмотрено 6 следующих составов потока питания (мольные доли, этанол – пропанол – бутанол), отвечающих различным концентрационным областям.

**Таблица 2.1.** 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

Каждая смесь, состав потока питания которой отвечает каждой из этих точек, разделялась на индивидуальные компоненты (0.99 мол. доля.) с использованием трех вышеперечисленных простых ректификационных комплексов для сравнения их суммарных энергозатрат.

Исходная смесь подается в виде жидкости при температуре начала кипения смеси при атмосферном давлении. Давление в колонне постоянно.



**Рисунок 2.10.** Линия равенства суммарных энергозатрат для комплекса с прямой, непрямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн.

Линия 1 – равенство суммарных энергозатрат комплексов с непрямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн.

Линия 2 – равенство суммарных энергозатрат комплексов с прямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн.

Линия 3 – равенство суммарных энергозатрат комплексов с прямой и непрямой последовательностью ректификационных колонн.

Сплошная линия – равенство при чистоте выделяемых продуктов 99%

Пунктирная линия - расчёт линии равенства по упрощённому критерию (уравнения 2.8, 2.29 и 2.30).

Нумерованные точки – смеси компонентов (таблица 2.1)



Расчет колонн каждого ректификационного комплекса выполнялся в соответствии с блок-схемой, описанной в [64]. Были определены технологические параметры колонны, высота колонны, расположение тарелки питания, флегмовое число. Расчет проводился в теоретических тарелках. Проектный расчет под конкретные типы контактных устройств не выполнялся.

На первом этапе необходимо определить диапазон высот ректификационной колонны. Для этого используем встроенный модуль SHOR (проектирование ректификационной колонны методом Фенске – Андервуда – Джилиленда с расчетом тарелки питания по методу Фенске), который позволяет оценить высоту колонны и тарелку питания при заданном разделении исходной смеси. Для определения нижней границы высоты колонны задаем относительное флегмовое число  $R/R_{\min}$  равным 10, для верхней границы принимаем  $R/R_{\min}$  равным 1.01.

С использованием пакета программ MATLAB был рассчитан материальный баланс комплексов разделения для получения значений сплит-факторов ключевого легкого и тяжелого компонента, при которых будет достигнута требуемая чистота продуктов (0,99 мол. доля).

Существует множество способов определения высоты ректификационной колонны. Простейший и достаточно точный из известных критериев определения высоты колонны предполагает оценку  $N(R+1)$ , пропорционального объему колонны (где  $N$  – число тарелок,  $R$  – флегмовое число). Однако данный критерий имеет ряд недостатков.

В нашем исследовании в качестве критерия применялось относительное значение суммарных энергозатрат, потребных для разделения смеси [64]

$$\min \left( \frac{\sum Q_{n-1} / \sum Q_n}{n / (n-1)} \right), \quad (2.31)$$

где  $\sum Q_n$  – суммарные затраты для колонны высотой  $n$  теоретических тарелок;  $\sum Q_{n-1}$  – суммарные затраты для колонны высотой  $n-1$ ;  $n$  – высота

колонны на текущем шаге увеличения высоты;  $n-1$  – высота колонны на предыдущем шаге увеличения высоты.

На следующем этапе с использованием модуля SCDS (потарелочный строгий расчет колонны) и контроллера CONT (необходим для задания величины отношения высоты тарелки питания к полной высоте колонны) в интервале числа теоретических тарелок, найденном на предыдущем шаге, был проведен анализ чувствительности с последующим применением критерия (2.31).

Определив высоту колонны, необходимо уточнить положение тарелки питания. С этой целью необходимо провести анализ чувствительности в интервале максимального и минимального уровня ввода питания в полученную на предыдущем этапе расчетную колонну [64].

Если бы определение высоты колонны и положения тарелки питания проводились одновременно, то расчет на этом можно было бы считать законченным. Однако, поскольку эти два параметра колонны рассчитывались независимо, необходимо выполнить как минимум одну дополнительную итерацию. Обычно хватает двух итераций, но если изменения оказываются значительными (более двух-трех тарелок высоты колонны и более одной-двух тарелок питания), то целесообразно выполнить еще одну итерацию с расчетом высоты колонны и определением положения тарелки питания.

В результате расчетов для каждого из 6-ти составов потока питания были найдены оптимальная высота, положение тарелки питания и суммарные энергозатраты для колонн рассмотренных комплексов с прямой (ППК), непрямой (НПК) и симметричной (СПК) последовательностью колонн (таблица 2.2-2.7)

**Таблица 2.2.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №1 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	28	27	27	27	22	24	28
Тарелка питания ( $N_R$ )	14	15	16	15	6	12	14
Флегмовое число (R)	1,69	2,8	0,77	1,58	0,61	1,3	3,49
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,96 \cdot 10^8$	$-1,08 \cdot 10^8$	$-1,8 \cdot 10^8$	$-1,88 \cdot 10^8$	$-1,33 \cdot 10^8$	$-1,67 \cdot 10^8$	$-8,75 \cdot 10^7$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{гев}$ )	$1,98 \cdot 10^8$	$1,09 \cdot 10^8$	$1,83 \cdot 10^8$	$1,89 \cdot 10^8$	$1,36 \cdot 10^8$	$1,67 \cdot 10^8$	$8,82 \cdot 10^7$

**Таблица 2.3.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №2 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	33	28	28	31	19	31	25
Тарелка питания ( $N_R$ )	14	15	15	16	7	18	15
Флегмовое число (R)	6,06	4,77	3	3	3,42	1,82	7,02
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,02 \cdot 10^8$	$-1,64 \cdot 10^8$	$-1,74 \cdot 10^8$	$-5,78 \cdot 10^7$	$-1,12 \cdot 10^8$	$-4,06 \cdot 10^7$	$-1,44 \cdot 10^8$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{гев}$ )	$1,04 \cdot 10^8$	$1,66 \cdot 10^8$	$1,77 \cdot 10^8$	$5,82 \cdot 10^7$	$1,14 \cdot 10^8$	$4,09 \cdot 10^7$	$1,45 \cdot 10^8$

**Таблица 2.4.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №3 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	28	26	26	29	15	30	30
Тарелка питания ( $N_R$ )	14	15	15	14	6	16	18
Флегмовое число (R)	9,36	1,66	1,41	7,35	2,16	3,25	1,78
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,47 \cdot 10^8$	$-2,35 \cdot 10^8$	$-2,49 \cdot 10^8$	$-1,18 \cdot 10^8$	$-1,43 \cdot 10^8$	$-5,98 \cdot 10^7$	$-1,61 \cdot 10^8$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{тев}$ )	$1,48 \cdot 10^8$	$2,36 \cdot 10^8$	$2,5 \cdot 10^8$	$1,18 \cdot 10^8$	$1,44 \cdot 10^8$	$6,03 \cdot 10^7$	$1,62 \cdot 10^8$
Суммарная тепловая нагрузка комплекса, КДж/час ( $Q_{sum}$ )	$7,66 \cdot 10^8$		$7,37 \cdot 10^8$		$7,3 \cdot 10^8$		

**Таблица 2.5.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №4 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	30	29	27	29	18	25	26
Тарелка питания ( $N_R$ )	15	16	15	16	6	14	15
Флегмовое число (R)	2,6	2,44	1,22	2,16	9,26	1,74	1,73
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,57 \cdot 10^8$	$-1,5 \cdot 10^8$	$-1,95 \cdot 10^8$	$-1,38 \cdot 10^8$	$-1,44 \cdot 10^8$	$-1,18 \cdot 10^8$	$-1,26 \cdot 10^8$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{тев}$ )	$1,6 \cdot 10^8$	$1,51 \cdot 10^8$	$1,98 \cdot 10^8$	$1,39 \cdot 10^8$	$1,47 \cdot 10^8$	$1,18 \cdot 10^8$	$1,27 \cdot 10^8$

**Таблица 2.6.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №5 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	32	26	25	27	17	31	27
Тарелка питания ( $N_R$ )	15	15	14	14	5	18	16
Флегмовое число (R)	4,08	1,44	1,08	2,15	1,23	2,02	1,65
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,61 \cdot 10^8$	$-2,09 \cdot 10^8$	$-2,46 \cdot 10^8$	$-1,63 \cdot 10^8$	$-1,38 \cdot 10^8$	$-9,55 \cdot 10^7$	$-1,48 \cdot 10^8$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{гев}$ )	$1,62 \cdot 10^8$	$2,1 \cdot 10^8$	$2,47 \cdot 10^8$	$1,64 \cdot 10^8$	$1,39 \cdot 10^8$	$9,6 \cdot 10^7$	$1,49 \cdot 10^8$

**Таблица 2.7.** Параметры колонн для трех типов комплексов при составе потока питания №6 (рис1) (табл.2.1)

	ППК		НПК		СПК		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок (N)	33	30	28	31	16	31	28
Тарелка питания ( $N_R$ )	15	17	16	16	6	18	14
Флегмовое число (R)	4,82	2,48	1,76	3,38	1,85	2	3,54
Тепловая нагрузка конденсатора, КДж/час ( $Q_{cond}$ )	$-1,26 \cdot 10^8$	$-1,78 \cdot 10^8$	$-2,02 \cdot 10^8$	$-9,47 \cdot 10^7$	$-1,2 \cdot 10^8$	$-6,43 \cdot 10^7$	$-1,44 \cdot 10^8$
Тепловая нагрузка кипятильника, КДж/час ( $Q_{гев}$ )	$1,28 \cdot 10^8$	$1,79 \cdot 10^8$	$2,05 \cdot 10^8$	$9,54 \cdot 10^7$	$1,22 \cdot 10^8$	$6,47 \cdot 10^7$	$1,45 \cdot 10^8$

В результате проведенного исследования было получено, что несмотря на то что, при оптимизации параметров колонн по методике [64] в абсолютном выражении полученные величины суммарных тепловых нагрузок (таблица 2.8.) комплексов отличаются от полученных при упрощённых расчётах по уравнениям

Фенске-Андервуда, взаимное расположение комплексов согласно их энергоэффективности сохраняется. Так на основании точного расчёта найдено, что для составов № 1 и 4 наиболее выгодно использовать прямое разделение (рисунк 2.10). Для составов № 2 и 6 энергетически более выгодным является не прямое разделение. Симметричная последовательность ректификационных колонн предпочтительна для составов № 3 и 5. Таким образом, подтверждено, что для выбора метода разделения трёхкомпонентной смеси вместо полного расчёта всех вариантов ректификации можно воспользоваться проведением упрощённого расчёта по предлагаемым критериальным уравнениям.

**Таблица 2.8.** Суммарная тепловая нагрузка комплексов с прямой (ППК – рисунок 2.2 (а)), не прямой (НПК – рисунок 2.2 (б)), симметричной (СПК– рисунок 2.8) последовательность ректификационных колонн.

Суммарная тепловая нагрузка комплекса, Гкал/час ( $Q_{sum}$ )						
	ППК		НПК		СПК	
	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета
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

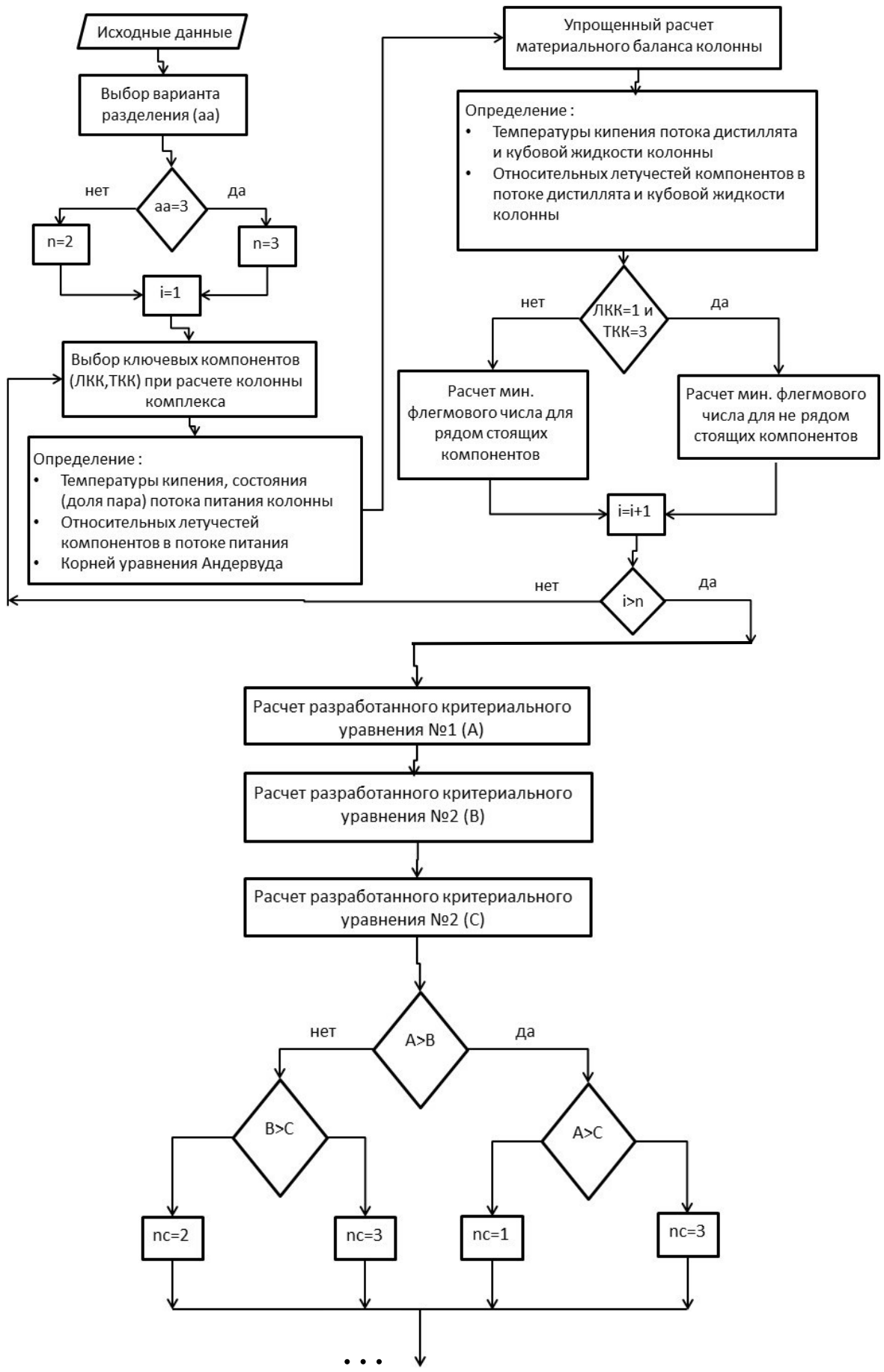
Естественно, использование параметров колонн (тепловые нагрузки, флегмовые числа, потоки жидкости и пара), полученных при упрощенном расчете, недопустимо иначе, как в виде первоначального приближения для последующего точного моделирования ректификационного комплекса.

## **2.6 Алгоритм выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации**

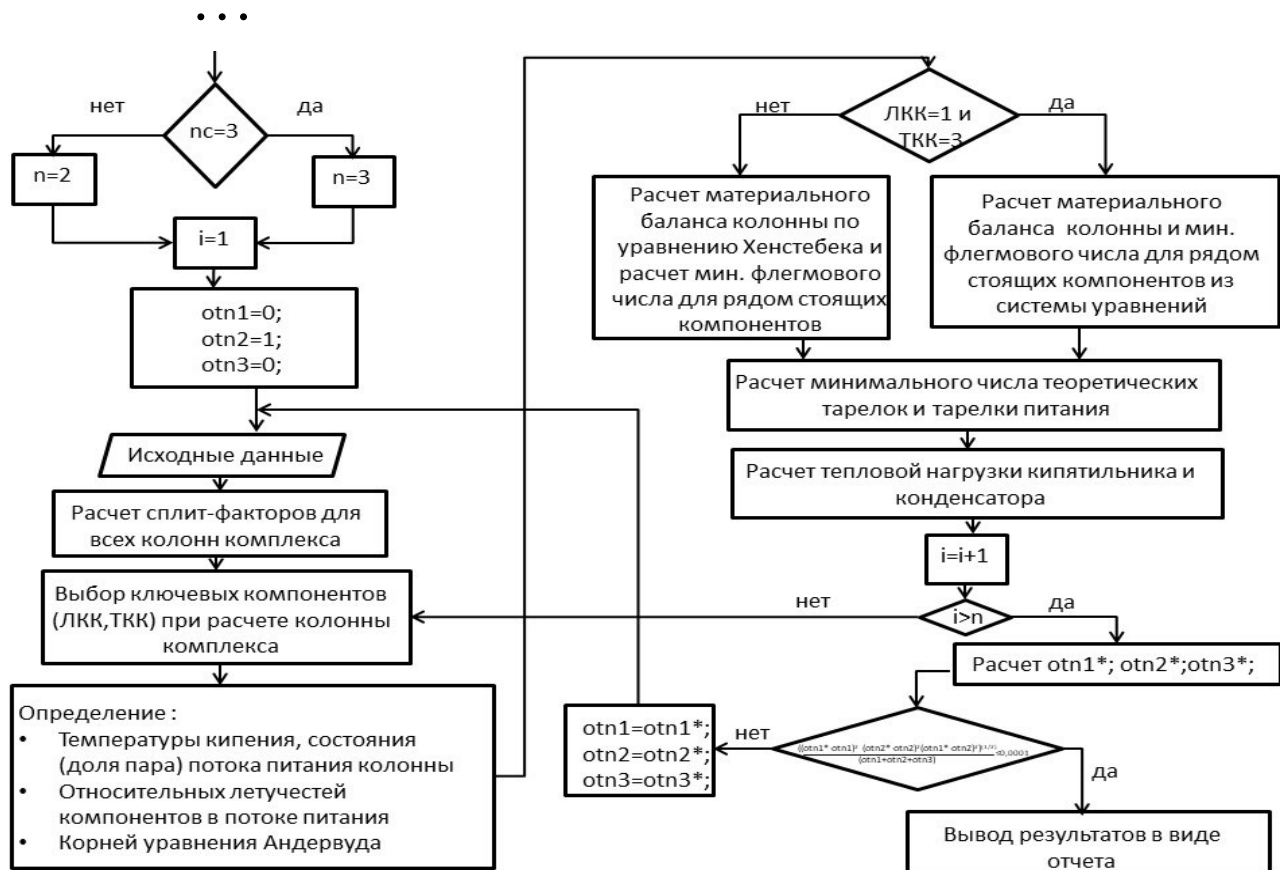
Алгоритм выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации, реализованный в виде программы на языке MATLAB, можно представить в виде двух модулей:

1. Выбор оптимальной последовательности разделения посредством использования трех критериальных уравнений (уравнения 2.8, 2.29 и 2.30). 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 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 2.11 представлена блок схема расчета







**Рисунок 2.11** Блок-схема алгоритма выбора последовательности разделения трехкомпонентных зеотропных систем методом ректификации для условия четкого разделения с использованием энергетического критерия оптимизации

## Выводы по главе 2

1. Разработаны критериальные уравнения (уравнения 2.8, 2.29, 2.30), позволяющие на основании знания теплот испарения компонентов и состава исходной зеотропной смеси выбрать наиболее предпочтительный комплекс ректификационных колонн для её разделения.
2. Предлагаемые критериальные уравнения (уравнения 2.8, 2.29, 2.30) позволяют осуществить быстрый программный выбор между различными вариантами разделения трёхкомпонентной смеси на основании расчёта трех неравенств. Для рассмотренных смесей неассоциированных жидкостей, представленных веществами различных классов, ошибка сравнения суммарных энергозатрат не превышает  $\pm 2,5\%$  на всём диапазоне концентраций исходного состава.

3. Разработанные критериальные уравнения и сам метод выбора оптимальной последовательности разделения применимы для последующей оптимизации строгими расчётными методами сложных комплексов ректификационных колонн и колонн с внутренними разделительными стенками, а также для выбора оптимальной последовательности разделения с начальными приближениями по каждой ректификационной колонне для последующего строго расчёта ректификации.
4. Разработанный алгоритм расчёта, использующий предлагаемые критерии (уравнения 2.8, 2.29, 2.30), позволяет быстро и с минимальными затратами не только определить порядок разделения, но и для выбранного комплекса колонн определить начальные приближения каждой колонны. Полученные значения могут быть использованы при строгом расчёте и оптимизации колонн с внутренними разделительными стенками в моделирующих программах типа ChemCAD, Aspen Plus, Pro II и им аналогичных.
5. 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. Это позволяет проводить выбор энергоэффективного варианта по упрощенной методике с последующим строгим расчётом только одной, выбранной для реализации, технологической схемы.

### **ГЛАВА 3. МОДЕЛИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТАЦИОНАРНЫХ И НЕСТАЦИОНАРНЫХ РЕЖИМОВ РАБОТЫ СЛОЖНЫХ КОЛОНН С ВНУТРЕННИМИ РАЗДЕЛИТЕЛЬНЫМИ СТЕНКАМИ**

В результате исследования были сделаны выводы, что разработанные допущения, описанные в предыдущей главе 2.5, применимы для последующей оптимизации комплексов ректификационных колонн строгими методами, а также для выбора оптимальной последовательности разделения с начальными приближениями для последующей строгой оптимизации. Проверка применимости разработанного в главе 2 подхода к выбору порядка разделения многокомпонентных смесей для колонн с внутренней разделительной стенки была проведена на примере трехкомпонентной зеотропной системы «Этанол–Пропанол–Бутанол» для шести составов потока питания (*таблица 2.1*) и для трёх различных положений внутренней разделительной стенки.

#### **3.1 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной в верхней части колонны**

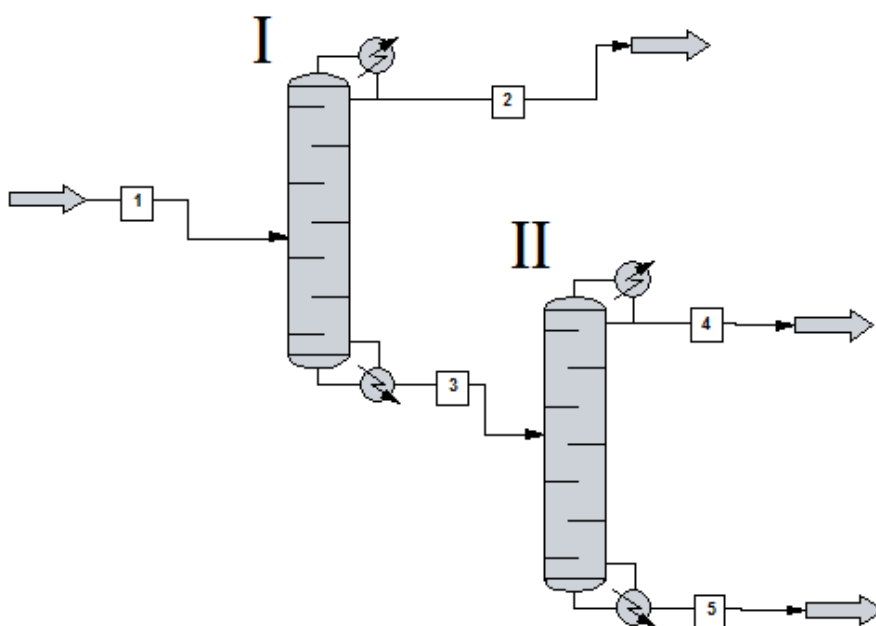
##### Этап I. Определение оптимальных высот колонн с учетом колебания состава

Для демонстрации процедуры подготовки сложной колонны с верхней разделительной стенкой был выбран состав (в мольных долях) «Этанол 0,5 – Пропанол 0,2 – Бутанол 0,3», для которого, как ранее было показано, энергозатраты комплекса с прямой последовательностью колонн минимальны относительно комплексов с симметричной и непрямой последовательность колонн.

Система ректификационных колонн при практической реализации должна обеспечивать получение продуктов стабильного качества при некоторых колебаниях состава исходной смеси, поступающей на разделение. Эти колебания состава питания чаще всего обусловлены нестационарностью технологических режимов предыдущих стадий, в которых образуется смесь, подлежащая дальнейшему разделению. Для нашей демонстрационной задачи примем интервал

изменения содержания компонента В в питании равным  $\pm 5\%$ , а для соотношения компонента А к С примем интервал колебания значений  $\pm 2\%$ .

Основой для формирования сложной колонны является соответствующий комплекс простых колонн. На основе алгоритма, описанного в главе 2.6, можно определить начальные приближения по числу тарелок и по расположению тарелки питания для каждой из колонн комплекса простых колонн (при двух показателях коэффициента избытка флегмы  $R/R_{\min}$  1,01 и 10). В этой же программе получаем полный материальный баланс для комплекса с прямой последовательностью колонн при трех составах потока питания: базовом (Этанол 0,5 – Пропанол 0,2 – Бутанол 0,3) и двух вариантах с максимальным отклонением состава от базового (0,491–0,21–0,299 и 0,511–0,19–0,299).



**Рисунок 3.1.** Расчётная схема этапа I.

Определяем высоты ректификационных колонн комплекса для трех вышеуказанных составов потока питания. Смесь необходимо разделить на индивидуальные компоненты (0,99 мол. доля). Исходная смесь подается в виде жидкости при температуре начала кипения смеси при атмосферном давлении.

Перепад давления по колонне предварительно примем равным 5% от давления потока питания. По методике, описанной в главе 2.5, определяем оптимальную высоту и положение тарелки питания для каждой колонны комплекса с симметричной последовательностью.

**Таблица 3.1.** Параметры колонн комплекса при различных составах потока питания.

Состав	0,5-0,2-0,3		0,491-0,21-0,299		0,511-0,19-0,299	
	кол. I	кол. II	кол. I	кол. II	кол. I	кол. II
Число тарелок	32	30	31	30	32	30
Тарелка питания	16	16	15	16	16	16
Число тарелок в укрепляющей секции	15	15	14	15	15	15
Число тарелок в исчерпывающей секции	17	15	17	15	17	15

Формируем каждую из колонн комплекса путём объединения максимальных значений числа тарелок укрепляющей и исчерпывающей секций, с целью обеспечения нужной чистоты товарных продуктов при разделении в условиях колебания состава потока питания.

**Таблица 3.2.** Параметры колонн комплекса при составе исходной смеси: 0,5-0,2-0,3, с учетом колебания состава потока питания.

	колонна I	колонна II
Число тарелок	<b>32</b>	<b>30</b>
Тарелка питания	<b>16</b>	<b>16</b>
Число тарелок в укрепляющей секции	15	15
Число тарелок в исчерпывающей секции	17	15

Рассчитываем комплекс с прямой последовательностью колонн исходя из полученных значений высот колонн и положения тарелки питания для основного состава потока питания.

**Таблица 3.3.** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе I подготовки сложной колонны (рисунок 3.1):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т.т.	32	30
тарелка питания	16	16
давление верха, мм рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	38	38
Спецификация		
дефлегматор	мольная доля этанол 0,99	мольная доля н-пропанола 0,99
кипятильник	мольная доля этанол 0,001	мольная доля н-бутанола 0,99
боковой отбор		
тарелка	–	–
спецификация	–	–
расчётные параметры		
флегмовое число	1,57359	2,54872
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-187499	-101116
кипятильник	190984	101800

### Этап II Формирование сложной колонны

Ранее был смоделирован комплекс с прямой последовательностью ректификационных колонн в котором осуществлялось четкое разделение трехкомпонентной зеотропной системы. Теперь приступим к формированию сложной колонны с верхней разделительной стенкой.

#### Этап II.1.

Для колонн I и II рассчитываем давления верха и низа исходя из планируемых контактных устройств и с учётом объединения всех колонн комплекса в одну сложную колонну (т.е. давление низа колонны I должно равняться давлению на следующей тарелке после тарелки питания колонны II). Для нашего демонстрационного варианта в качестве контактных устройств

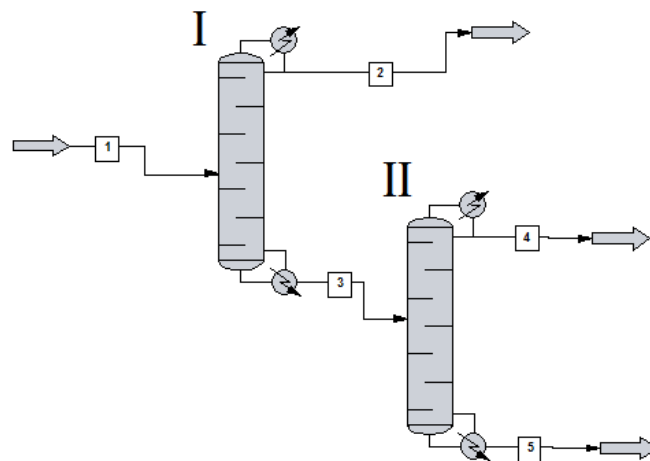
используем теоретические тарелки. Перепад давления одной теоретической тарелки примем равным 10 мм рт. ст. Тарелка питания колонны II на одну тарелку больше числа тарелок колонны I. Высоту колонны II пересчитываем пропорционально изменению тарелки питания этой колонны.

**Таблица 3.4.** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе II.1 подготовки сложной колонны (рисунок 3.1):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т. т.	32	62
тарелка питания	16	33
давление верха, мм рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	320	620
Спецификация		
дефлегматор	мольная доля этанол 0,99	мольная доля н-пропанола 0,99
кипятильник	мольная доля этанол 0,001	мольная доля н-бутанола 0,99
боковой отбор		
тарелка	–	–
спецификация	–	–
расчётные параметры		
флегмовое число	1,6175	2,37003
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-190700	-96023,7
кипятильник	197382	97501,3

### Этап II.2.

Для подготовки расчётной схемы формирования сложной колонны на данном этапе необходимо изменить параметры. Изменим параметры спецификации колонн, задав для каждой колонны флегмовое числа и тепловую нагрузку явным образом. Результаты расчёта представлены в таблице 3.5 и на рисунке 3.2.



**Рисунок 3.2.** Расчётная схема этапа II.2 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.5.** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе II.2 подготовки сложной колонны (рисунок 3.2):

параметр	колонна I	колонна II
<b>настраиваемые параметры</b>		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т. т.	32	62
тарелка питания	16	33
давление верха, мм рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	320	620
спецификация		
дефлегматор	флегмовое число 1,6175	флегмовое число 2,37003
кипятильник	тепловая нагрузка 197382	тепловая нагрузка 97501,3
боковой отбор		
тарелка	—	—
спецификация	—	—
<b>расчётные параметры</b>		
флегмовое число	1,6175	2,37003
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-190696	-96023,7
кипятильник	197382	97501,3



### Этап II.3.

Теперь можно исключить кипятильник первой колонны и организовать боковой отбор со второй колонны. Рецикловые потоки при этом не замыкаем!

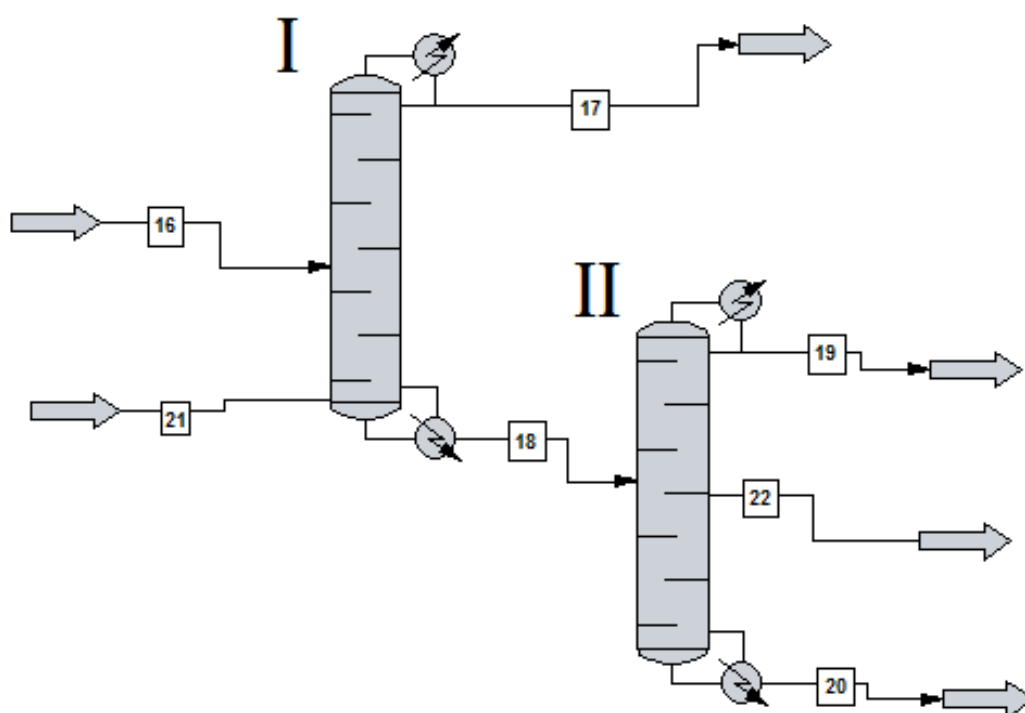
Для первой колонны записываем количество (покомпонентно) потока, уходящего с последней тарелки в виде пара (этап расчёта II.2, далее будем называть как поток «А»). Удаляем кипятильник из спецификации, но число тарелок в колонне не меняем! Так как ранее кипятильник рассматривался в расчёте как одна теоретическая тарелка, то он фактически и заменяется на одну теоретическую тарелку, обеспечивающую постоянство состава кубовой жидкости первой колонны. Вводим для первой колонны дополнительный поток питания (питание осуществляем в виде пара) и в спецификации указываем, что он поступает на последнюю тарелку. Расход компонентов этого питания и температуру смеси берём из потока «А».

Для второй колонны теперь изменится количество питания (по сравнению с этапом 3) и должен быть добавлен боковой отбор с той же тарелки, на которую поступает питание. Спецификацию бокового отбора укажем в виде соотношения для паров (Vapor ratio). Нам известно точно количество бокового отбора – оно равно количеству пара, ранее поступавшего в первой колонне на нижнюю тарелку из куба колонны. Количество паров, уходящих с тарелки питания второй колонны можно взять из профиля колонны (этап расчёта II.2). Соотношение этих величин даст искомое значение, которое требуется указать в спецификации бокового отбора (округлять лучше в большую сторону, указывая не менее четырёх знаков после запятой).

Спецификация дефлегматора второй колонны не меняется по сравнению с предыдущим расчётом (этап II.2). Количество тепла, которое необходимо подвести к кипятильнику второй колонны, примем исходя из упрощающего допущения, что всё дополнительное жидкое питание требуется испарить. Затраты на испарение этого дополнительного количества жидкости приблизительно известны – это то самое количество тепла, которое подводилось к кипятильнику

первой колонны на этапе расчёта П.2. Соответственно, просуммировав для первой и второй колонн из этапа П.2 количество тепла, подводимого в кипятильниках, получим новое значение, которое и надо указать в спецификации второй колонны на этапе расчёта П.3.

После расчёта всех колонн на этапе П.3 имеем достаточно хорошее совпадение чистоты продуктовых потоков с заданными значениями (99% по основным компонентам, таблица 3.6).



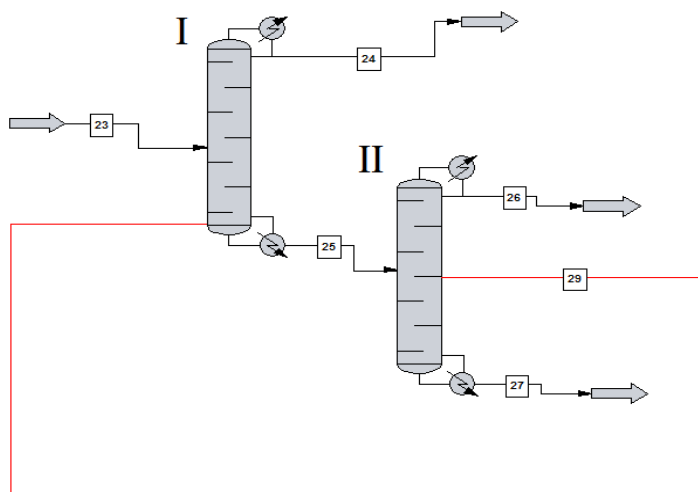
**Рисунок 3.3.** Расчётная схема этапа П.3 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.6.** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе П.3 подготовки сложной колонны (рисунок 3.3):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т. т.	32	62
тарелка питания	16,32	33
давление верха, мм рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	320	620
спецификация		
дефлегматор	флегмовое число 1,6175	флегмовое число 2,37003
кипятильник	-	тепловая нагрузка 294853
боковой отбор		
тарелка	–	33
спецификация	–	Vapor ratio 2,07539
расчётные параметры		
флегмовое число	1,6175	2,37003
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-190214	-96107
кипятильник	-	294853

#### Этап III.4.

Теперь можно замкнуть потоки рециклов между первой и второй колоннами. Естественно, предварительно убедившись, что значения бокового отбора и потока питания достаточно хорошо совпадают (отличие менее 1% можно считать удовлетворительным, если получилось больше – значит на предыдущих этапах была допущена ошибка). При замыкании потоков убирается дополнительное питание первой колонны (поступающее в куб колонны) и на его место вводится поток бокового отбора колонны II. Спецификацию колонн можно не менять.



**Рисунок 3.4.** Расчётная схема этапа П.4 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.7.** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе П.4 подготовки сложной колонны (рисунок 3.4):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т. т.	32	62
тарелка питания	16,32	33
давление верха, мм. рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	320	620
спецификация		
дефлегматор	флегмовое число 1,6175	флегмовое число 2,37003
кипятильник	-	тепловая нагрузка 294853
боковой отбор		
тарелка	—	33
спецификация	—	Vapor ratio 2,07539
расчётные параметры		
флегмовое число	1,6175	2,37003
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-190474	-96163,3
кипятильник	-	294853

На данном этапе расчёт можно считать законченным, хотя при желании можно оптимизировать колонны (высота, тарелка питания, деление потоков жидкости и пара в боковых отборах второй и третьей колонны). Но надо иметь в виду, что оптимизацию требуется делать с учётом обеспечения чистоты конечных продуктов при переменном составе питания первой колонны.

### **3.2 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной в нижней части колонны**

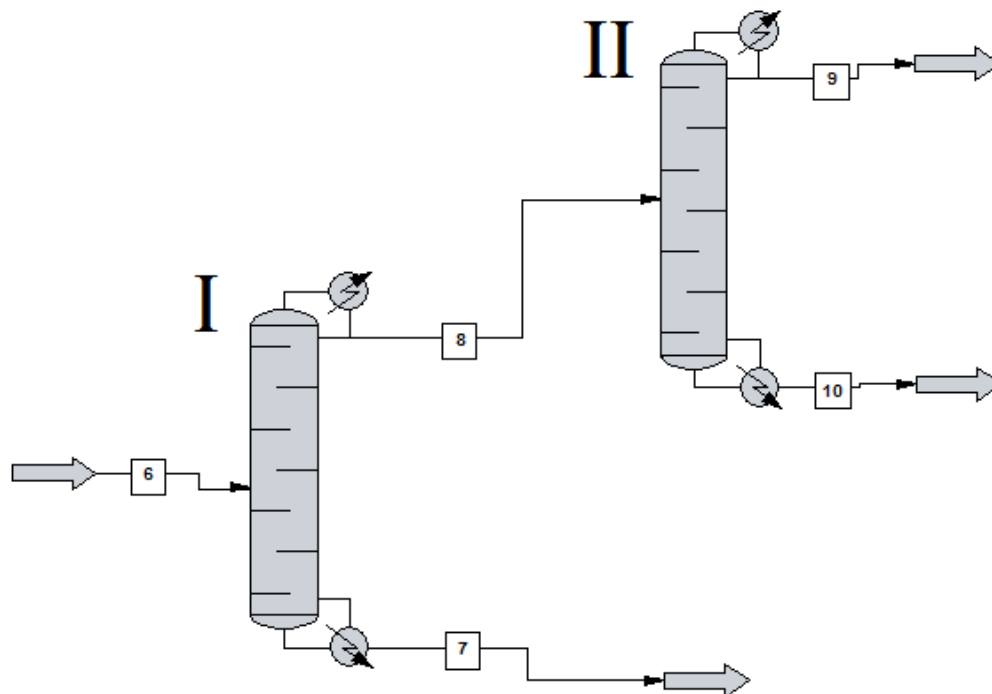
#### Этап I. Определение оптимальных высот колонн с учетом колебания состава

Для демонстрации процедуры подготовки сложной колонны с нижней разделительной стенкой был выбран состав (в мольных долях) «Этанол 0,15 – Пропанол 0,35 – Бутанол 0,5», для которого, как ранее было показано, энергозатраты комплекса с непрямой последовательностью колонн минимальны относительно комплексов с симметричной и прямой последовательностью колонн.

Система ректификационных колонн при практической реализации должна обеспечивать получение продуктов стабильного качества при некоторых колебаниях состава исходной смеси, поступающей на разделение. Эти колебания состава питания чаще всего обусловлены нестационарностью технологических режимов предыдущих стадий, в которых образуется смесь, подлежащая дальнейшему разделению. Для нашей демонстрационной задачи примем интервал изменения содержания компонента В в питании равным  $\pm 4\%$ , а для соотношения компонента А к С примем интервал колебания значений  $\pm 2\%$ .

Основой для формирования сложной колонны является соответствующий комплекс простых колонн. На основе алгоритма, описанного в главе 2.6, можно определить начальные приближения по числу тарелок и по расположению тарелки питания для каждой из колонн комплекса простых колонн (при двух показателях коэффициента избытка флегмы  $R/R_{\min}$  1,01 и 10). В этой же программе получаем полный материальный баланс для комплекса с непрямой последовательностью колонн при трех составах потока питания: базовом (Этанол 0,15 – Пропанол 0,35 – Бутанол 0,5) и двух вариантах с максимальным

отклонением состава от базового (0,1482 – 0,3675 – 0,4843 и 0,1517 - 0,3325 - 0,5158).



**Рисунок 3.5.** Расчётная схема этапа I.

Определяем высоты ректификационных колонн комплекса для трех вышеуказанных составов потока питания. Смесь необходимо разделить на индивидуальные компоненты (0,99 мол. доля). Исходная смесь подается в виде жидкости при температуре начала кипения смеси при атмосферном давлении. Перепад давления по колонне предварительно примем равным 5% от давления потока питания. По методике, описанной в главе 2.5, определяем оптимальную высоту и положение тарелки питания для каждой колонны комплекса с симметричной последовательностью.

**Таблица 3.8.** Параметры колонн комплекса при различных составах потока питания.

Состав	0,15-0,35-0,5		0,1482 – 0,3675 – 0,4843		0,1517 - 0,3325 - 0,5158	
	кол. I	кол. II	кол. I	кол. II	кол. I	кол. II
Число тарелок	29	31	29	31	29	31
Тарелка питания	17	16	17	16	17	16
Число тарелок в укрепляющей секции	16	15	16	15	16	15
Число тарелок в исчерпывающей секции	13	16	13	16	13	16

Формируем каждую из колонн комплекса путём объединения максимальных значений числа тарелок укрепляющей и исчерпывающей секций, с целью обеспечения нужной чистоты товарных продуктов при разделении в условиях колебания состава потока питания.

**Таблица 3.9** Параметры колонн комплекса при составе исходной смеси: 0,5-0,2-0,3, с учетом колебания состава потока питания.

	колонна I	колонна II
Число тарелок	<b>29</b>	<b>31</b>
Тарелка питания	<b>17</b>	<b>16</b>
Число тарелок в укрепляющей секции	16	15
Число тарелок в исчерпывающей секции	13	16

Рассчитываем комплекс с непрямой последовательностью колонн исходя из полученных значений высот колонн и положения тарелки питания для основного состава потока питания.

**Таблица 3.10** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе I подготовки сложной колонны (рисунок 3.5):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Полный	Полный
высота, т. т.	29	30
тарелка питания	17	16
давление верха, мм. рт. ст.	760	760
перепад давления по колонне	38	38
спецификация		
дефлегматор	мольная доля н-бутанола 0,001	мольная доля этанол 0,99
кипятильник	мольная доля н-бутанола 0,99	мольная доля н-пропанола 0,99
боковой отбор		
тарелка	–	–
спецификация	–	–
расчётные параметры		
флегмовое число	1,87471	3.278
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-210127	-91739
кипятильник	213398	92720.1

## Этап II Формирование сложной колонны

Ранее был смоделирован комплекс с непрямой последовательностью ректификационных колонн в котором осуществлялось четкое разделение трехкомпонентной зеотропной системы. Теперь приступим к формированию сложной колонны с нижней разделительной стенкой.

### Этап II.1.

Для колонн I и II рассчитываем давления верха и низа исходя из планируемых контактных устройств и с учётом объединения всех колонн комплекса в одну сложную колонну (т.е. давление верха колонны I должно равняться давлению на следующей тарелке после тарелки питания колонны II).



Поскольку колонны будут объединяться с теплоинтегрированием, для колонны I на данном этапе расчёта дефлегматор принимаем парциальным. Для нашего демонстрационного варианта в качестве контактных устройств используем теоретические тарелки. Перепад давления одной теоретической тарелки примем равным 10 мм рт. ст. Отношение высоты к тарелке питания колонны II равно отношению суммы нового положения тарелки питания колонны II и высоты колонны I (новая высота колонны II) к новому положению тарелки питания колонны II.

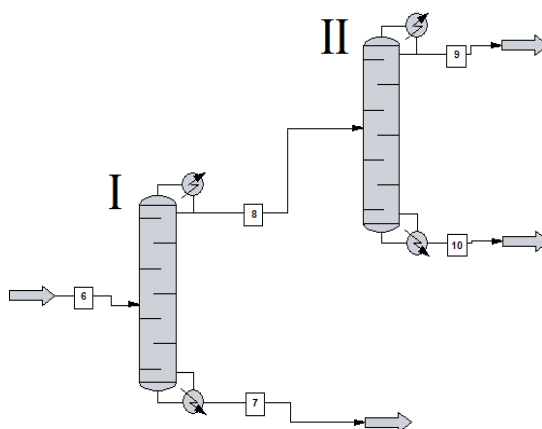
**Таблица 3.11** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе II.1 подготовки сложной колонны (рисунок 3.5):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Парциальный	Полный
высота, т. т.	29	60
тарелка питания	17	31
давление верха, мм. рт. ст.	1060	760
перепад давления по колонне	290	600
спецификация		
дефлегматор	мольная доля н-бутанола 0,001	мольная доля этанол 0,99
кипятильник	мольная доля н-бутанола 0,99	мольная доля н-пропанола 0,99
боковой отбор		
тарелка	—	—
спецификация	—	—
расчётные параметры		
флегмовое число	2,02751	5,30512
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-145098	-135210
кипятильник	214969	65301,2

### Этап II.2.

Для подготовки расчётной схемы формирования сложной колонны на данном этапе изменим параметры спецификации колонн, задав для каждой

колонны флегмовое числа и тепловую нагрузку явным образом. Результаты расчёта представлены в таблице 3.12 и на рисунке 3.6.



**Рисунок 3.6.** Расчётная схема этапа II.2 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.12** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе II.2 подготовки сложной колонны (рисунок 3.6):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Парциальный	Полный
высота, т. т.	29	60
тарелка питания	17	31
давление верха, мм. рт. ст.	1060	760
перепад давления по колонне	290	600
спецификация		
дефлегматор	Флегмовое число 2,02751	Флегмовое число 5,30512
кипятильник	Тепловая нагрузка 214969	Тепловая нагрузка 65301,2
боковой отбор		
тарелка	—	—
спецификация	—	—
расчётные параметры		
флегмовое число	2,02751	5,30512
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-145098	-135210
кипятильник	214969	65301,2

### Этап II.3.

Теперь можно исключить дефлегматор первой колонны и организовать боковой отбор со второй колонны. Рецикловые потоки при этом не замыкаем!

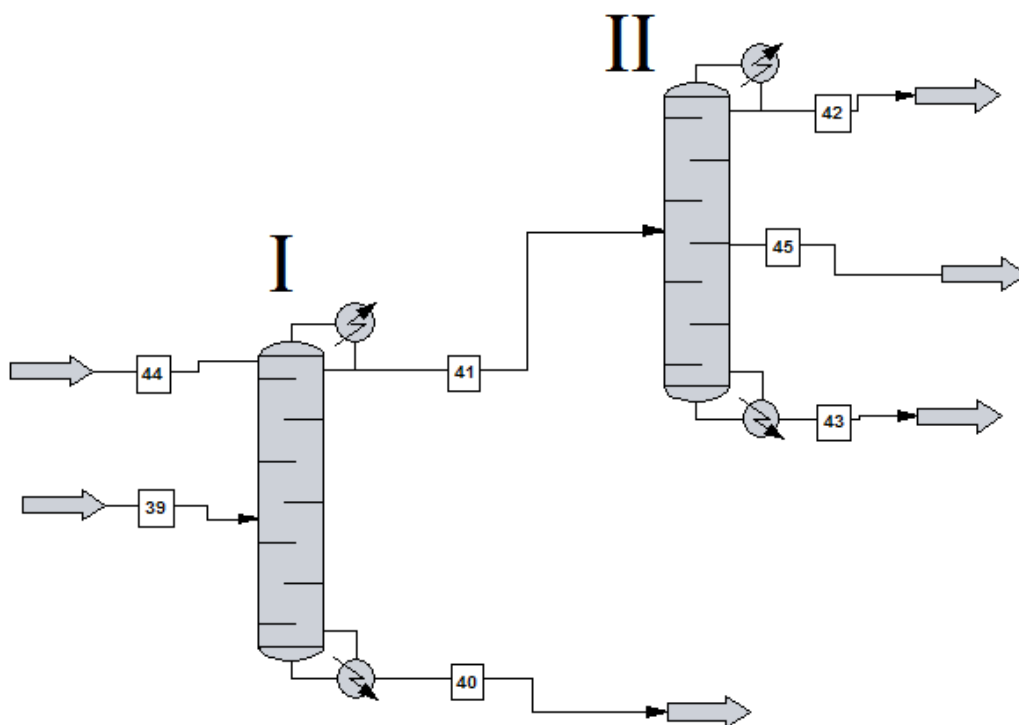
Для первой колонны записываем количество (покомпонентно) потока, стекающего с первой тарелки в виде жидкости (этап расчёта II.2, далее будем называть как поток «А»). Удаляем дефлегматор из спецификации, но число тарелок в колонне не меняем! Так как ранее дефлегматор рассматривался в расчёте как одна теоретическая тарелка, то он фактически и заменяется на одну теоретическую тарелку, обеспечивающую постоянство состава потока, уходящего с первой колонны в виде паров. Вводим для первой колонны дополнительный поток питания и в спецификации указываем, что он поступает на первую тарелку (питание осуществляем в виде жидкости). Расход компонентов этого питания и температуру смеси берём из потока «А».

Выполним расчёт только первой колонны, после этого количества и состав дистиллята и кубовой жидкости примут новые значения, соответствующие изменившейся схеме расчёта первой колонны (остальные колонны в этот момент не пересчитываем!).

Для второй колонны теперь изменится количество питания и потребуются добавить боковой отбор. Добавим боковой отбор на расчётную схему, указав что он уходит с той же тарелки, на которую поступает питание. Нам точно известно количество этого бокового отбора – оно равно количеству питания первой колонны, поступающему на первую тарелку. Для обеспечения сходимости расчёта в спецификации укажем боковой отбор как «Liquid ratio», т.е. соотношение количеств жидкости, уходящей с тарелки как боковой отбор, и стекающей с этой же тарелки далее вниз по колонне. Первая величина, это количество потока «А». Второе значение можно взять из профиля второй колоны (с предыдущего этапа расчёта 3). Полученное значение соотношения указываем в спецификации (округлять лучше в большую сторону, указывая не менее четырёх знаков после запятой).

Спецификация кипятильника второй колонны не меняется по сравнению с предыдущим расчётом (этап 3). Флегмовое число рассчитывается аналитически, исходя из упрощающего допущения, что всё избыточное питание должно быть сконденсировано и полностью возвращено в колонну. Флегмовое число — это отношение количество флегмы к дистилляту. На предыдущей стадии расчёта (этап 3) можно определить, что флегмовое число равно  $2836,31/534,6372=5,30512$ . При этом количество питания колонны было равно 1783,62 кмоль/ч. Новое количество питания для текущей стадии расчёта составило 5403,078 кмоль/ч. Избыток питания равен  $5403,078-1783,62 = 3619,458$ , откуда новое значение флегмового числа для второй колонны  $(3619,458 + 2836,31) / 534,6372=12,075$

После расчёта всех колон на этапе II.3 имеем достаточно хорошее совпадение чистоты продуктовых потоков с заданными значениями (99% по основным компонентам).



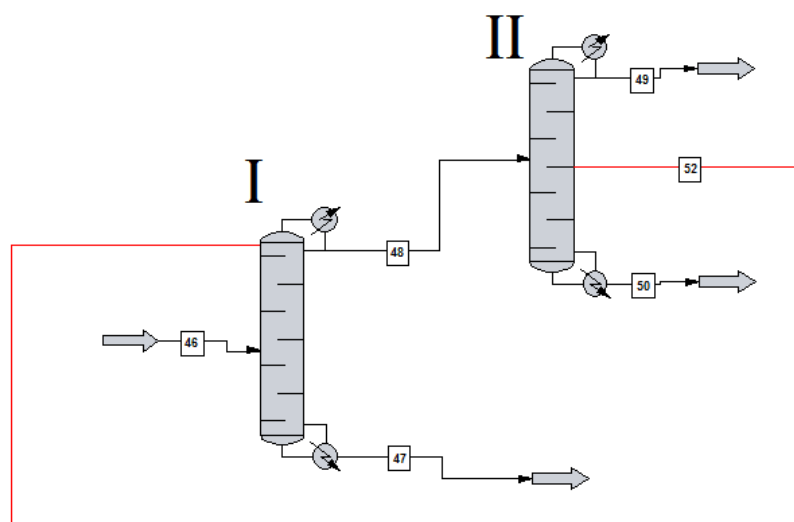
**Рисунок 3.7** Расчётная схема этапа II.3 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.13** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе П.3 подготовки сложной колонны (рисунок 3.7):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Парциальный	Полный
высота, т.т.	29	60
тарелка питания	1,17	31
давление верха, мм. рт. ст.	1060	760
перепад давления по колонне	290	600
спецификация		
дефлегматор	-	Флегмовое число 12,075
кипятильник	Тепловая нагрузка 214969	Тепловая нагрузка 65301,2
боковой отбор		
тарелка	-	31
спецификация	-	liquid ratio 1,27775
расчётные параметры		
флегмовое число	-	12,075
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-	-280411
кипятильник	214969	65301,2

#### Этап III.4.

Теперь можно замкнуть потоки рециклов между первой и второй колоннами. Естественно, предварительно убедившись, что значения бокового отбора и потока питания достаточно хорошо совпадают (отличие менее 1% можно считать удовлетворительным, если получилось больше – значит на предыдущих этапах была допущена ошибка). При замыкании потоков убирается дополнительное питание первой колонны и на его место вводится поток бокового отбора колонны II. Спецификацию колонн можно не менять.



**Рисунок 3.8.** Расчётная схема этапа П.4 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.14** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе П.4 подготовки сложной колонны (рисунок 3.8):

параметр	колонна I	колонна II
настраиваемые параметры		
Тип конденсатора	Парциальный	Полный
высота, т.т.	29	60
тарелка питания	1,17	31
давление верха, мм. рт. ст.	1060	760
перепад давления по колонне	290	600
спецификация		
дефлегматор	-	Флегмовое число 12,075
кипятильник	Тепловая нагрузка 214969	Тепловая нагрузка 65301,2
боковой отбор		
тарелка	-	31
спецификация	-	liquid ratio 1,27775
расчётные параметры		
флегмовое число	-	12,075
тепловая нагрузка		
дефлегматор	-	-280282
кипятильник	214969	65301,2

На данном этапе расчёт можно считать законченным, хотя при желании можно оптимизировать колонны (высота, тарелка питания, деление потоков жидкости и пара в боковых отборах второй и третьей колонны). Но надо иметь ввиду, что оптимизацию требуется делать с учётом обеспечения чистоты конечных продуктов при переменном составе питания первой колонны.

### **3.3 Процедура моделирования сложной колонны с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру**

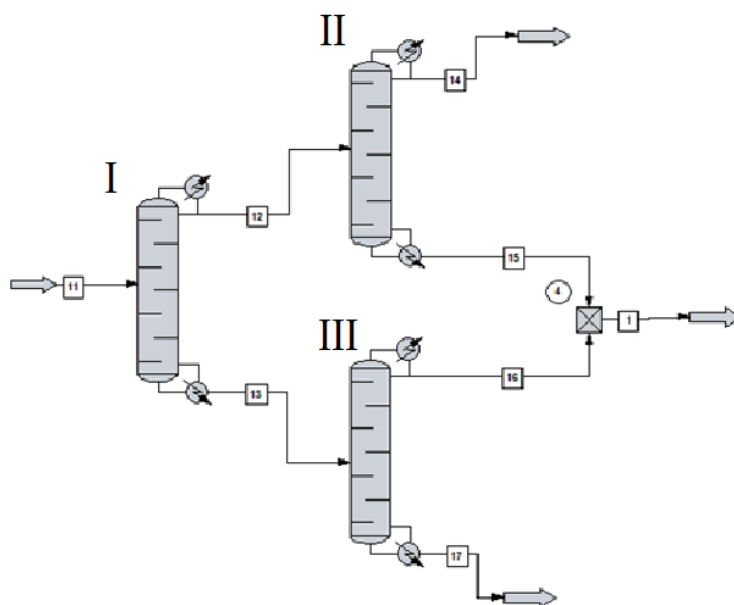
#### Этап I. Уточнение материального баланса при строгом расчёте ректификационных колонн комплекса с симметричной последовательностью колонн и с учетом перепада давления

Для демонстрации процедуры подготовки сложной колонны с разделительной стенкой по центру был выбран состав (в мольных долях) «Этанол 0,1 – Пропанол 0,6 – Бутанол 0,3», для которого, как ранее было показано, энергозатраты комплекса с симметричной последовательностью колонн минимальны относительно комплексов с прямой и непрямой последовательностью колонн.

Система ректификационных колонн при практической реализации должна обеспечивать получение продуктов стабильного качества при некоторых колебаниях состава исходной смеси, поступающей на разделение. Эти колебания состава питания чаще всего обусловлены нестационарностью технологических режимов предыдущих стадий, в которых образуется смесь, подлежащая дальнейшему разделению. Для нашей демонстрационной задачи примем интервал изменения содержания компонента В в питании равным  $\pm 4\%$ , а для соотношения компонента А к С примем интервал колебания значений  $\pm 2\%$ .

Основой для формирования сложной колонны является соответствующий комплекс простых колонн. На основе алгоритма, описанного в главе 2.6, можно определить начальные приближения по числу тарелок и по расположению тарелки питания для каждой из колонн комплекса простых колонн (при двух показателях коэффициента избытка флегмы  $R/R_{\min}$  1,01 и 10). В этой же

программе получаем полный материальный баланс для комплекса с симметричной последовательностью колонн при трех составах потока питания: базовом (Этанол 0,1 – Пропанол 0,6 – Бутанол 0,3) и двух вариантах с максимальным отклонением состава от базового (0,094–0,63–0,276 и 0,11–0,57–0,32).



**Рисунок 3.9** Расчётная схема этапа I.

Полученное приближение начального материального баланса требует обязательного уточнения, для чего моделируем комплекс простых колонн в пакете моделирующих программ ChemCAD в режиме строгого расчета комплекса ректификационных колонн с учетом перепада давления для всех трех составов потока питания. В ходе расчёта целесообразно учесть перепад давления на колонне. Поскольку на данном этапе мы не выбираем тип контактных устройств, примем, условно, перепад давления по каждой колонне равным 38 мм. рт. ст.

Для колонны I необходимо обязательно указать тип конденсатора «парциальный», так как при моделировании колонны с разделительной стенкой, колонна I превратится в секцию сложной колонны. Следует помнить, что на данном этапе расчёта число тарелок и тарелки питания взяты по начальному



приближению, найденному ранее при коэффициенте избытка флегмы равным десяти.

**Таблица 3.15** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе I подготовки сложной колонны (рисунок 3.9):

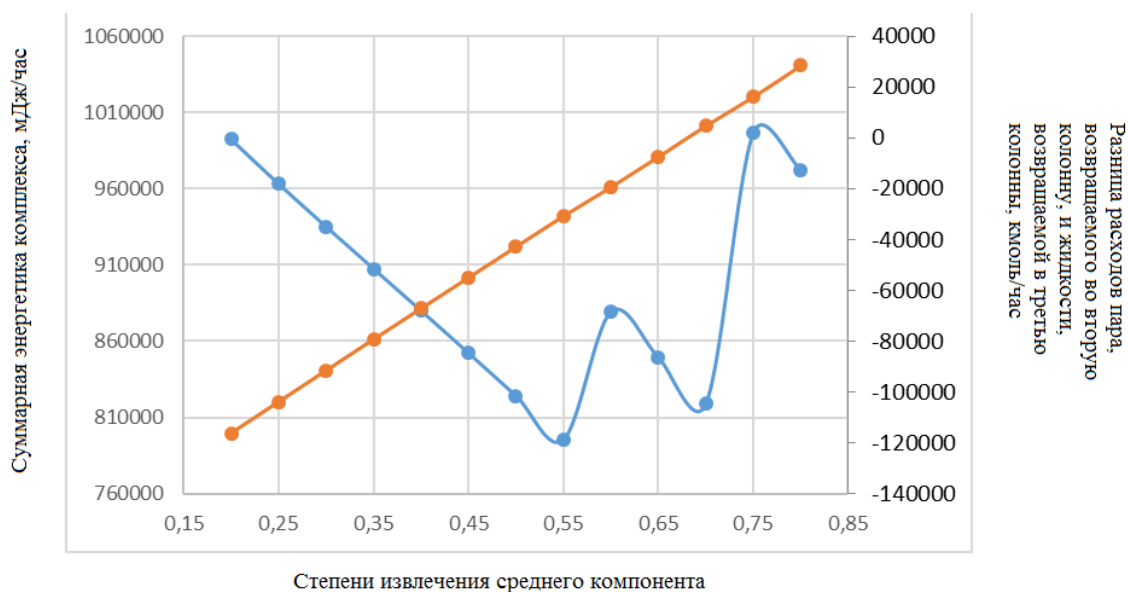
параметр	колонна I	колонна II	колонна III
настраиваемые параметры			
Тип конденсатора	Парциальный	Полный	Полный
высота, т.т.	9	16	15
тарелка питания	6	10	9
давление верха, мм рт. ст.	760	760	760
перепад давления по колонне	38	38	38
спецификация			
дефлегматор	Distillate comp fraction recovery 0,2 (н-пропанол)	мольная доля этанол 0,99	Two components molar flow ratio 0,008 н-бутанол/н-пропанол
кипятильник	Two components molar flow ratio 0,001 этанол / н-пропанол	Two components molar flow ratio 0,005 этанол / н-пропанол	мольная доля н-бутанол 0,99
боковой отбор			
тарелка	–	–	–
спецификация	–	–	–
расчётные параметры			
флегмовое число	7,604	3,536	1,587
тепловая нагрузка			
дефлегматор	-246458	-65448,2	-183011
кипятильник	280288	33538,1	183736

Поскольку при объединении колонн в сложную нами не планируется отбор среднего компонента в виде пара, необходимо изменить параметры колонны I таким образом, чтобы уравнивать расходы потока пара, возвращаемого в колонну II из кипятильника, и потока жидкости, возвращаемого в колонну III из дефлегматора. Для этого необходимо в спецификации дефлегматора колонны I

изменить отношение расхода (количества) компонента В (н-пропанола) в дистилляте к количеству этого компонента, поступающему в составе потока питания. Наиболее просто рассчитать параметры колонн при нескольких значениях данного соотношения (таблица 3.16).

**Таблица 3.16** Изменение параметров комплекса с изменением степени извлечения среднего компонента при составе исходной смеси: 0,1-0,6-0,3

Соотношение среднего компонента	0,4	0,45	0,5	0,55	0,6	<b>0,65</b>	<b>0,7</b>	0,75	0,8
Суммарная энергетика, мДж/час	8879951	8852200	8824089	7795342	8879287	<b>8849351</b>	<b>8819091</b>	9996964	9972169
Разница расходов пара, возвращаемого во вторую колонну, и жидкости, возвращаемой в третью колонны, кмоль/час	-67085	-54982	-42868	-30771	-19373	<b>-7483</b>	<b>44730</b>	116126	228441



**Рисунок 3.10** График зависимости суммарной энергетики комплекса (синяя линия) и разницы расходов пара колонны 5 и жидкости колонны 6 (красная линия) от соотношения среднего компонента

Пользуясь данными таблицы 3.16, можно найти такое значение соотношения среднего компонента, при котором разница расходов пара, возвращаемого во вторую колонну, и жидкости, возвращаемой в третью колонну, равна нулю. Данный этап необходимо также повторить для всех рассматриваемых составов потока питания. По результатам расчёта находим, что для состава потока питания 0,1–0,6–0,3 (этанол–пропанол–бутанол) степень извлечения среднего компонента в дистиллят первой колоны равна 0,6806. Для состава потока питания 0,094–0,63–0,276 степень извлечения равна 0,6302. Для состава потока питания 0,11–0,57–0,32 получаем значение 0,6847.

При изменении соотношения среднего компонента, при необходимости, следует корректировать тарелку питания первой колонны, с целью поддержания заданной чистоты продуктов (в нашем случае 0,99 мол. доля).

#### Этап II. Определение оптимальных высот колонн с учетом колебания состава

Определяем высоты ректификационных колонн комплекса для трех вышеуказанных составов потока питания при полученных соотношениях среднего компонента (заданного, и двух выбранных как максимальные отклонения от заданного). Смесь необходимо разделить на индивидуальные компоненты (0,99 мол. доля). Исходная смесь подается в виде жидкости при температуре начала кипения смеси при атмосферном давлении. Давление в колонне постоянно. По методике, описанной в главе 2.5, определяем оптимальную высоту и положение тарелки питания для каждой колонны комплекса с симметричной последовательностью.

**Таблица 3.17** Параметры колонн комплекса при различных составах потока питания.

Состав	0,1–0,6–0,3			0,094–0,63– 0,276			0,11–0,57–0,32		
	кол. I	кол. II	кол. III	кол. I	кол. II	кол. III	кол. I	кол. II	кол. III
Число тарелок	12	30	30	11	29	32	12	29	30
Тарелка питания	6	15	16	6	15	20	6	15	16
Число тарелок в укрепляющей секции	5	14	15	5	14	19	5	14	15
Число тарелок в исчерпывающей секции	7	16	15	6	15	13	7	15	15

Формируем каждую из колонн комплекса путём объединения максимальных значений числа тарелок укрепляющей и исчерпывающей секций, с целью обеспечения нужной чистоты товарных продуктов при разделении в условиях колебания состава потока питания.

**Таблица 3.18** Параметры колонн комплекса при составе исходной смеси: 0,1-0,6-0,3, с учетом колебания состава потока питания.

	колонна I	колонна II	колонна III
Число тарелок	<b>12</b>	<b>30</b>	<b>34</b>
Тарелка питания	<b>6</b>	<b>15</b>	<b>20</b>
Число тарелок в укрепляющей секции	5	14	19
Число тарелок в исчерпывающей секции	7	16	15

Рассчитываем комплекс с симметричной последовательностью колонн исходя из полученных значений высот колонн и положения тарелки питания для основного состава потока питания. На этом этапе необходимо повторно скорректировать спецификацию дефлегматора колонны I (степень извлечения компонента В) с целью уравнивания расходов потока пара, возвращаемого в колонну II из кипятильника, и потока жидкости, возвращаемого в колонну II из дефлегматора.

**Таблица 3.19** Изменение параметров комплекса с изменением степени извлечения среднего компонента при составе исходной смеси: 0,1-0,6-0,3 учетом колебания состава потока питания

Соотношение среднего компонента	0,5	0,55	0,6	<b>0,65</b>	<b>0,7</b>
Разница расходов пара, возвращаемого во вторую колонну, и жидкости, возвращаемой в третью колонны, кмоль/час	-36042	-24446	-12875	<b>-1312</b>	<b>10177</b>

Новое найденное значение степени извлечения среднего компонента равно 0,6557.

**Таблица 3.20** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе II подготовки сложной колонны (рисунок 3.9):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
Тип конденсатора	Парциальный	Полный	Полный
высота, т.т.	12	30	34
тарелка питания	6	15	20
давление верха, мм. рт. ст.	760	760	760
перепад давления по колонне	38	38	38
спецификация			
дефлегматор	Distillate comp fraction recovery 0,6557 (н-пропанол)	мольная доля этанол 0,99	Two components molar flow ratio 0,008 н-бутанол/н-пропанол
кипятильник	Two components molar flow ratio 0,001 этанол/н-пропанол	Two components molar flow ratio 0,005 этанол/н-пропанол	мольная доля н-бутанол 0,99
боковой отбор			
тарелка	–	–	–
спецификация	–	–	–
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	3,776	9,046	2,357
тепловая нагрузка			
дефлегматор	-275626	-143359	-101332
кипятильник	349960	71218,7	102020

### Этап III Формирование сложной колонны

Ранее был смоделирован комплекс с симметричной последовательностью ректификационных колонн в котором осуществлялось четкое разделение трехкомпонентной зеотропной системы. Теперь приступим к формированию сложной колонны с разделительной стенкой по центру.

#### Этап III.1.

Для колонн II и III рассчитываем давления верха и низа исходя из планируемых контактных устройств и с учётом объединения колонн в одну (т.е. давление верха колонны III должно равняться давлению низа колонны II). Поскольку колонны будут объединяться с теплоинтегрированием, для колонны I на данном этапе расчёта дефлегматор принимаем парциальным. Для нашего демонстрационного варианта в качестве контактных устройств используем теоретические тарелки. Перепад давления одной теоретической тарелки примем равным 10 мм рт. ст. Одновременно увеличиваем высоту колонны I так, чтобы она равнялась сумме высот исчерпывающей части колонны II (ниже точки питания) и укрепляющей части колонны III (верхняя часть колонны). Тарелку питания колонны I пересчитываем пропорционально изменению высоты этой колонны. Спецификацию дефлегматора устанавливаем, как долю отбора дистиллята (от поступающего на эту колонну питания), а спецификацию кипятильника как долю отбора среднего компонента (это нужно для обеспечения лучшей сходимости колонны в условиях изменившихся параметров).

**Таблица 3.21** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.1 подготовки сложной колонны (рисунок 3.9):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
настраиваемые параметры			
высота, т.т.	34	30	34
тарелка питания	24	15	20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	доля отбора дистиллята 0,495	мольная доля этанол 0,99	Two components molar flow ratio 0,008 н-бутанол/н-пропанол
кипятильник	доля отбора н-пропанола 0,344	Two components molar flow ratio 0,005 этанол/н-пропанол	мольная доля н-бутанол 0,99
боковой отбор			
тарелка	–	–	–
спецификация	–	–	–
расчётные параметры			
флегмовое число	1,146	9,146	2,541
тепловая нагрузка			
дефлегматор	-82685,6	-144821	-104597
кипятильник	157397	74030,4	105728

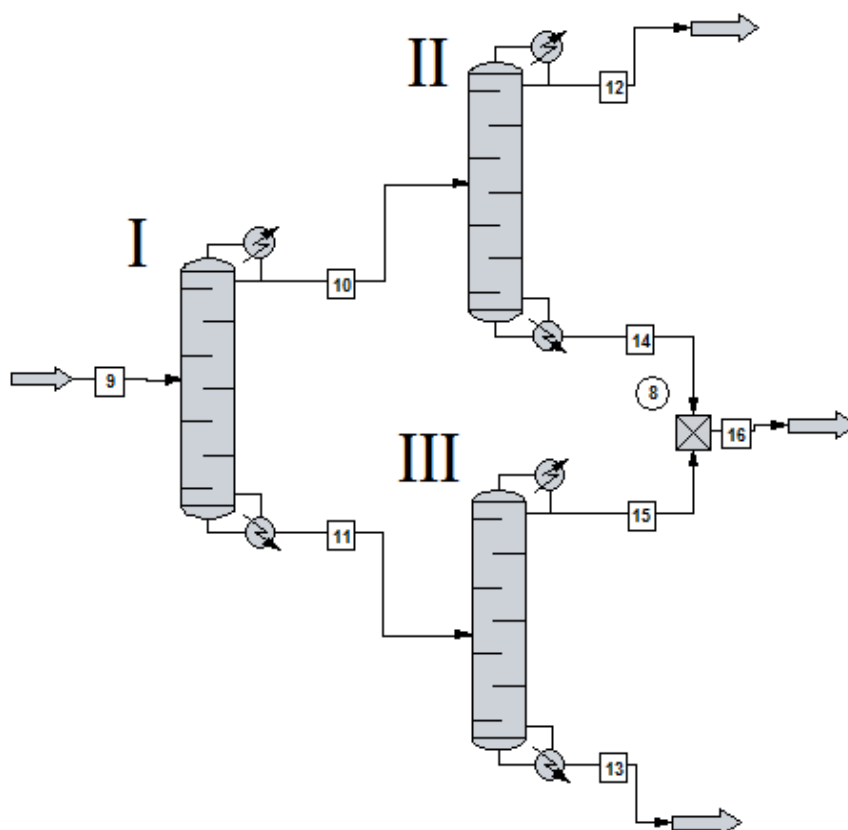
На этой стадии также возможно проведение дополнительной оптимизации тарелки питания и высоты колонны II. Высота колонны I при этом будет изменяться в зависимости от изменения высоты исчерпывающей части колонны II. Тарелку питания колонны I также можно оптимизировать.

### Этап III.2.

Для подготовки расчётной схемы формирования сложной колонны на данном этапе необходимо изменить параметры и ввести боковые отборы.

Изменим параметры спецификации колонн, задав для каждой колонны флегмовое число и тепловую нагрузку явным образом. Результаты расчёта представлены в таблице 3.22 и на рисунке 3.11.

Stream No.	12	14	16	15	13
Name					
Component mole fractions					
Ethanol	0.989988	0.004954	0.003548	0.000835	0.000000
N-Propanol	0.010009	0.990579	0.990783	0.991174	0.010007
N-Butanol	0.000000	0.004467	0.005670	0.007991	0.989995



**Рисунок 3.11** Расчётная схема этапа III.2 и рассчитанные составы технологических потоков.



**Таблица 3.22** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.2 подготовки сложной колонны (рисунок 3.11):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
высота, т.т.	34	30	34
тарелка питания	24	15	20
давление верха, мм рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	флегмовое число 1,14551	флегмовое число 9,14555	флегмовое число 2,54077
кипятильник	тепловая нагрузка 157397	тепловая нагрузка 74030,4	тепловая нагрузка 105728
боковой отбор			
тарелка	–	–	–
спецификация	–	–	–
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	1,14551	9,14555	2,54077
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	-82685,6	-144821	-104597
кипятильник	157397	74030,4	105728

### Этап III.3.

Теперь можно исключить дефлегматор и кипятильник первой колонны и организовать боковые отборы со второй и третьей колонн. Рецикловые потоки при этом не замыкаем!

Для первой колонны записываем количество (покомпонентно) потока, стекающего с первой тарелки в виде жидкости (этап расчёта 3, далее будем называть как поток «А»). Удаляем дефлегматор из спецификации, но число тарелок в колонне не меняем! Так как ранее дефлегматор рассматривался в расчёте как одна теоретическая тарелка, то он фактически и заменяется на одну теоретическую тарелку, обеспечивающую постоянство состава потока, уходящего

с первой колонны в виде паров и поступающего как питание на вторую колонну. Вводим для первой колонны дополнительный поток питания и в спецификации указываем, что он поступает на первую тарелку (питание осуществляем в виде жидкости). Расход компонентов этого питания и температуру смеси берём из потока «А».

Далее опять для первой колонны записываем количество (покомпонентно) потока, уходящего с последней тарелки в виде пара (этап расчёта 3, далее будем называть как поток «Б»). Удаляем кипятильник из спецификации, но число тарелок в колонне не меняем! Так как ранее кипятильник рассматривался в расчёте как одна теоретическая тарелка, то он фактически и заменяется на одну теоретическую тарелку, обеспечивающую постоянство состава кубовой жидкости первой колонны, поступающей как питание на третью колонну. Вводим для первой колонны дополнительный поток питания (питание осуществляем в виде пара) и в спецификации указываем, что он поступает на последнюю тарелку. Расход компонентов этого питания и температуру смеси берём из потока «Б».

Выполним расчёт только первой колонны, после этого количества и состав дистиллята и кубовой жидкости примут новые значения, соответствующие изменившейся схеме расчёта первой колонны (остальные колонны в этот момент не пересчитываем!).

Для второй колонны теперь изменится количество питания и потребуется добавить боковой отбор. Добавим боковой отбор на расчётную схему, указав что он уходит с той же тарелки, на которую поступает питание. Нам точно известно количество этого бокового отбора – оно равно количеству питания первой колонны, поступающему на первую тарелку. Для обеспечения сходимости расчёта в спецификации укажем боковой отбор как «Liquid ratio», т.е. соотношение количеств жидкости, уходящей с тарелки как боковой отбор, и стекающей с этой же тарелки далее вниз по колонне. Первая величина, это количество потока «А». Второе значение можно взять из профиля второй колоны (с предыдущего этапа расчёта 3). Полученное значение соотношения указываем в

спецификации (округлять лучше в большую сторону, указывая не менее четырёх знаков после запятой).

Спецификация кипятильника второй колонны не меняется по сравнению с предыдущим расчётом (этап 3). Флегмовое число рассчитывается аналитически, исходя из упрощающего допущения, что всё избыточное питание должно быть сконденсировано и полностью возвращено в колонну. Флегмовое число — это отношение количество флегмы к дистилляту. На предыдущей стадии расчёта (этап 3) можно определить, что флегмовое число равно  $3254,71/355,8796=9,14555$ . При этом количество питания колонны было равно 1782,099 кмоль/ч. Новое количество питания для текущей стадии расчёта составило 3816,477 кмоль/ч. Избыток питания равен  $3816,477-1782,099=2034,378$  откуда новое значение флегмового числа для второй колонны  $(3254,71+2034,378)/355,8796=14,8620151$

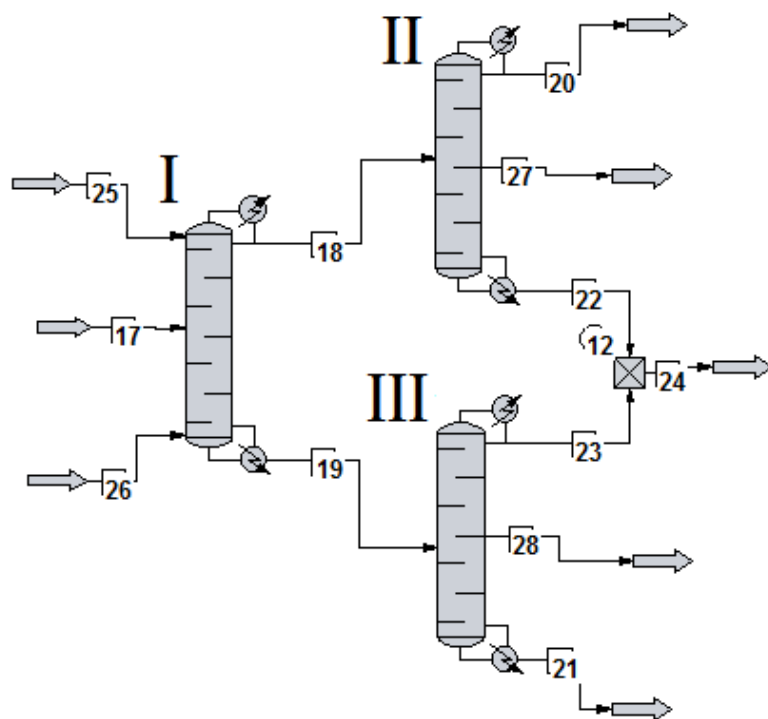
Для третьей колонны также изменилось количество питания (по сравнению с этапом 3) и также должен быть добавлен боковой отбор с той же тарелки, на которую поступает питание. Спецификацию бокового отбора также укажем в виде соотношения, но уже для паров (Vapor ratio). Нам известно точно количество бокового отбора — оно равно количеству питания, поступающего в первую колонну на нижнюю тарелку. Количество паров, уходящих с тарелки питания второй колонны можно взять из профиля колонны (этап расчёта 3). Соотношение этих величин даст искомое значение, которое требуется указать в спецификации бокового отбора (округлять лучше в большую сторону, указывая не менее четырёх знаков после запятой).

Спецификация дефлегматора третьей колонны не меняется по сравнению с предыдущим расчётом (этап 3). Количество тепла, которое необходимо подвести к кипятильнику третьей колонны, примем исходя из упрощающего допущения, что всё дополнительное жидкое питание требуется испарить. Затраты на испарение этого дополнительного количества жидкости приблизительно известны — это то самое количество тепла, которое подводилось к кипятильнику первой колонны на этапе расчёта III.2. Соответственно, просуммировав для второй и

третьей колонн из этапа 3 количество тепла, подводимого в кипятильниках, получим новое значение, которое и надо указать в спецификации третьей колонны на этапе расчёта III.3.

После расчёта всех колонн на этапе III.3 имеем достаточно хорошее совпадение чистоты продуктовых потоков с заданными значениями (99% по основным компонентам).

Stream No.	20	22	24	23	21
Name					
Component mole fractions					
Ethanol	0.998083	0.004570	0.003522	0.001509	0.000000
N-Propanol	0.001918	0.986515	0.989765	0.996011	0.000260
N-Butanol	0.000000	0.008915	0.006713	0.002480	0.999740



**Рисунок 3.12** Расчётная схема этапа III.3 и рассчитанные составы технологических потоков.

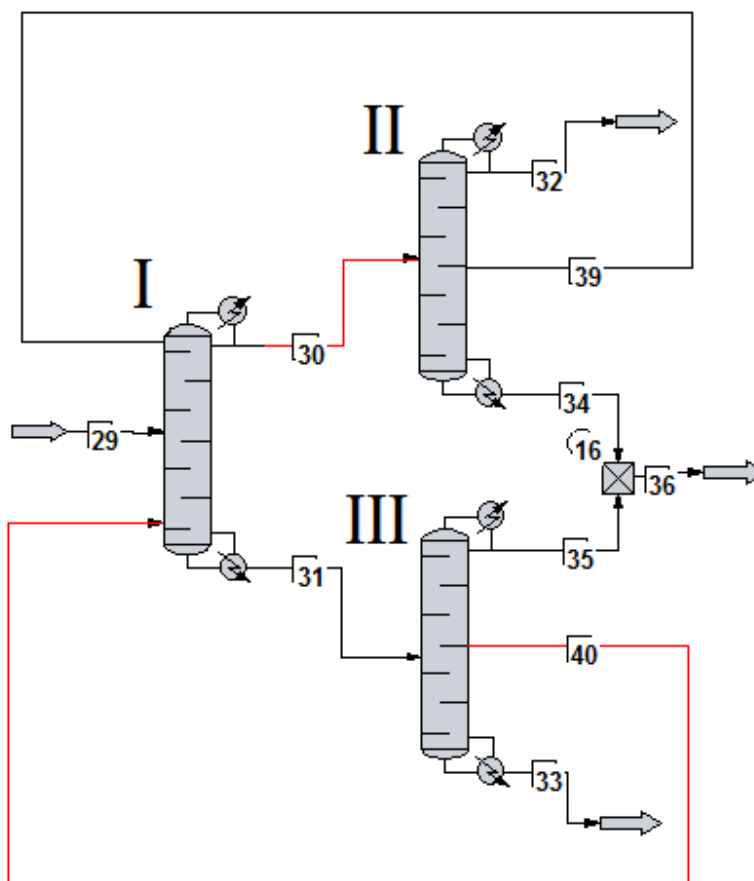
**Таблица 3.23** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.3 подготовки сложной колонны (рисунок 3.12):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
высота, т.т.	34	30	34
тарелка питания	1,24,34	15	20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	–	флегмовое число 14,862	флегмовое число 2,54077
кипятильник	–	тепловая нагрузка 74030,4	тепловая нагрузка 263125
боковой отбор			
тарелка	–	15	20
спецификация	–	liquid ratio 0,633723	vapor ratio 1,50968
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	–	14,862	2,54077
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	–	-227332	-104658
кипятильник	–	74030,4	263125

#### Этап III.4.

Теперь можно замкнуть потоки рециклов между первой и второй колоннами и первой, и третьей. Естественно, предварительно убедившись, что значения соответствующих боковых отборов и потоков питания достаточно хорошо совпадают (отличие менее 1% можно считать удовлетворительным, если получилось больше – значит на предыдущих этапах была допущена ошибка). При замыкании потоков убирается дополнительное питание первой колонны и на его место вводится поток бокового отбора соответствующей колонны. Спецификацию колонн можно не менять.

Stream No.	32	34	36	35	33
Name					
Component mole fractions					
Ethanol	0.994172	0.002722	0.002141	0.001024	0.000000
N-Propanol	0.005826	0.992492	0.994676	0.998877	0.004435
N-Butanol	0.000000	0.004786	0.003182	0.000099	0.995565



**Рисунок 3.13** Расчётная схема этапа III.4 и рассчитанные составы технологических потоков.

Расчёт колонн с замкнутыми рецикловыми потоками может привести к некоторому несоответствию показателей требуемым. Так в нашем случае ухудшилась чистота легкого компонента (дистиллят второй колонны). Чтобы привести состав продуктовых потоков в соответствие с требуемыми параметрами, необходимо заменить спецификацию второй и третьей колонн. Для второй колонны для дистиллята явно указываем содержание лёгкого компонента, а для третьей колонны явно указываем содержание тяжёлого компонента в кубовой жидкости.

**Таблица 3.24** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.4 подготовки сложной колонны (рисунок 3.13):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
высота, т.т.	34	30	34
тарелка питания	1,24,34	15	20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	–	флегмовое число 14,862	флегмовое число 2,54077
кипятильник	–	тепловая нагрузка 74030,4	тепловая нагрузка 263125
боковой отбор			
тарелка	–	16	20
спецификация	–	liquid ratio 0,633723	vapor ratio 1,50968
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	–	14,862	2,54077
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	–	-227332	-104658
кипятильник	–	74030,4	263125

### Этап III.5.

Теперь замкнём рецикловые потоки между второй и третьей колоннами, удалив соответствующие кипятильник и дефлегматор. Продуктовый поток в новой схеме будет образовываться уже не в результате смешения дистиллята третьей колонны и кубовой жидкости второй, а как боковой отбор из потока жидкости, стекающей с нижней тарелки второй колонны на первую тарелку третьей (модель «смеситель потоков» заменяем на модуль «делитель потоков»). Количество тарелок в колоннах не изменяем – хотя кипятильник и дефлегматор удаляются, их роль в качестве теоретических тарелок для разделения

многокомпонентной смеси никуда не исчезает, а лишь перекладывается на «обычные» теоретические тарелки.

В новой схеме удаляем у второй колонны спецификацию кипятильника, а у третьей колонны спецификацию дефлегматора.

Поскольку при объединении колонн усложнять задачу одновременным уточнением составов потоков нецелесообразно, все продуктовые потоки зададим явным образом, указав их количества в размерности расхода (кмоль/ч). Для второй колонны задаём количество дистиллята, для третьей количество кубовой жидкости, а для делителя потоков – количество бокового отбора. Необходимые параметры берем с предыдущей стадии расчёта (этап 5). Обязательно проверяем потоки на соответствие материальному балансу! При необходимости корректируем количество отбора с делителя потока.

Для выполнения расчёта надо в обязательном порядке задать начальные приближения потоков. Для этого на предыдущей стадии расчёта (этап III.4) во второй колонне определяем температуру, давление, расход и состав потока пара возвращаемого в колонну из кипятильника (вторая колонна последняя тарелка, по пару), а в третьей определяем температуру, давление, расход и состав потока пара, поступающих в виде паров в дефлегматор третьей колонны (третья колонна 2 тарелка, по пару). Смешиваем эти два потока и получаем начальные приближения для задания потока пара, поступающего с верха третьей колонны в куб второй. В данном случае мы исходим из упрощающего предположения, что все пары третьей колонны, ранее поступавшие в кипятильник, теперь должны пройти всю вторую колонну в виде пара, сконденсироваться в кипятильнике, снова пройти вторую колонну в виде жидкости и только потом разделиться на боковой отбор и орошение третьей колонны.

Можно заметить, что, объединив вторую и третью колонны, мы фактически увеличили потоки жидкости и пара в этих колоннах. Но доля боковых отборов осталась неизменной. Это привело к возрастанию рециклов через первую колонну и, в конечном счёте, к повышению энергозатрат на разделение смеси. Чтобы

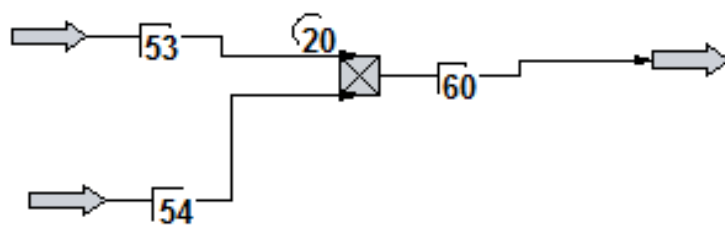
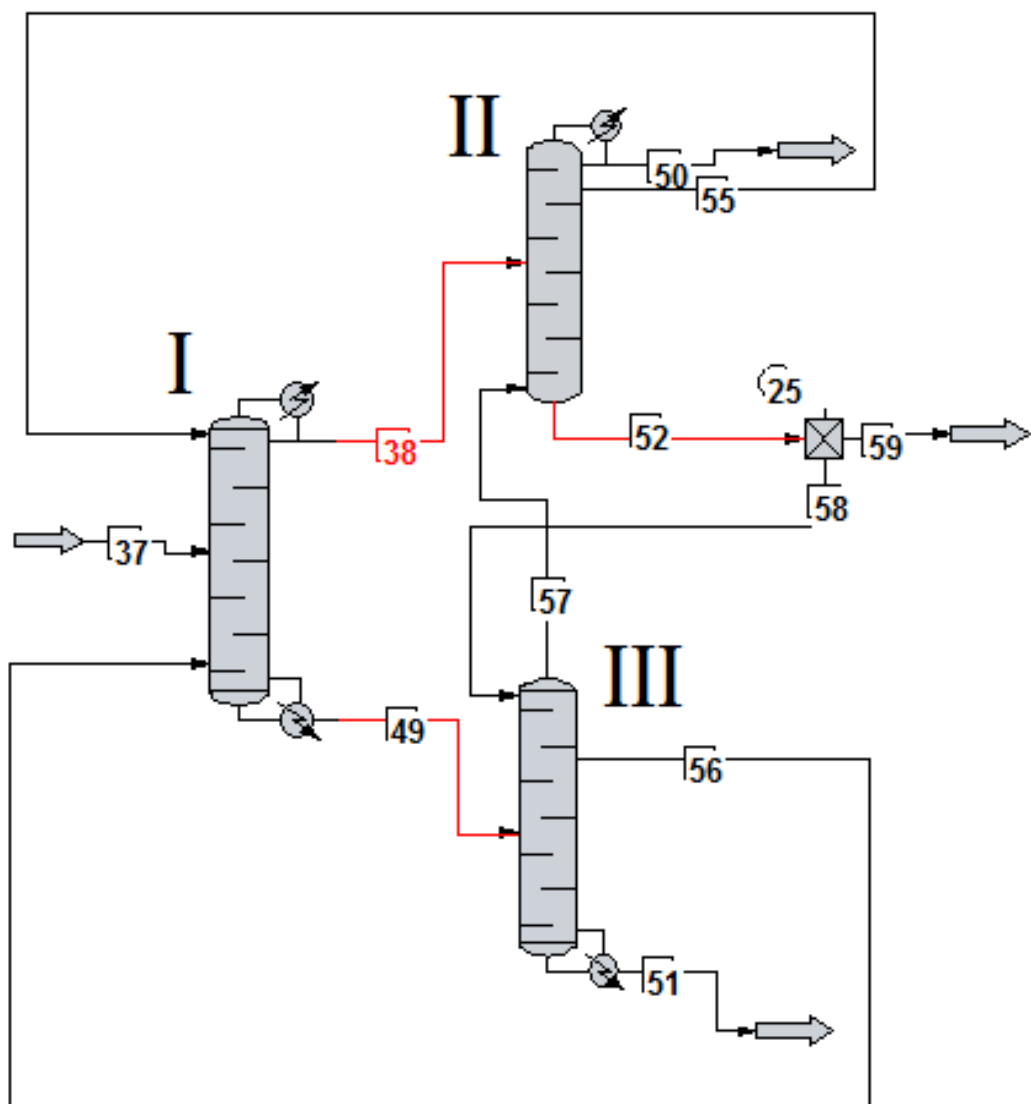


снизить энергозатраты изменим спецификацию боковых отборов (не меняя при этом самой схемы). Необходимо задать в явном виде количество отбора в виде жидкости возвращаемого из второй колонны в первую. Расход потока жидкости смотрим на предыдущем этапе расчета (этап III.4, вторая колонна). Тоже самое с рециклом по пару. Введём эти значения в спецификации соответствующих колонн, указав расход боковых отборов явным образом. Расчёт полученной схемы позволяет получить новые профили второй и третьей колонн.

Рассчитываем вторую колонну. При этом определяются параметры потока кубовой жидкости этой колонны. Далее рассчитываем делитель потока и определяем параметры потока орошения третьей колонны. Теперь можно рассчитать третью колонну. На этом останавливаемся (рециклы не рассчитываем!). Обычно составы потоков после одинарного расчёта колонн будут отличаться от требуемых. Но при задании спецификации исключительно в виде расходов на большее рассчитывать не приходится.

Задать сразу требования ко всем потокам по чистоте компонентов – почти наверняка обеспечить отсутствие сходимости расчёта. Поэтому после расчёта начальных приближений (профиля второй и третьей колонны), меняем спецификацию и указываем для второй колонны содержание лёгкого компонента в дистилляте, а для третьей – содержание тяжёлого в кубовой жидкости. Теперь можно запустить расчёт всего комплекса со всеми рецикловыми потоками.

Следует отметить, что этот этап самый простой в подготовке схемы, но самый сложный с точки зрения сходимости.



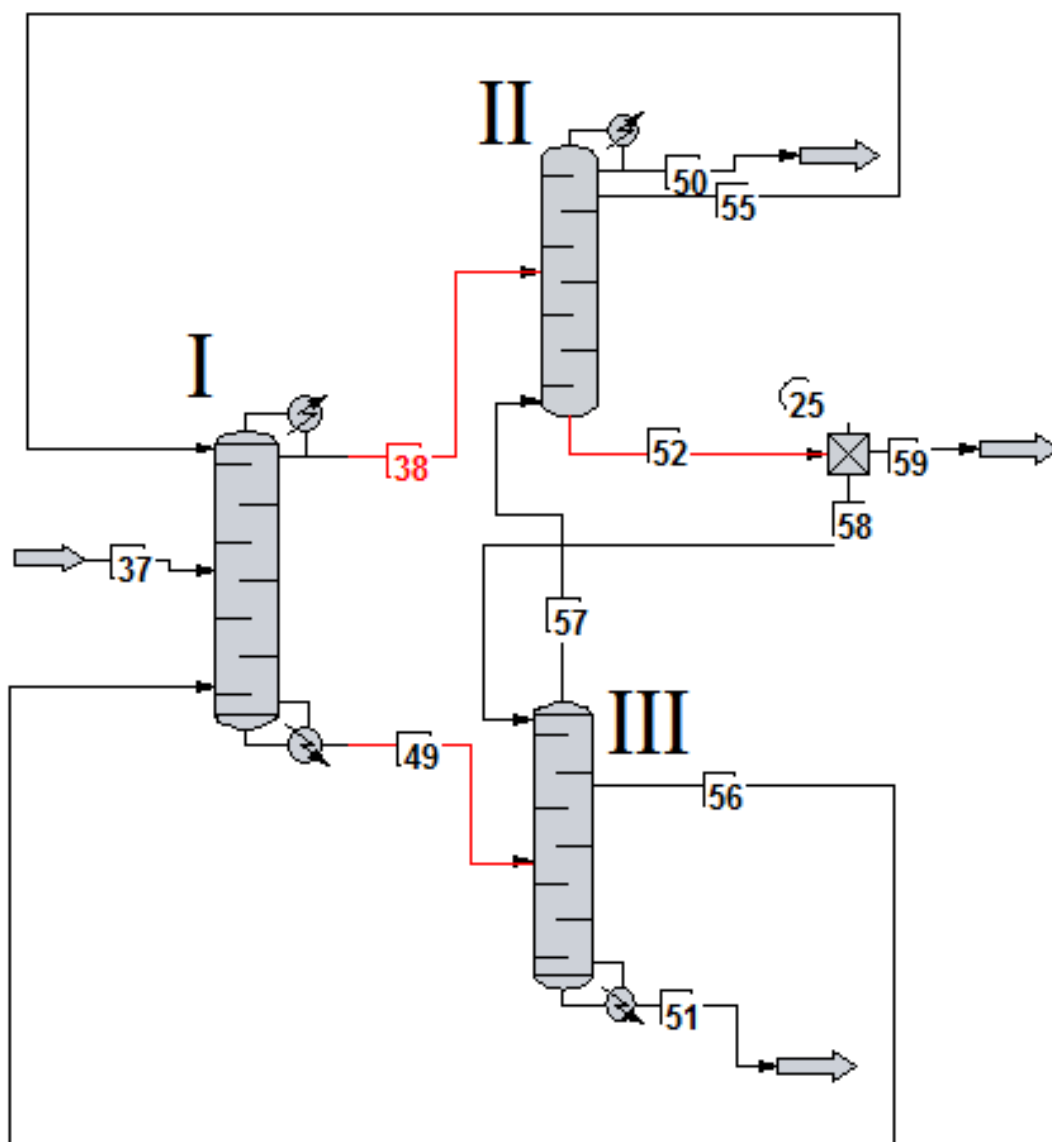
**Рисунок 3.14** Расчётная схема этапа III.5 и рассчитанные составы технологических потоков.

**Таблица 3.25** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.5 подготовки сложной колонны (рисунок 3.14):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
высота, т.т.	34	30	30
тарелка питания	1, 24, 34	15, 30	1, 20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
<b>спецификация</b>			
дефлегматор	–	этанол 0,99 мольных долей	–
кипятильник	–	–	н-бутанол 0,99 мольных долей
боковой отбор тарелка	–	16	20
спецификация	–	liquid ratio 0,633723	vapor ratio 1,50968
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	–	15,9698	–
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	–	-246547	–
кипятильник	–	–	251585

Для каждой колонны определяем новое соотношение бокового отбора к жидкому (для второй колонны) или паровому (для третьей колонны), уходящему с тарелки питания (в случае необходимости). Новые значения вводим как спецификацию колонн и снова выполняем расчёт всей схемы.

Stream No.	50	59	51
Name			
Component mole fractions			
Ethanol	0.990003	0.000649	0.000000
N-Propanol	0.010000	0.991226	0.010000
N-Butanol	0.000000	0.008124	0.990000



**Рисунок 3.15.** Расчётная схема этапа III.5 с итоговыми составами технологических потоков.

**Таблица 3.26** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.5 подготовки сложной колонны (рисунок 3.15):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
<b>настраиваемые параметры</b>			
высота, т.т.	34	30	30
тарелка питания	1, 24, 34	15, 30	1, 20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	–	этанол 0,99 мольных долей	–
кипятильник	–	–	н-бутанол 0,99 мольных долей
боковой отбор			
тарелка	–	16	20
спецификация	–	liquid ratio 0,633723	vapor ratio 1,50968
<b>расчётные параметры</b>			
флегмовое число	–	15,9698	–
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	–	-246547	–
кипятильник	–	–	251585

### Этап III.6.

До настоящего момента мы получали потоки с заданными значениями по содержанию основного вещества только для легкого и тяжёлого компонента исходной смеси. Это достигается легко за счёт использования возможностей модуля расчёта колонны (явное задание содержания компонента в дистилляте и кубовой жидкости). Для бокового отбора так сделать нельзя. Теоретически можно было бы поставить модуль CONT, в котором мы бы подбирали количество бокового отбора так, чтобы содержание среднего компонента равнялось заданному значению. Однако на практике для сложной колонны это невозможно

сделать, так как невозможно однозначно определить порядок изменения отбора (увеличение или уменьшение) при отклонении концентрации целевого компонента от заданного значения. В зависимости от того, проваливается ли в среднюю часть колонны лёгкий компонент, или поднимается или из куба тяжёлый, будет изменяться направление коррекции количества бокового отбора.

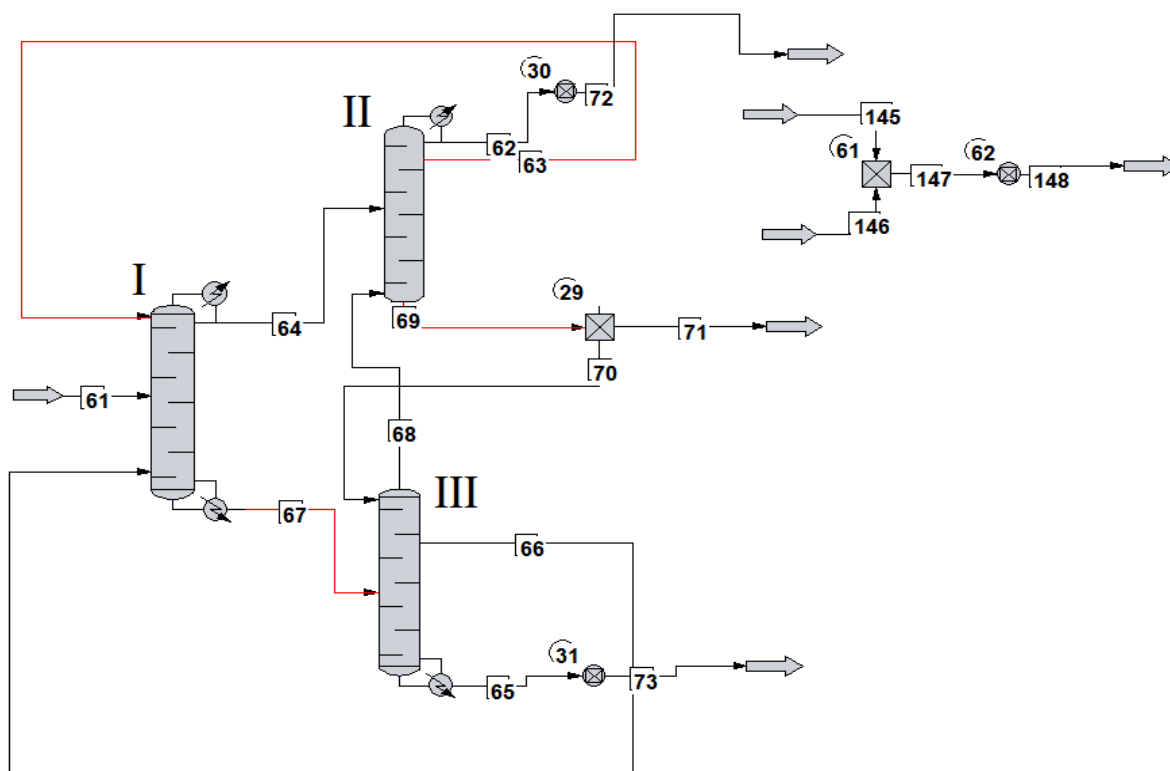
Используем комбинацию трёх модулей CONT (двух прямых и одного с обратным расчётом) и двух фиктивных потоков.

В один фиктивный поток модулем CONT прямого действия передадим количество среднего компонента (кмоль/ч) в дистилляте второй колонны. Во второй фиктивный поток другим модулем CONT прямого действия передадим количество среднего компонента (кмоль/ч) в кубовой жидкости третьей колонны. Объединив потоки в смесителе потоков получим фиктивный поток, в котором количество среднего компонента равно общим потерям этого вещества с легким и тяжёлым компонентами, выделяемыми как чистые продукты. На этом фиктивном потоке установим модуль CONT (обратный расчёт), на котором будем менять количество бокового отбора со сложной колонны до тех пор, пока оно не станет равно заданному значению. А заданное значение можно определить, как разницу между исходным количеством среднего компонента и его потерями с дистиллятом и кубовой жидкостью, покидающей технологическую схему (с поправкой на заданную чистоту выделяемого как товарный продукт среднего компонента, рисунок 3.16).

Итоговая схема позволяет получить на сложной колонне вещества заданной чистоты. Необходимо учитывать, что требуется повысить точность расчёта последнем этапе, как для конкретного модуля CONT, так и для всей схемы в целом (в глобальных настройках). Однако сходимость может быть достигнута только при достаточно точном задании начального приближения.

General Settings	Calculated Results	Feedback Options
Controller Mode: <span>Feed-backward</span>		ID: 62
Adjust this variable		
UnitOp: <span>&lt;None&gt;</span>	ID number: <span>29</span>	Variable: <span>4 Output stream #2</span>
		Component: <span>&lt;None&gt;</span>
Minimum value: <span>1</span>		Unit of adjusted variable: <span>1 Mole/Mass</span>
Maximum value: <span>3600</span>		
Until this		
<input checked="" type="radio"/> Stream	ID number: <span>61</span>	Variable: <span>Comp mole rate</span>
<input type="radio"/> Equipment	Scale: <span></span>	Component: <span>2 N-Propanol</span>
Arithmetic Operator: <span>2 Subtract</span>		
<input checked="" type="radio"/> Stream	ID number: <span>147</span>	Variable: <span>Comp mole rate</span>
<input type="radio"/> Equipment	Scale: <span></span>	Component: <span>2 N-Propanol</span>
Is equal to this target		
Constant: <span></span>		Units: <span>1 Mole/Mass</span>
<input checked="" type="radio"/> Stream	ID number: <span>71</span>	Variable: <span>5 Total mole rate</span>
<input type="radio"/> Equipment	Scale: <span>0.99</span>	Component: <span>&lt;None&gt;</span>
<span>Help</span>		<span>Cancel</span> <span>OK</span>

**Рисунок 3.16** Параметры модуля CONT, задающего требуемую чистоту по среднему компоненту для бокового отбора.



**Рисунок 3.17** Расчётная схема этапа III.6.

**Таблица 3.27** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования на этапе III.6 подготовки сложной колонны (рисунок 3.17):

параметр	колонна I	колонна II	колонна III
настраиваемые параметры			
высота, т.т.	34	30	30
тарелка питания	1, 24,34	15,30	1,20
давление верха, мм. рт. ст.	910	760	1060
перепад давления по колонне	340	300	340
спецификация			
дефлегматор	–	этанол 0,99 мольных долей	–
кипятильник	–	–	н-бутанол 0,99 мольных долей
боковой отбор			
тарелка	–	16	20
спецификация	–	liquid ratio 0,633723	vapor ratio 1,50968
расчётные параметры			
флегмовое число	–	15,9694	–
тепловая нагрузка, МДж/ч			
дефлегматор	–	-246543	–
кипятильник	–	–	251583

На данном этапе расчёт можно считать законченным, хотя при желании можно оптимизировать колонны (высота, тарелка питания, деление потоков жидкости и пара в боковых отборах второй и третьей колонны). Но надо иметь ввиду, что оптимизацию требуется делать с учётом обеспечения чистоты конечных продуктов при переменном составе питания первой колонны.



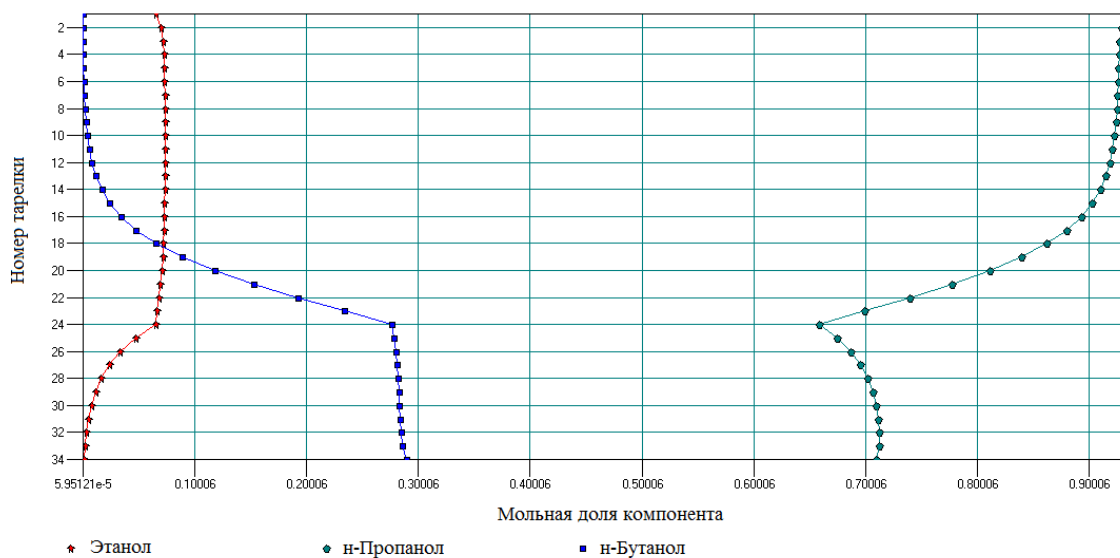


Рисунок 3.18 Профиль колонны I (рисунок 3.17)

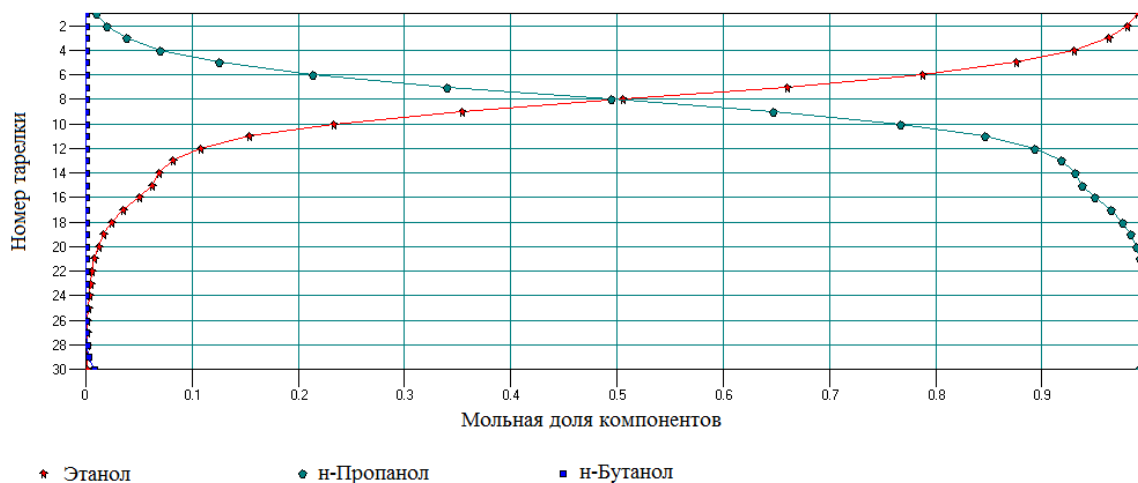


Рисунок 3.19 Профиль колонны II (рисунок 3.17)

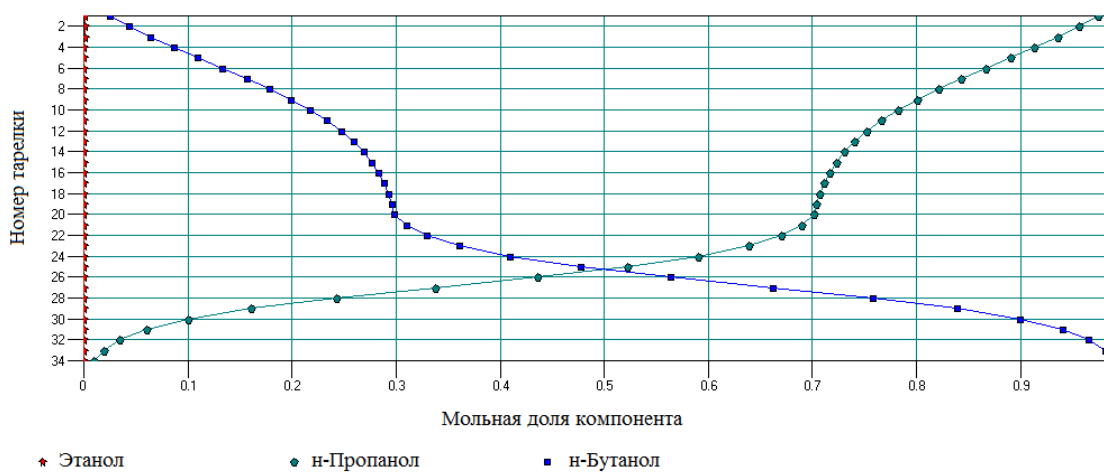


Рисунок 3.20 Профиль колонны III (рисунок 3.17)

В таблице 3.28 приведены суммарные тепловые нагрузки трех комплексов ректификационных колонн, полученные при расчете тремя способами:

- по упрощенной методике на основе уравнений Андервуда с применением разработанных критериев и допущений для простых комплексов ректификационных колонн с прямой, непрямой, симметричной последовательностью, описанной в главе 2.5.
- строгим методом потарелочного расчета с использованием программа ChemCAD для простых вышеуказанных комплексов колонн
- строгим методом расчета сложных колонн с различным положением разделительной стенки

Проанализировав полученные результаты можно сделать следующие выводы:

1. Для состава №1 (рис. 2.10) наблюдается почти симметричное распределение наиболее энергоэффективных комплексов при разных методах расчета.
2. Как видно из рис.2.10 состав №2 попадает в полосу допуска линии равенства суммарных тепловых нагрузок комплекса с прямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн. Наиболее энергоэффективной комплексом в данном случае является комплекс с непрямой последовательностью ректификационных колонн. Однако, комплексы с прямой и симметричной последовательностью колонн, при расчете по упрощенному методу, расположились в обратном порядке по своей энергоэффективности. Это говорит о том, что составы, попавшие в полосу допуска, либо максимально приближенные к ней требуют более точной проверки при использовании упрощенной методике выбора эффективного комплекса. Следует заметить, что значения суммарной тепловой нагрузки комплекса с прямой и симметричной последовательностью колонн отличаются на 2,24%. Это существенно меньше значения точности технологических расчетов, которые обычно составляют 5-10%.
3. Аналогичная ситуация наблюдается с составом №3. Отличие суммарных нагрузок сложных колонн с разделительной стенкой, расположенной в верхней и центральной части колонны, составляет 1,2%.

4. Состав №5 и №6 еще раз подтверждает необходимость индивидуального подхода при выборе эффективной последовательности разделения в случае попадания точки, отвечающей заданному составу, в полосу допуска либо вблизи нее. Отличие суммарных нагрузок комплексов с прямой и симметричной последовательностью колонн при строгом методе потарелочного расчета с использованием программа ChemCAD не превышает 6%.

**Таблица 3.28** Суммарная тепловая нагрузка комплексов с прямой (ППК – рисунок 3.1), непрямой (НПК – рисунок 3.5), симметричной (СПК– рисунок 3.9) последовательность ректификационных колонн.

Суммарная тепловая нагрузка комплекса, Гкал/час ( $Q_{sum}$ )									
	ППК			НПК			СПК		
	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета	Сложная колонна с верх.перег.	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета	Сложная колонна с ниж.перег.	Упрощенный метод расчета	Точный метод расчета	Сложная колонна с центр.перег.
Состав №1	131,47	146,29	137,94	160,63	176,89	139	167,33	186,45	146,11
Состав №2	117,37	128,12	122,51	101,35	111,39	104,47	114,74	142,71	129,65
Состав №3	163,02	183,10	171,21	156,33	176,17	173,26	143,18	174,50	119,07
Состав №4	136,73	147,72	141,39	143,90	160,15	184,66	175,69	186,21	152,69
Состав №5	164,22	183,06	167,56	169,72	196,01	171,39	156,81	173,34	139,28
Состав №6	138,40	145,81	144,29	130,04	142,71	133,99	134,10	152,98	136,79

### 3.4 Определение точек контроля и управления работой ректификационной колонны с внутренней разделительной стенкой

Первый этап динамического моделирования заключается в определении общей схемы управления технологическим процессом. Рассмотрим этот процесс на примере статической модели сложной колонны с разделительной стенкой, расположенной по центру, создание которой описано в главе 3.3 (рисунок 3.17).

Рассмотрим работу колонны при крайних параметрах входного потока (по составу потока питания) в режиме, при котором обеспечивается заданный состав (0.99 мол. доля) дистиллята, бокового отбора и кубовой жидкости.

Обозначим следующие составы потока питания (соотношение компонентов А/С принято постоянным):

1. 0,09625–0,615–0,28875 (+2,5% В)
2. 0,0925–0,63–0,2775 (+5% В)
3. 0,08875–0,645–0,26625 (+7,5% В)
4. 0,085–0,66–0,255 (+10% В)
5. 0,10375–0,585–0,31125 (-2,5% В)
6. 0,1075–0,57–0,3225 (-5% В)
7. 0,11125–0,555–0,33375 (-7,5% В)
8. 0,115–0,54–0,345 (-10% В)

Для сложной колонны с внутренней разделительной стенкой необходимо выбрать такие значения «liquid ratio» и «vapor ratio», которые обеспечивают требуемое разделение при условии колебания состава потока питания.

Для этого необходимо смоделировать сложную колонну с внутренней разделительной стенкой, расположенной по центру, для каждого из этих составов по алгоритму, описанному в главе 3.3. Результаты моделирования представлены в таблице 3.29

Среднелогарифмическое значение «liquid ratio» и «vapor ratio» рассчитываем по формуле (таблица 3.29):

$$Lr^* = (0,4342 - 0,4252) / \ln(0,4342 / 0,4252) = 0,4297$$

$$V_{r^*} = (1,1359 - 1,0319) / \ln(1,1359 / 1,0319) = 1,083$$

Сравниваем полученные значения со значениями для базового состава потока питания (таблица 3,29): 0,4297 и 0,432, а также 1,083 и 1,086. Принимаем итоговые значения «liquid ratio» и «vapor ratio» равными 0,432 и 1,086, соответственно.

**Таблица 3.29** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой по центру для различных составов потока питания при условии получения чистоты продуктов 0,99 мол. доля.

Состав	Базовый состав 0,1-0,6-0,3	изменение содержания компонента В в базовом составе							
		+2,5%	+5%	+7,5%	+10%	-2,5%	-5%	-7,5%	-10%
Общая точность	<b>0,0001</b>	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
Конт: 1	<b>0,0005</b>	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005
Конт: 1	<b>1e-005</b>	1e-005	1e-005	1e-005	1e-005	1e-005	1e-005	1e-005	1e-005
Содержание тяжелого в дистилляте	<b>2,8e-008</b>	2,9e-008	9,2e-011	3,2e-008	3,4e-008	7,3e-011	2,7e-008	6,4e-011	2,5e-008
Содержание легкого в кубе	<b>3,4e-006</b>	3,1e-009	2,8e-006	2,4e-006	2,1e-006	3,2e-009	3,8e-006	3,5e-009	4,5e-006
Флегмовое число	<b>15,29</b>	15,8	16,5	17,19	18,03	14,846	14,443	13,917	13,533
Расход флегмы, кмоль/час	<b>5523,16</b>	5489,03	5510,82	5505	5533,27	5565,47	5612,46	5598	5628,79
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	<b>-236023</b>	-234101	-234431	-233657	-234248	-238268	-240703	-240671	-242455
Liquid ratio	<b>0,4324</b>	<b>0,4311</b>	<b>0,4289</b>	<b>0,4285</b>	<b>0,4252</b>	<b>0,4318</b>	<b>0,4315</b>	<b>0,4337</b>	<b>0,4342</b>
Vapor ratio	<b>1,0861</b>	<b>1,1001</b>	<b>1,1104</b>	<b>1,1278</b>	<b>1,1359</b>	<b>1,0693</b>	<b>1,0529</b>	<b>1,0451</b>	<b>1,0319</b>
Содержание легкого в дистилляте	<b>0,99</b>	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
Расход бокового отбора (рецикла)	<b>1652,25</b>	1639,58	1640,48	1637,78	1637,35	1664,31	1677,57	1678,94	1689,30

Состав	Базовый состав 0,1-0,6-0,3	изменение содержания компонента В в базовом составе							
		+2,5%	+5%	+7,5%	+10%	-2,5%	-5%	-7,5%	-10%
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	<b>2167,172</b>	2236,36	2277,374	2332,474	2387,575	2112,071	2057,651	2001,873	1946,774
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	<b>1,2630</b>	1,3754	1,4185	1,5075	1,5694	1,1728	1,0892	1,0380	0,9716
Содержание среднего компонента в боковом отборе	<b>0,9965</b>	0,9952	0,9948	0,9933	0,9925	0,9971	0,9974	0,9975	0,9976
Расход рецикла (бокового отбора)	<b>3002,65</b>	2988,48	3014,38	3028,06	3046,53	3009,04	3017,57	3006,17	3009,75
Расход пара возвращаемого в колонну из кипятильника	<b>5815,28</b>	5749,44	5769,47	5749,25	5760,66	5874,37	5937,82	5940,86	5987,75
Тепловая нагрузка кипятильника	<b>232414</b>	229782	230580	229769	230223	234778	237316	237439	239315
Содержание тяжелого в кубовой жидкости	<b>0,99</b>	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99



Следующим шагом необходимо определить точки контроля и управления сложной колонны каждой колонны. В нашем случае, нам необходимо получить три продукта с чистотой 0,99 мольная доля. Для этого необходимо провести ряд исследований.

### *1. Исследование №1*

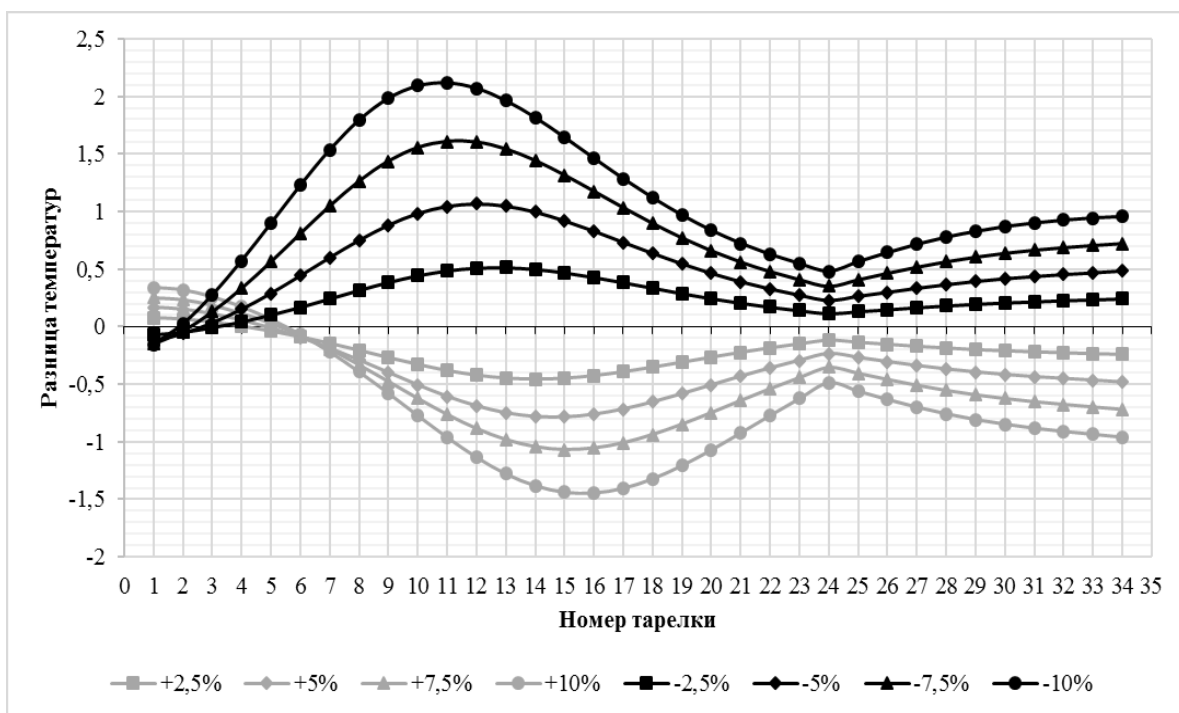
Рассчитываем модель сложной колонны с внутренней разделительной стенкой по центру (рисунок 3.17) при найденных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» равными 0,432 и 1,086, соответственно, для вышеуказанных составов потока питания.

При этом регулирование осуществляется тремя точками контроля по составу (то есть, для спецификации конденсатора второй колонны указывается 0,99 мольная доля легкого компонента, для спецификации кипятильника третьей колонны 0,99 мольная доля тяжелого компонента. Чистота бокового отбора регулируются модулем CONT (рисунок 3.17).

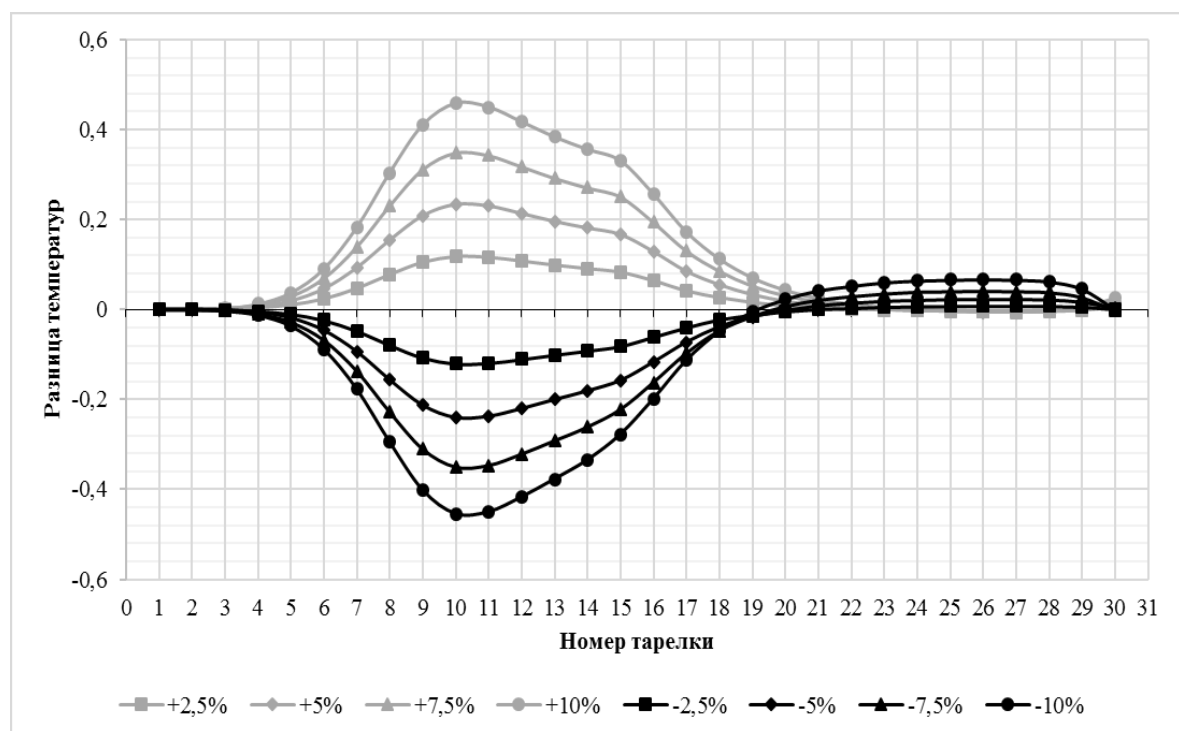
Результаты моделирования представлены в таблице 3.30

**Таблица 3.30** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой для различных составов потока питания при выбранных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» и при условии регулирования по составу всех трех продуктов.

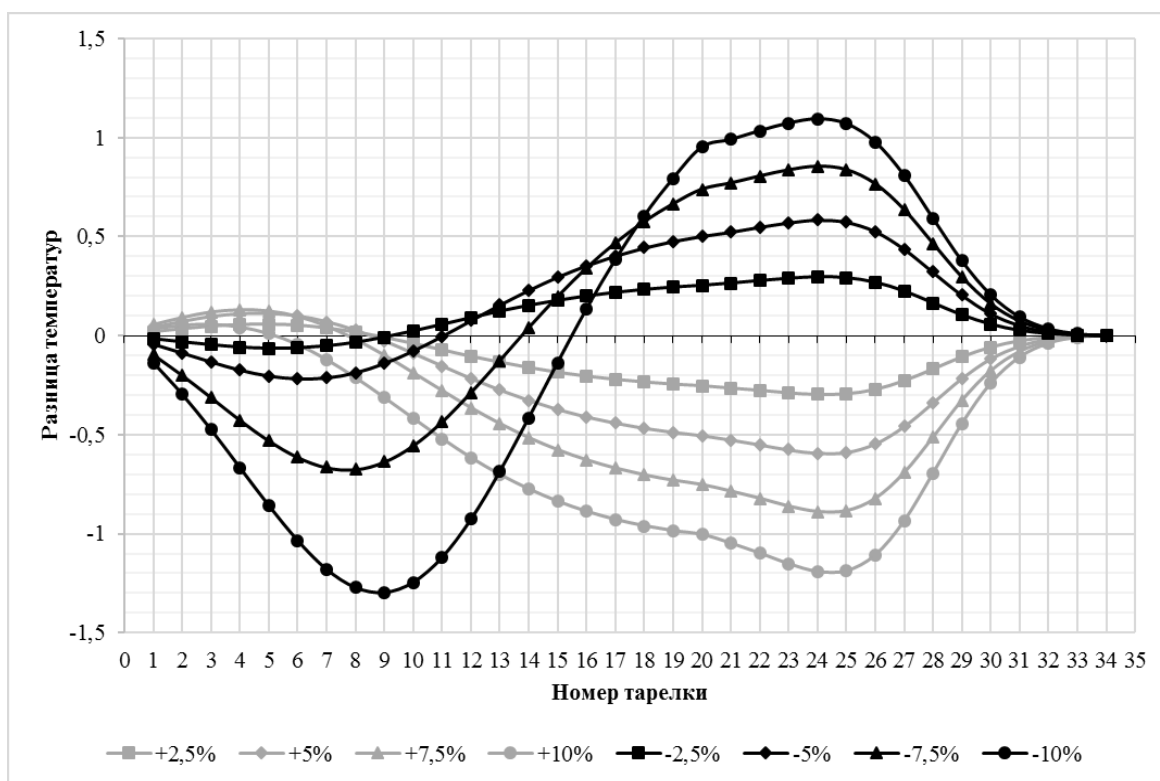
Состав	изменение содержания компонента В				Базовый состав 0,1-0,6-0,3	изменение содержания компонента В			
	-10%	-7,5%	-5%	-2,5%		+2,5%	+5%	+7,5%	+10%
Флегмовое число	13,05	13,55	14,13	14,81	<b>15,56</b>	16,37	17,24	18,19	19,2
Расход флегмы, кмоль/час	5413,31	5598	5436,94	5539,18	<b>5609,07</b>	5677,56	5748,08	5819,35	5878,85
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-225529	-240671	-225913	-228817	<b>-230999</b>	-233127	-235333	-237567	-239336
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	1947,502	2002,609	2057,705	2112,251	<b>2167,171</b>	2222,316	2277,547	2332,646	2387,695
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1643,037	1603,86	1575,359	1562,398	<b>1554,127</b>	1544,557	1536,218	1528,505	1512,699
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,18530623	1,2486183	1,3061816	1,35192889	<b>1,3944</b>	1,4388048	1,482568	1,526096414	1,578433647
Тепловая нагрузка кипятильника	223771	223969	224801	226510	<b>228514</b>	230538	232511	234634	237460



**Рисунок 3.21** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу всех трех продуктов (таблица 3.30).



**Рисунок 3.22** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу всех трех продуктов (таблица 3.30).



**Рисунок 3.23** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III II (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу всех трех продуктов (таблица 3.30).

Из рисунка 3.22 видно, что вверх колонны показывает хороший отклик на изменение состава. Зафиксировать флегмовое число не получится, так как оно меняется слишком в большом диапазоне. Тепловую нагрузку (непосредственно в килокалориях в час) невозможно контролировать. Следовательно, зафиксировать можно только расход флегмы, который будет равен 5650 кмоль/час (таблица 3.29).

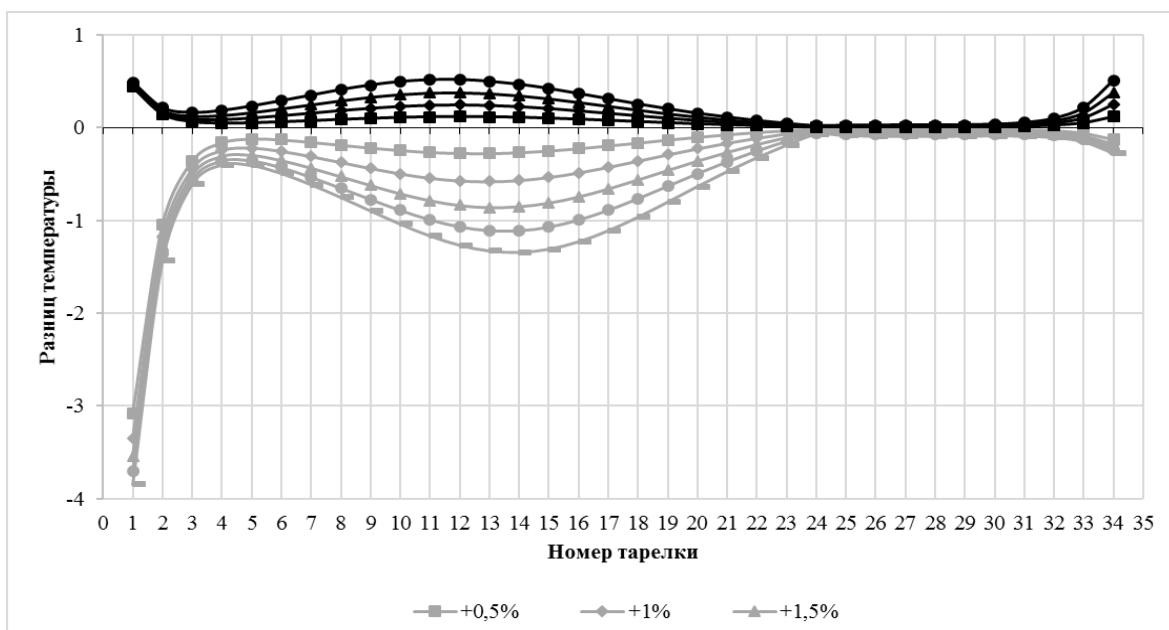
На рисунке 3.23 наблюдается наиболее чувствительная область температурного профиля в нижней части колонны. Следовательно, для уменьшения инерционности системы между изменением параметра и получения

отклика в профиле, регулировать по температурному профилю можно либо тепловую нагрузку кипятильника, либо расход бокового отбора.

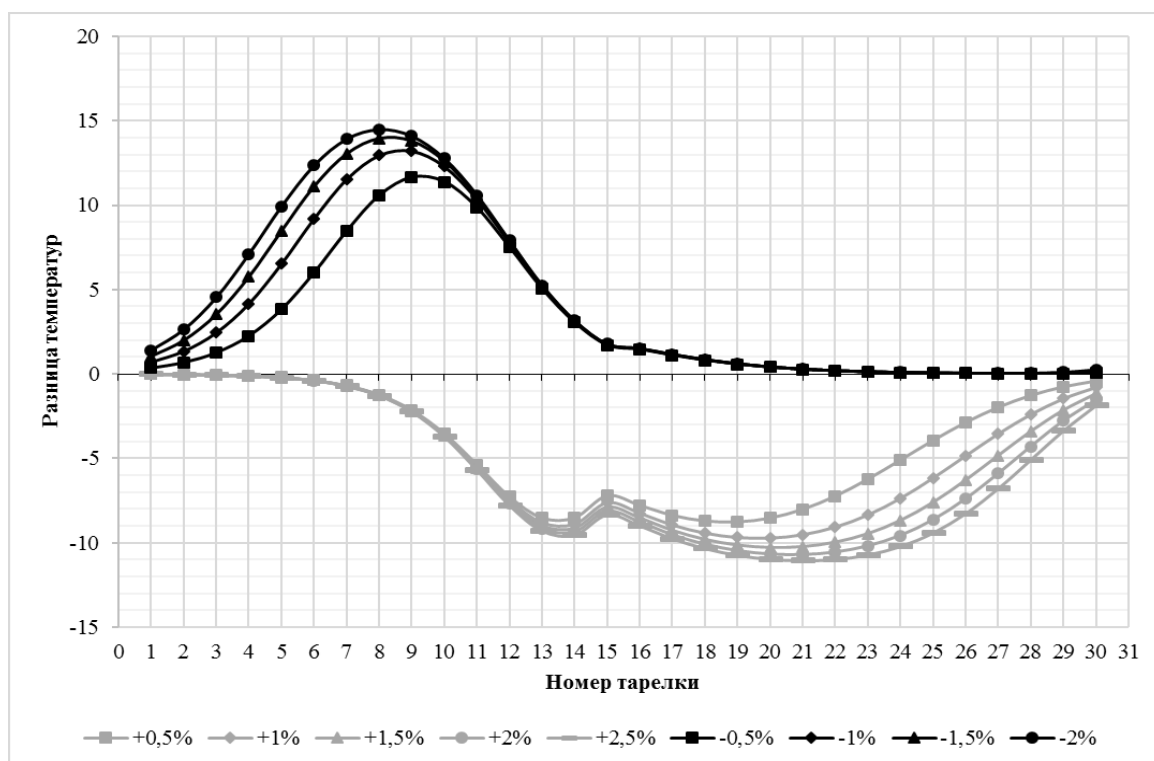
2. Исследование №2. Изменение температурного профиля колонн при разделении основного состава с изменением расхода флегмы (шаг  $\pm 0,5\%$ ). При этом тепловую нагрузку кипятильника третьей колонны и расход бокового отбора зафиксированы.

**Таблица 3.31** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой при изменении расхода флегмы, но с фиксированными значениями тепловой нагрузки кипятильника и расхода бокового отбора.

Состав	-2%	-1,5%	-1%	-0,5%	<b>0% изменение расхода флегмы</b>	+0,5%	+1%	+1,5%	+2%	+2,5%
Флегмовое число	13,81	14,3	14,8	15,31	<b>15,82</b>	17,12	18,66	20,5	22,72	25,47
Расход флегмы, кмоль/час	5537	5565,25	5593,5	5621,75	<b>5650</b>	5678,25	5706,5	5734,75	5763	5791,25
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-232512	-232420	-232337	-232263	<b>-232211</b>	-232281	-232373	-232461	-232543	-232618
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	2170,471	2170,471	2170,471	2170,469	<b>2170,469</b>	2170,469	2170,468	2170,466	2170,469	2170,469
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1540,32	1549,568	1558,33	1566,596	<b>1574,344</b>	1593,327	1612,427	1631,498	1650,615	1669,823
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,4091	1,4006	1,3928	1,3854	<b>1,3786</b>	1,3622	1,3460	1,3303	1,3149	1,2998
Тепловая нагрузка кипятильника	229752	229752	229752	229752	<b>229752</b>	229752	229752	229752	229752	229752
Мольная доля Этанол	0,8905	0,9175	0,9447	0,9719	<b>0,9986</b>	0,9998	0,9998	0,9998	0,9998	0,9999
Мольная доля н-Пропанола	0,9741	0,9793	0,9840	0,9881	<b>0,9908</b>	0,9824	0,9719	0,9608	0,9494	0,9376
Мольная доля н-Бутанола	0,9983	0,9978	0,9969	0,9952	<b>0,9917</b>	0,9748	0,9551	0,9352	0,9155	0,8962

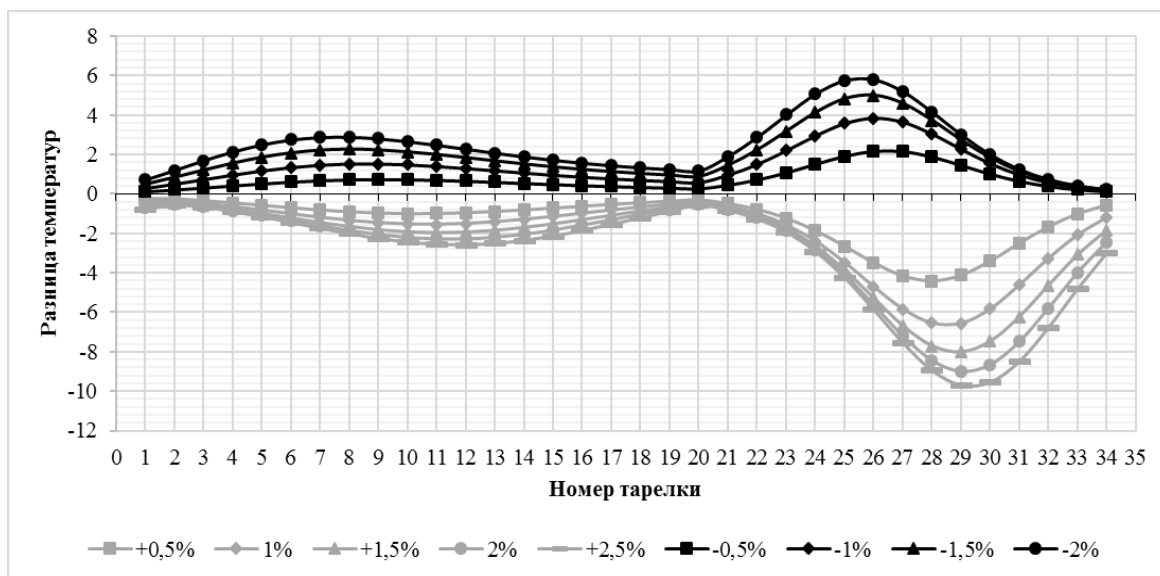


**Рисунок 3.24** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии изменения расхода флегмы, но с фиксированными значениями тепловой нагрузки кипятильника и расхода бокового отбора (таблица 3.31).



**Рисунок 3.25** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии изменения

расхода флегмы, но с фиксированными значениями тепловой нагрузки кипятильника и расхода бокового отбора (таблица 3.31).



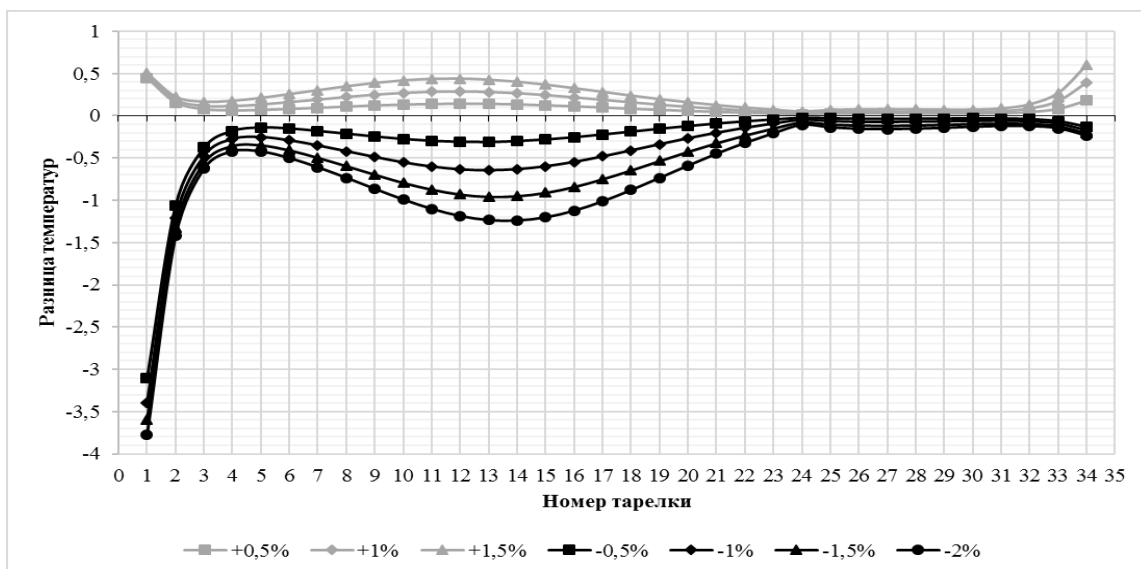
**Рисунок 3.26** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии изменения расхода флегмы, но с фиксированными значениями тепловой нагрузки кипятильника и расхода бокового отбора (таблица 3.31).

3. Исследование №3 Изменение температурного профиля колонн при разделении основного состава с изменением тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны (шаг  $\pm 0,5\%$ ). При этом расход флегмы и расход бокового отбора зафиксированы.

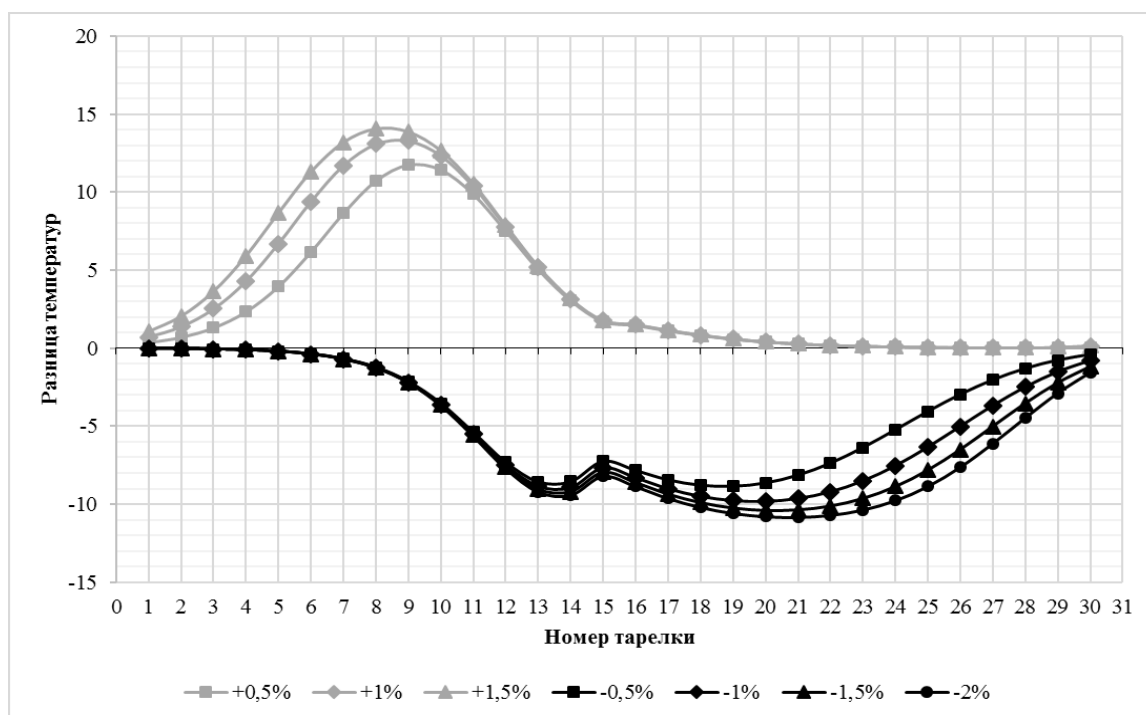


**Таблица 3.32** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой при изменении тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора.

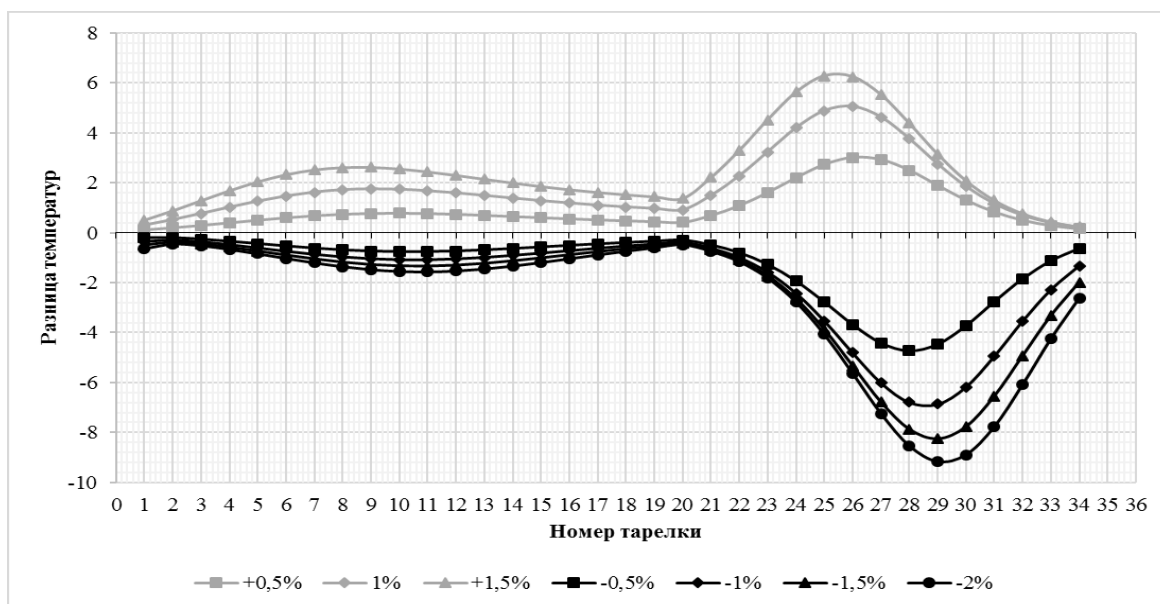
Состав	-2%	-1,5%	-1%	-0,5%	<b>0% изменение тепловой нагрузки кипятильника</b>	+0,5%	+1%	+1,5%
Флегмовое число	22,73	20,46	18,62	17,09	<b>15,82</b>	15,36	14,91	14,46
Расход флегмы, кмоль/час	5650	5650	5650	5650	<b>5650</b>	5650	5650	5650
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-227980	-229045	-230098	-231147	<b>-232211</b>	-233409	-234634	-235871
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	2170,465	2170,465	2170,465	2170,47	<b>2170,469</b>	2170,465	2170,465	2170,47
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1575,264	1574,854	1574,579	1574,34	<b>1574,344</b>	1585,947	1596,951	1607,42
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,3778	1,3782	1,3784	1,3786	<b>1,3786</b>	1,3685	1,3591	1,3502
Тепловая нагрузка кипятильника	225157	226305,7	227454,5	228603	<b>229752</b>	230900,8	232049,5	233198
Мольная доля Этанол	0,9998	0,9998	0,9998	0,9998	<b>0,9986</b>	0,9708	0,9426	0,9146
Мольная доля н-Пропанола	0,9460	0,9581	0,9699	0,9813	<b>0,9908</b>	0,9884	0,9841	0,9791
Мольная доля н-Бутанола	0,9097	0,9302	0,9513	0,9726	<b>0,9917</b>	0,9962	0,9978	0,9985



**Рисунок 3.27** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.32).



**Рисунок 3.28** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.32).

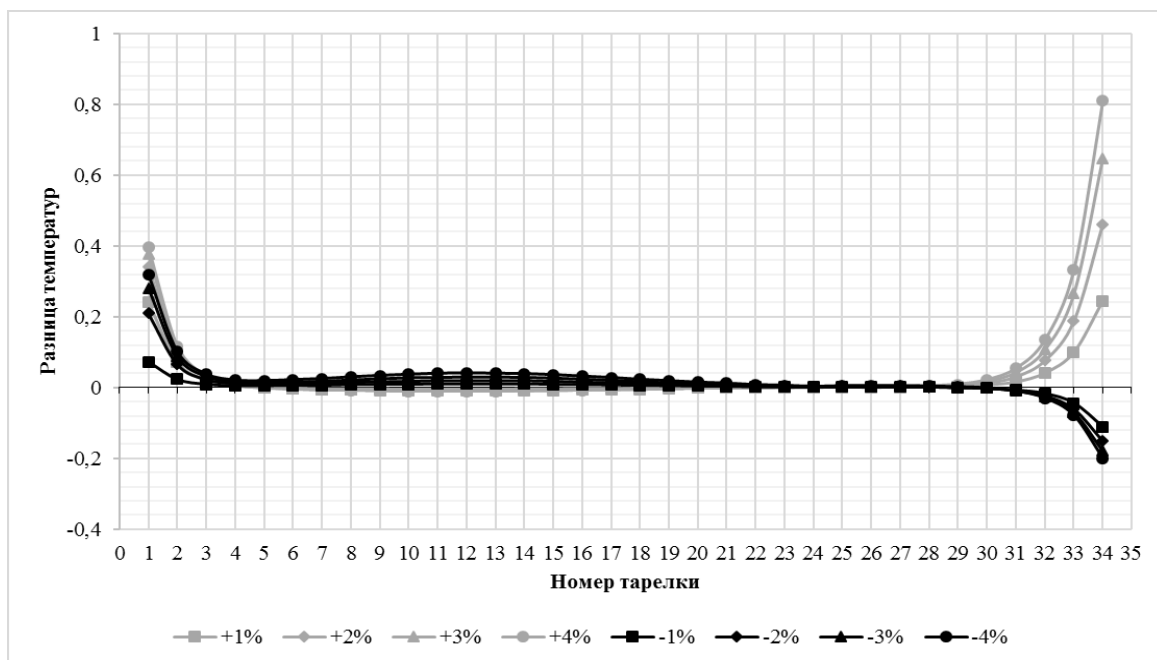


**Рисунок 3.29** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.32).

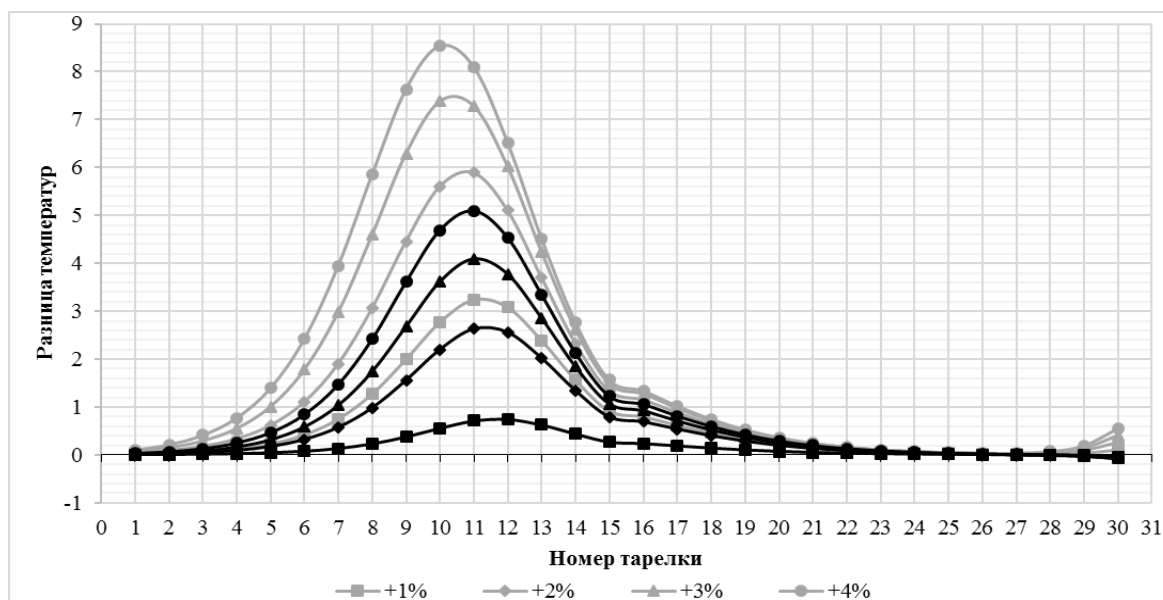
4. Исследование №4 Изменение температурного профиля колонн при разделении основного состава с изменением расхода бокового отбора (шаг  $\pm 0,5\%$ ). При этом расход флегмы и тепловая нагрузка кипятильника третьей колонны зафиксированы.

**Таблица 3.33** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой при изменении расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны

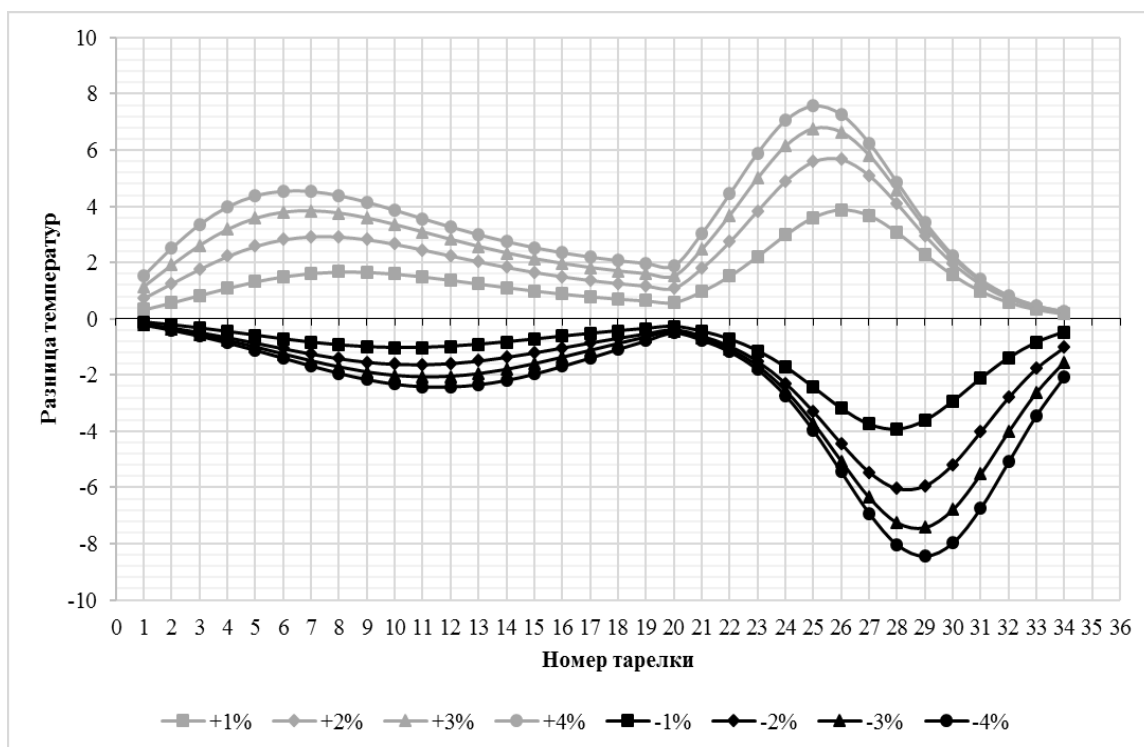
Состав	-4%	-3%	-2%	-1%	<b>0% изменение расхода бокового отбора</b>	+1%	+2%	+3%	+4%
Флегмовое число	15,76	15,78	15,79	15,81	<b>15,82</b>	15,79	15,75	15,71	15,67
Расход флегмы, кмоль/час	5650	5650	5650	5650	<b>5650</b>	5650	5650	5650	5650
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-232338	-232301	-232262	-232224	<b>-232211</b>	-232273	-232374	-232479	-232585
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	2083,6502	2105,3549	2127,0596	2148,7643	<b>2170,469</b>	2192,1736	2213,878	2235,583	2257,288
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1664,275	1642,041	1619,689	1597,187	<b>1574,344</b>	1550,54	1526,476	1502,488	1478,59
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,2519	1,2821	1,3132	1,3453	<b>1,3786</b>	1,4138	1,4503	1,4879	1,5266
Тепловая нагрузка кипятильника	229752	229752	229752	229752	<b>229752</b>	229752	229752	229752	229752
Мольная доля Этанол	0,9959	0,9967	0,9976	0,9984	<b>0,9986</b>	0,9973	0,9950	0,9925	0,99
Мольная доля н-Пропанола	0,9958	0,9954	0,9948	0,9936	<b>0,9908</b>	0,9834	0,9740	0,9644	0,9549
Мольная доля н-Бутанола	0,9278	0,9445	0,9613	0,9778	<b>0,9917</b>	0,9970	0,9982	0,9987	0,9990



**Рисунок 3.30** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.33).



**Рисунок 3.31** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.33).



**Рисунок 3.32** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.33).

Графики, полученные в ходе исследований №2,3,4, показывают, что изменение любого параметра, независимо от двух остальных вызывает наибольший отклик по температурному профилю колонны в одних и тех же областях, таким образом, по изменению температурного профиля колонны в период её работы невозможно определить изменение какого параметра вызвало отклонение в температурном профиле колонны.

Следовательно, необходимо уменьшать число параметров, которые нужно регулировать по изменению температурного профиля. И для одного или двух параметров необходимо искать другие способы регулирования. Самый простой способ это заставить стабилизировать какие-либо параметры.

Анализ таблицы 3.29 показал, что наиболее стабильными являются такие параметры как расход флегмы и тепловая нагрузка кипятильника, так как изменение любого из них вызывает сильные колебания температурного профиля в

нижней секции третьей колонны (положительные и отрицательные отклонения) и несимметричное изменение температурного профиля второй колонны (положительные в нижней части, отрицательные в верхней части). Соответственно, если мы будем стабилизировать один из этих параметров, а другой использовать для регулирования, то оптимально регулировать тепловую нагрузку куба, потому что ниже время задержки на контрольной тарелке с синхронным изменением параметров. Следовательно, необходимо застабилизировать количество флегмы.

Данная задача решается исходя из простейшей системы регулирования. Если бы задача была добиться максимальной энергоэффективности при допустимом усложнении системы регулирования, то можно было бы регулировать количество флегмы по составу дистиллята.

#### 5. Исследование №5

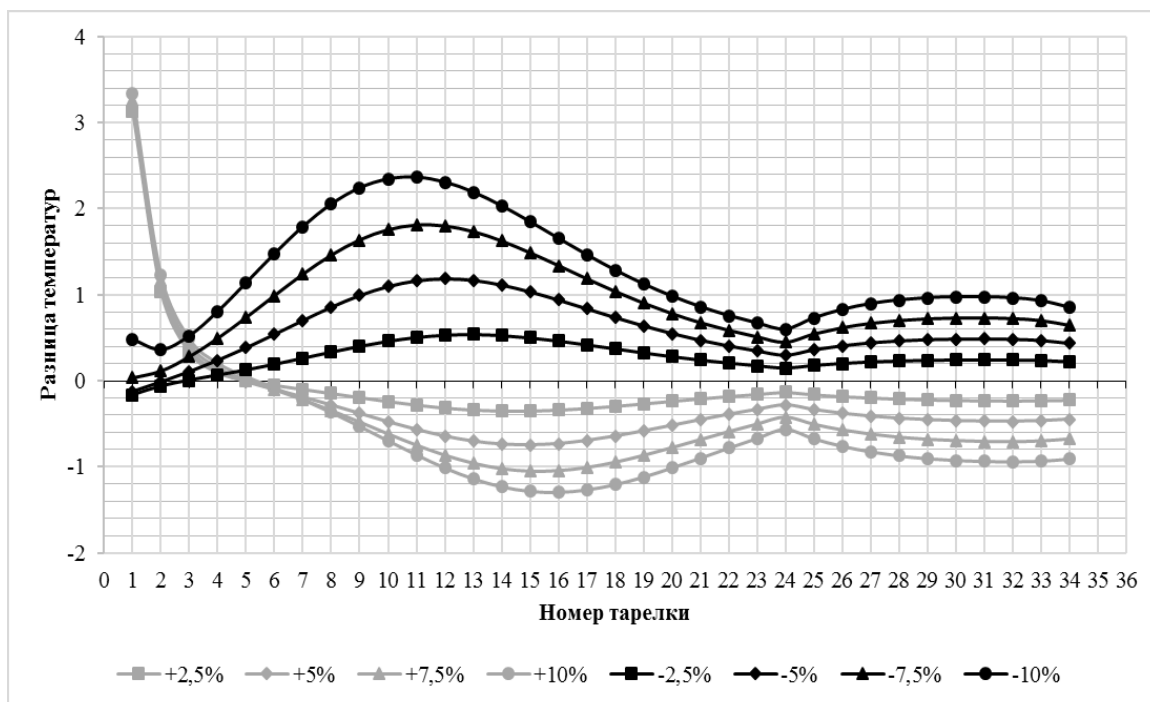
Рассчитываем модель сложной колонны с внутренней разделительной стенкой по центру (рисунок 3.17) при найденных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» равными 0,432 и 1,086, соответственно, для вышеуказанных составов потока питания.

При этом регулирование осуществляется двумя точками контроля по составу (то есть, для спецификации конденсатора второй колонны указывается количество отбора флегмы 5900 кг/час, для спецификации кипятыльника третьей колонны 0,99 мольная доля тяжелого компонента. Чистота бокового отбора регулируются модулем CONT (рисунок 3.17).

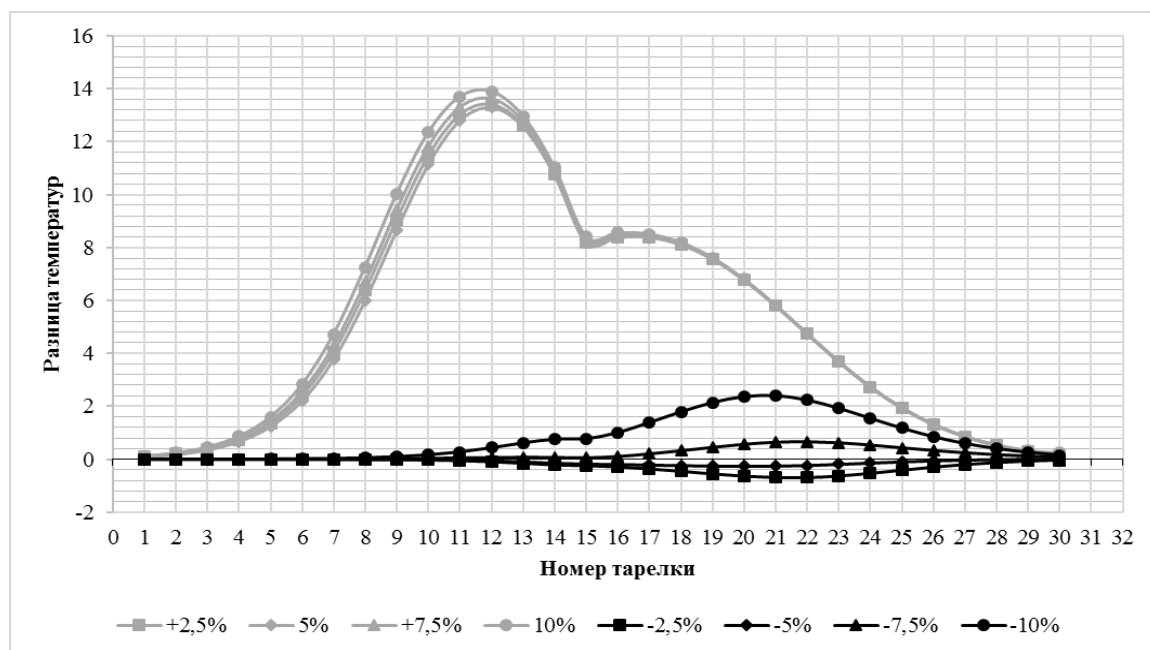
**Таблица 3.34** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой для различных составов потока питания при выбранных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» и при условии регулирования по составу двух продуктов и при фиксированном расходе флегмы (2 точки контроля).

Состав	изменение содержания компонента В				0,1-0,6-0,3	изменение содержания компонента В			
	-10%	-7,5%	-5%	-2,5%		+2,5%	+5%	+7,5%	+10%
Флегмовое число	14,45	15,09	15,77	16,47	<b>16,99</b>	17	17,72	18,45	19,26
Расход флегмы, кмоль/час	5900	5900	5900	5900	<b>5900</b>	5900	5900	5900	5900
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-243823	-243146	-242497	-241884	<b>-241455</b>	-241688	-241124	-240646	-240158
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	1951,01	2005,95	2060,89	2115,846	<b>2170,469</b>	2209	2266	2325	2387
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1958,58	1904,45	1850,16	1795,713	<b>1741,39</b>	1707,05	1649,46	1590,42	1527,85
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	0,9961	1,0532	1,1138	1,1782	<b>1,24640</b>	1,2940	1,3737	1,4618	1,5623
Тепловая нагрузка кипятильника	242084	241237	240415	239627	<b>239025</b>	239087	238333	237647	236938



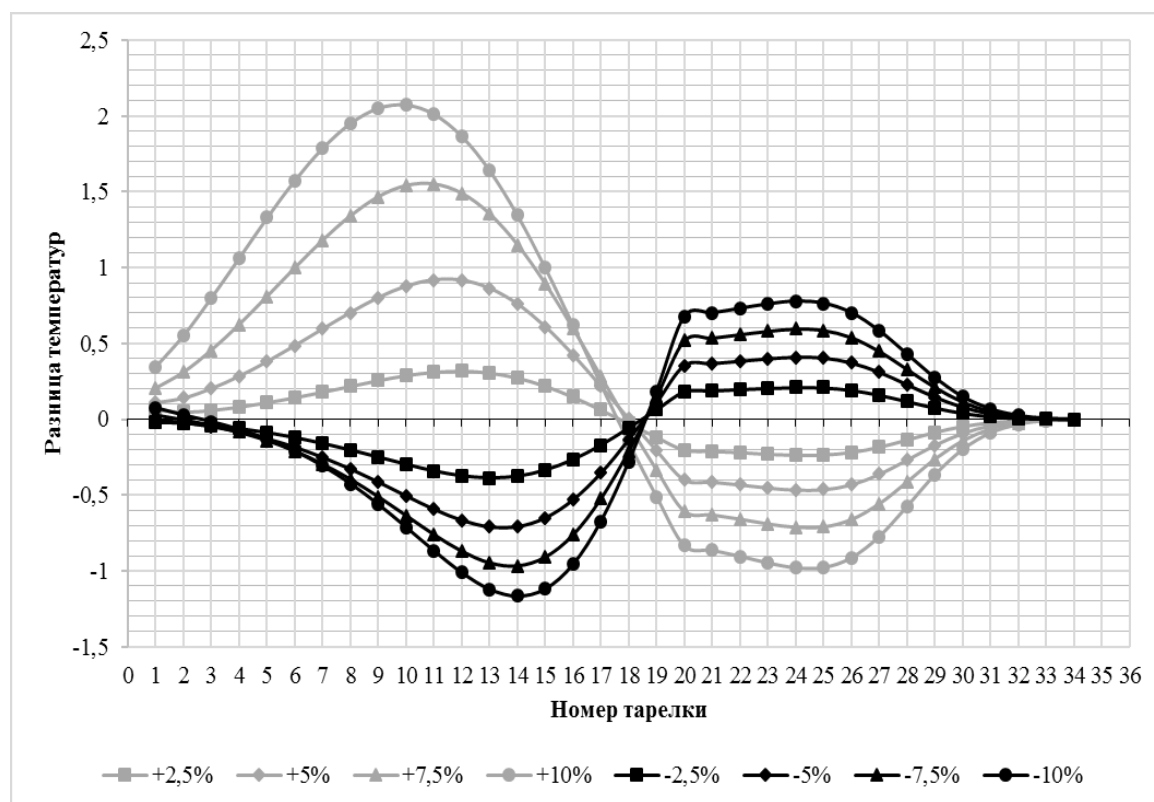


**Рисунок 3.33** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.34) и при фиксированном расходе флегмы.



**Рисунок 3.34** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии

регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.34) и при фиксированном расходе флегмы.

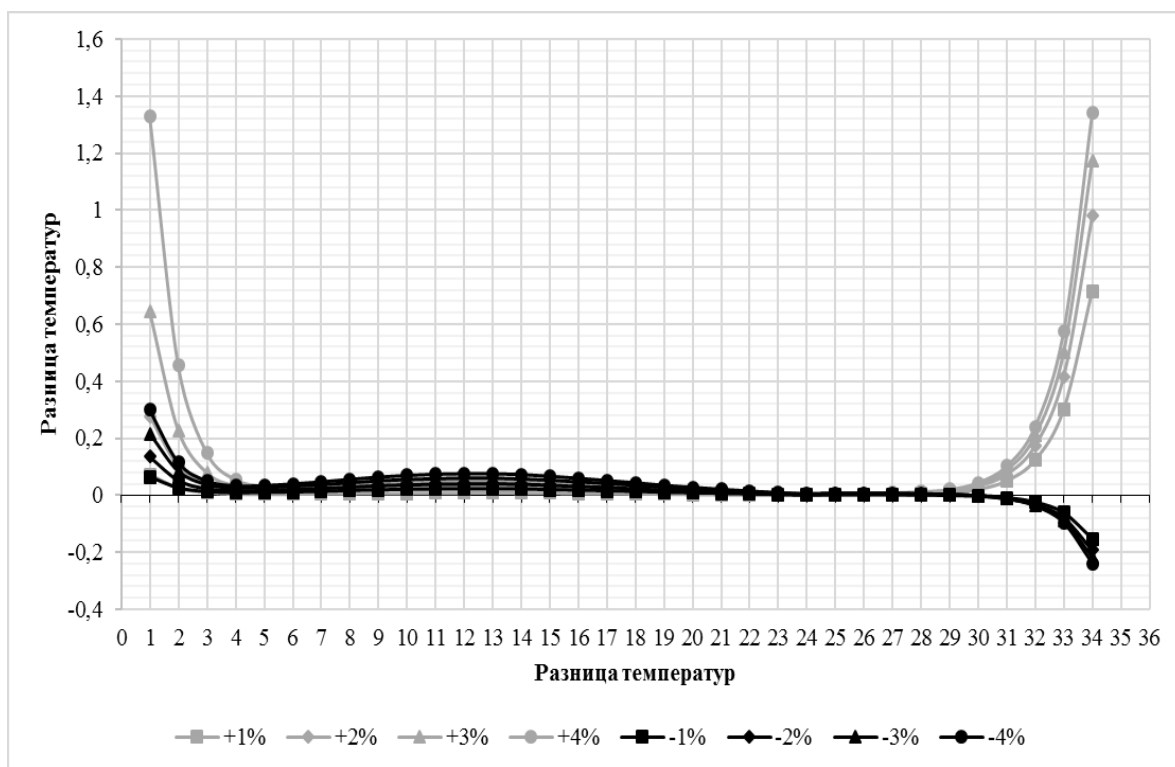


**Рисунок 3.35** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.34) и при фиксированном расходе флегмы.

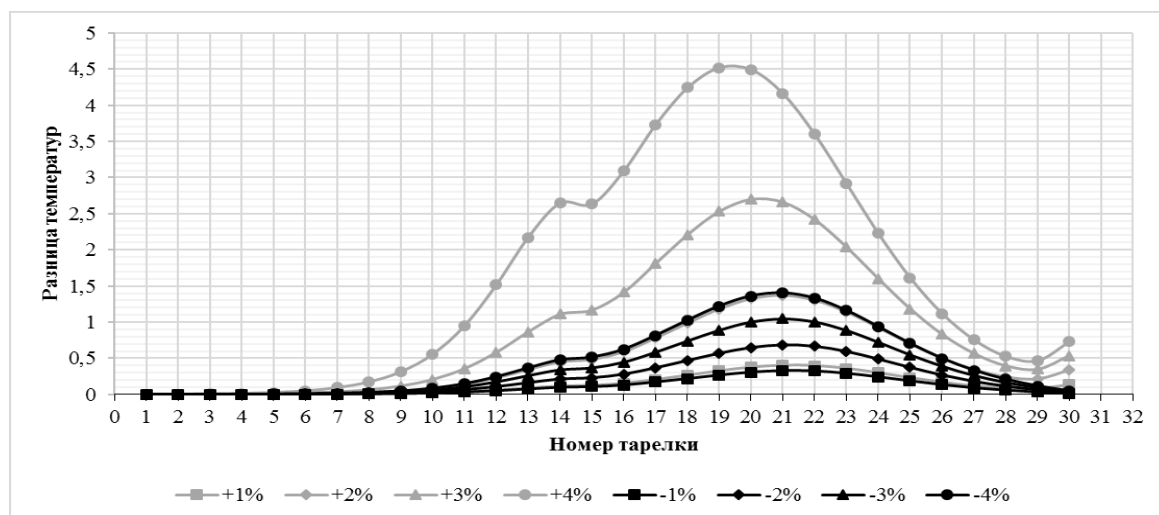
6. Исследование №6 Изменение температурного профиля колонн при разделении основного состава с изменением расхода бокового обора (шаг  $\pm 0,5\%$ ). При этом расход флегмы и тепловая нагрузка кипятильника третьей колонны зафиксированы.

**Таблица 3.35** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой при изменении расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны.

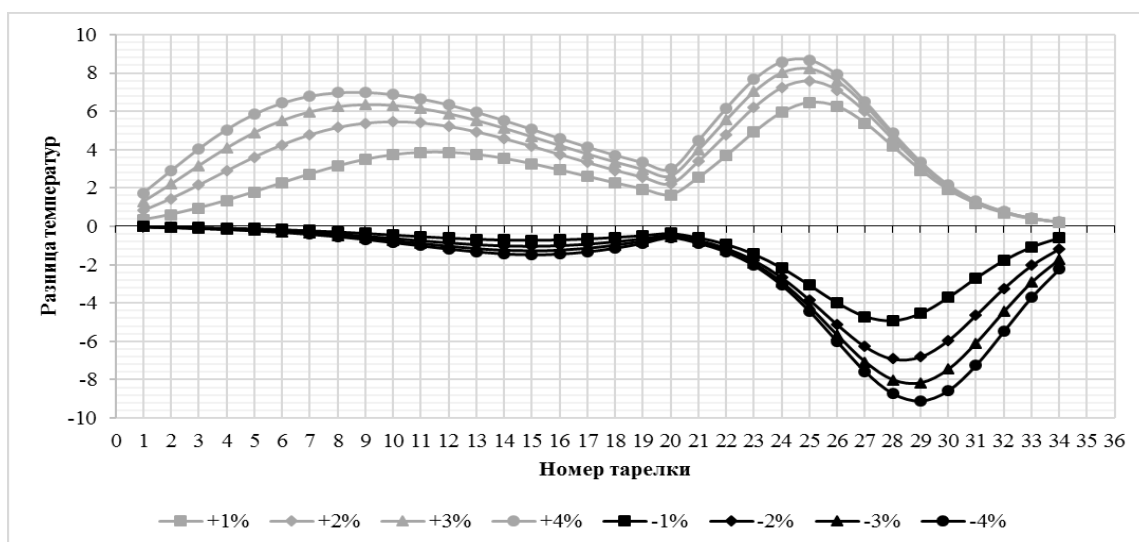
Состав	-4%	-3%	-2%	-1%	<b>0% изменение расхода бокового отбора</b>	+1%	+2%	+3%	+4%
Флегмовое число	16,79	16,83	16,88	16,94	<b>16,99</b>	16,93	16,8	16,67	16,54
Расход флегмы, кмоль/час	5900	5900	5900	5900	<b>5900</b>	5900	5900	5900	5900
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-241620	-241583	-241542	-241496	<b>-241455</b>	-241504	-241611	-241718	-241827
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	2083,6502	2105,3549	2127,0596	2148,7643	<b>2170,469</b>	2192,1736	2213,878	2235,583	2257,2877
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	<b>1828,519</b>	1806,766	1785	1763,229	<b>1741,39</b>	1716,77	1691,044	1665,466	1640,057
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,1395	1,1652	1,1916	1,2186	<b>1,2464</b>	1,2769	1,3091	1,3423	1,3763
Тепловая нагрузка кипятильника	239025	239025	239025	239025	<b>239025</b>	239025	239025	239025	239025
Мольная доля Этанол	0,9997	0,9997	0,9998	0,9998	<b>0,9998</b>	0,9998	0,9997	0,9997	0,9996
Мольная доля н-Пропанола	0,9939	0,9934	0,9929	0,9922	<b>0,9915</b>	0,9846	0,9752	0,9657	0,9563
Мольная доля н-Бутанола	0,9236	0,9402	0,9573	0,9748	<b>0,99</b>	0,9987	0,9991	0,9993	0,9994



**Рисунок 3.36** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.35).



**Рисунок 3.37** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.35).

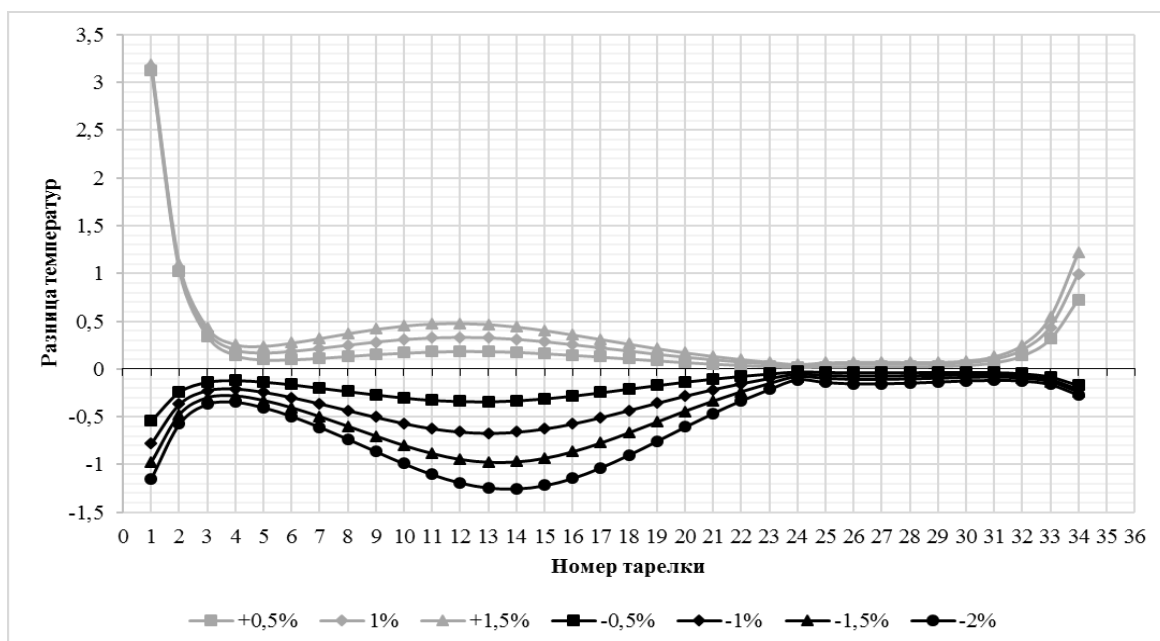


**Рисунок 3.38** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии изменения расхода бокового отбора, но с фиксированными значениями расхода флегмы и тепловой нагрузки кипятильника (таблица 3.35).

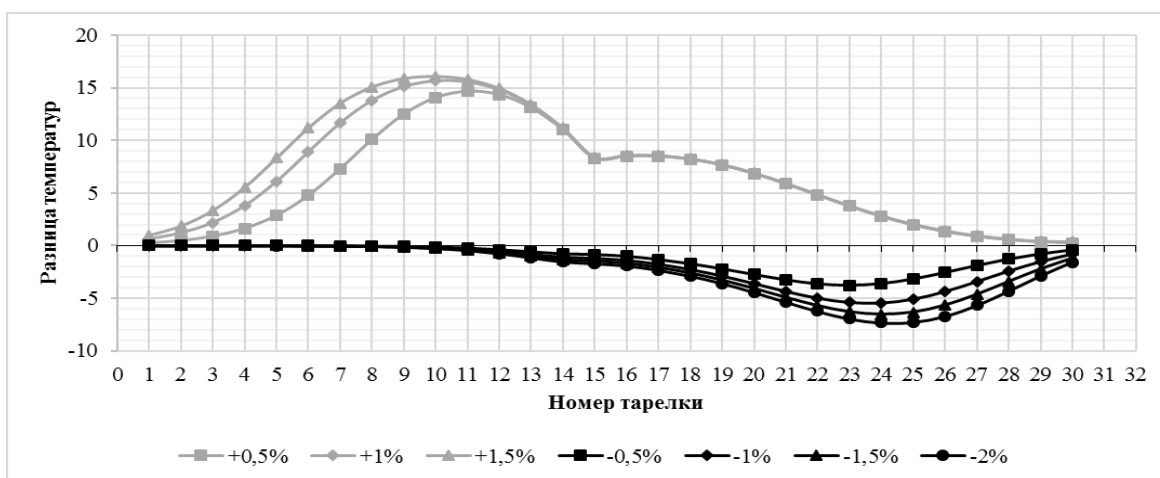
7. Исследование №7 Изменение температурного профиля колонн при разделении основного состава с изменением тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны (шаг  $\pm 0,5\%$ ). При этом расход флегмы и расход бокового отбора зафиксированы.

**Таблица 3.36** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой при изменении тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора.

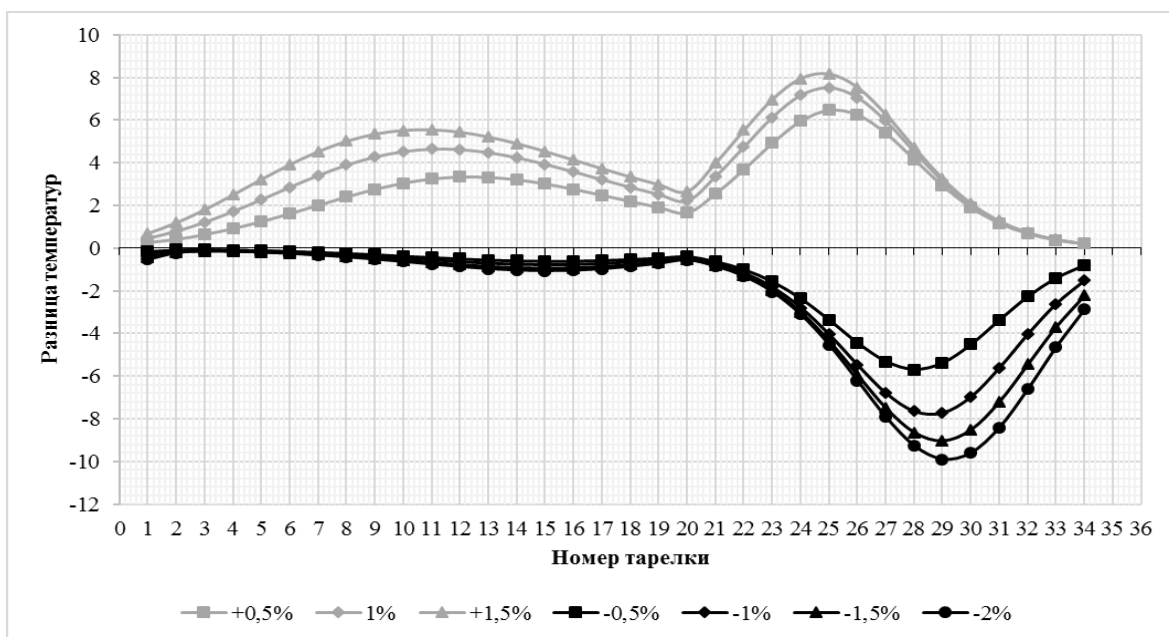
Состав	-2%	-1,5%	-1%	-0,5%	<b>0% изменение тепловой нагрузки кипятильника</b>	+0,5%	+1%	+1,5%
Флегмовое число	25,18	22,45	20,26	18,48	<b>17</b>	16,18	15,7	15,22
Расход флегмы, кмоль/час	5900	5900	5900	5900	<b>5900</b>	5900	5900	5900
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-237088	-238193	-239288	-240373	<b>-241449</b>	-242676	-243961	-245251
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	2170,787	2170,787	2170,787	2170,787	<b>2170,787</b>	2170,787	2170,787	2170,787
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1741,653	1741,302	1741,089	1741,024	<b>1741,026</b>	1748,11	1759,729	1770,909
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,2463	1,2466	1,2467	1,2468	<b>1,2468</b>	1,2417	1,2335	1,2258
Тепловая нагрузка кипятильника	234244,5	235439,6	236634,8	237829,88	<b>239025</b>	240220,1	241415,3	242610,375
Мольная доля Этанол	0,9998	0,9998	0,9998	0,9998	<b>0,9998</b>	0,9812	0,9523	0,9236
Мольная доля н-Пропанола	0,9411	0,9540	0,9668	0,9793	<b>0,9915</b>	0,9912	0,9863	0,9810
Мольная доля н-Бутанола	0,9021	0,9237	0,9462	0,9693	<b>0,99</b>	0,9987	0,9991	0,9992



**Рисунок 3.39** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.36).



**Рисунок 3.40** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.36).



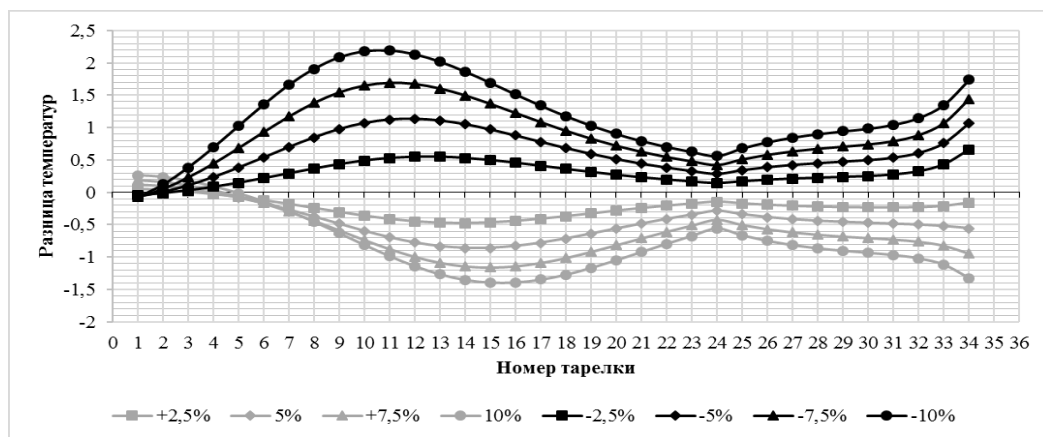
**Рисунок 3.41** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии изменения тепловой нагрузки кипятильника, но с фиксированными значениями расхода флегмы и расхода бокового отбора (таблица 3.36).

8. Исследование №8 Рассчитываем модель сложной колонны с внутренней разделительной стенкой по центру (рисунок 3.17) при найденных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» равными 0,432 и 1,086, соответственно, для вышеуказанных составов потока питания. При этом регулирование осуществляется двумя точками контроля по составу (то есть, для спецификации конденсатора второй колонны указывается 0,99 мольная доля легкого компонента, для спецификации кипятильника третьей колонны тепловая нагрузка кипятильника 242084 МДж/час. (таблица 3.34). Чистота бокового отбора регулируются модулем CONT (рисунок 3.17).

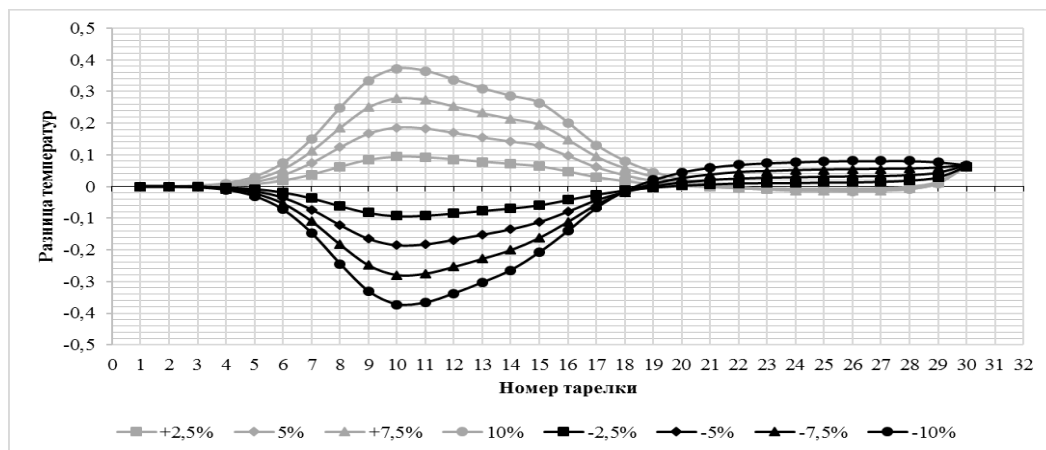


**Таблица 3.37** Технологические параметры сложной колонны с внутренней разделительной стенкой для различных составов потока питания при выбранных значениях «liquid ratio» и «vapor ratio» и при условии регулирования по составу двух продуктов и при фиксированном тепловой нагрузкой кипятильника третьей колонны (2 точки контроля).

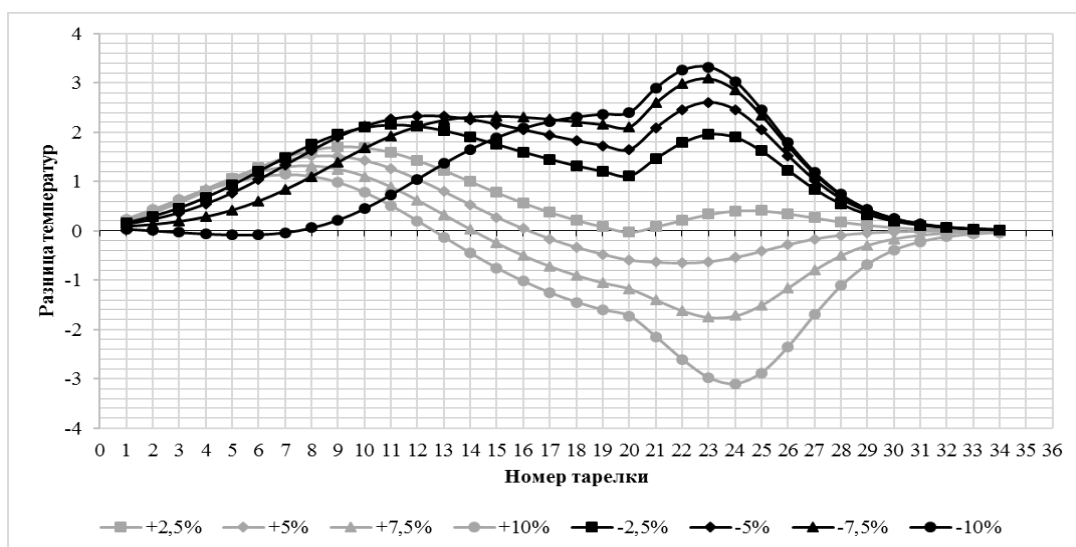
Состав	изменение содержания компонента В				0,1-0,6-0,3	изменение содержания компонента В			
	-10%	-7,5%	-5%	-2,5%		+2,5%	+5%	+7,5%	+10%
Флегмовое число	14,13	14,66	15,22	15,83	<b>16,48</b>	17,18	17,94	18,76	19,66
Расход флегмы, кмоль/час	5884,41	5902,7	5921,13	5939,49	<b>5956,86</b>	5976,4	5994,91	6013,47	6032,01
Тепловая нагрузка дефлегматора, МДж/час	-243816	-243994	-244177	-244357	<b>-244499</b>	-244726	-244913	-245101	-245290
Расход бокового отбора (отбираемой жидкости)	1958,90 5	2013,584	2068,262	2122,89	<b>2167,345</b>	2183,169	2199,966	2217,457	2235,517
Расход потока который идет из делителя в колонну три, кмоль/час	1944,37 8	1902,066	1859,752	1817,538	<b>1786,345</b>	1782,032	1777,579	1772,509	1766,849
Соотношение отбираемой жидкости к тому что идет в колонну 3	1,0074	1,0586	1,1121	1,1680	<b>1,2132</b>	1,2251	1,2376	1,2510	1,2652
Тепловая нагрузка кипятильника	242084	242084	242084	242084	<b>242084</b>	242084	242084	242084	242084



**Рисунок 3.42** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны I (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.38) и при фиксированном значении тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны.



**Рисунок 3.43** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны II (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.38) и при фиксированном значении тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны.



**Рисунок 3.44** Потарельчатая разница температур между основным и последующими составами для колонны III (рисунок 3.17) при условии регулирования по составу двух продуктов (таблица 3.38) и при фиксированном значении тепловой нагрузки кипятильника третьей колонны.

На основе выводов исследований №2-4 и проанализировав полученные графики исследований №5-8, выяснилось, что если мы зафиксируем тепловую нагрузку куба или расход флегмы, то соответствующие параметры (расход флегмы или тепловая нагрузка куба) меняется слабо в пределах двух процентов. Но если производить расчет, поставив заведомо большие значения расхода флегмы и тепловой нагрузки куба, считая, что они заведомо обеспечат разделение любого состава, и при этом регулировать только боковой отбор, то оказывается, что мы требуемого достичь не можем, так как для крайних составов все равно требуется регулировать расход флегмы или тепловую нагрузку кипятильника.

Также было определено, что при изменении любого из параметров (тепловая нагрузка кипятильника, расход бокового отбора, расход флегмы) температурный профиль колонны реагирует практически одинаковым образом. Это делает невозможным регулирование с помощью температурного профиля колонна более одного параметра.

Наиболее чувствительная область температурного профиля как с положительным, так и с отрицательным колебанием параметров находится в

нижней части третьей колонны. Следовательно, для уменьшения времени задержки (для уменьшения инерционности системы) между изменением параметра и получения отклика в профиле, регулировать по температурному профилю можно либо тепловую нагрузку кипятильника, либо расход бокового отбора.

Анализ поведения колонн при изменении состава и при колебании параметров показал, что для получения продукта заданного качества требуется относительно малая коррекция количества расхода флегмы, но при этом происходит изменение флегмового числа в большом диапазоне. Следовательно, использовать флегмовое число для регулирования заданного состава дистиллята будет затруднительно и более целесообразно или регулировать количество орошения по составу дистиллята или зафиксировать количество орошения на уровне обеспечивающим получение дистиллята требуемой чистоты при любых изменениях состава питания.

Для бокового отбора ухудшение состава по целевому компоненту может быть вызвано как увеличением высококипящей примеси, так и увеличением низкокипящей примеси, таким образом для использования состава бокового отбора как параметра регулирования нужен сложный расчет с учётом полного состава бокового отбора.

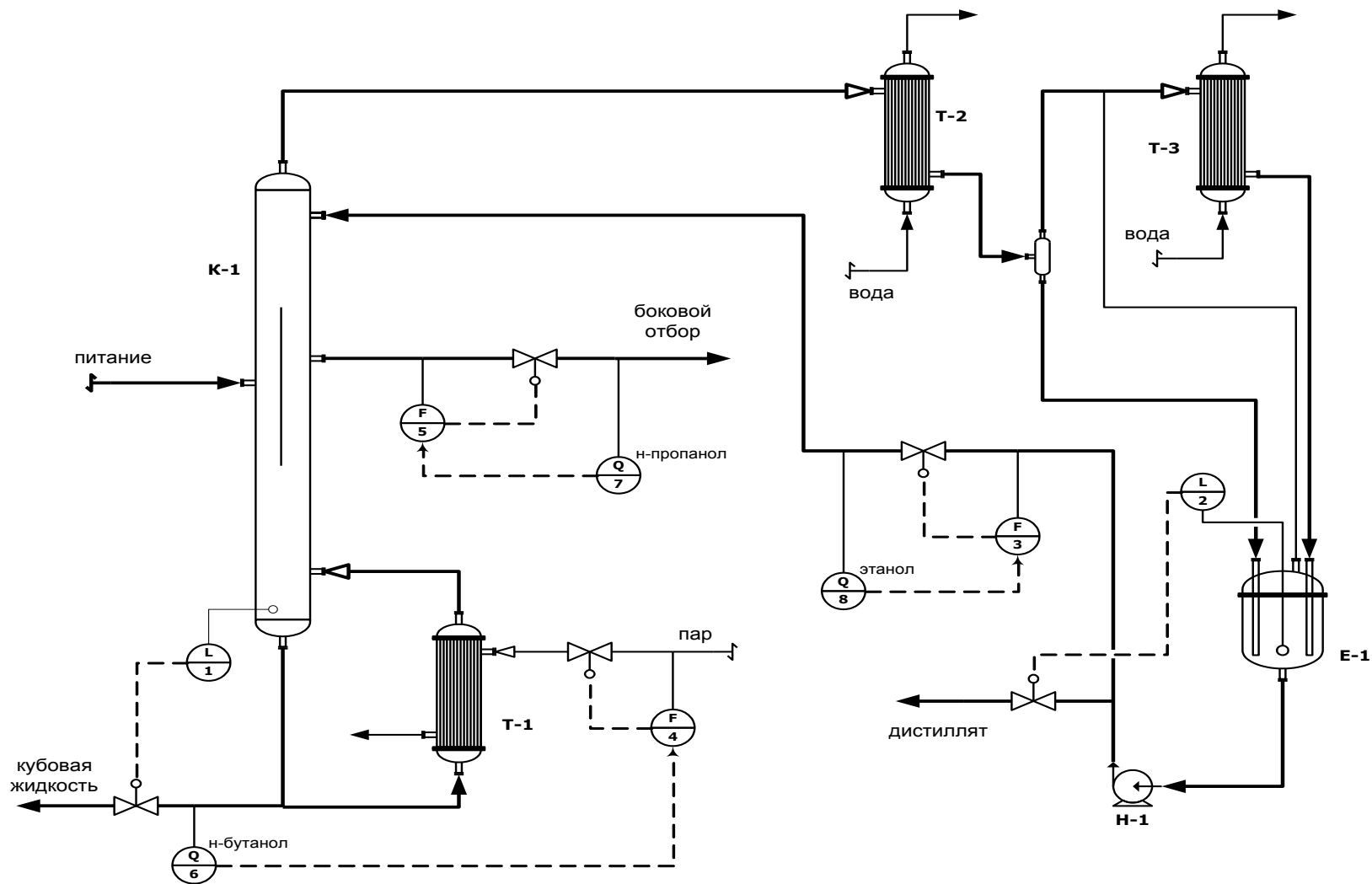
Тепловая нагрузка куба обеспечивается подачей пара в кипятильник, то есть регулировать тепловую нагрузку куба надо путем изменения подачи пара. Но требуемое количество пара зависит также от параметров самого пара (колебание давление и паросодержания) и от степени загрязнения теплообменного оборудования. Непосредственно измерить количество тепла, переданного жидкости в кубе колонны или количество парового потока продуктов поступающего в нижнюю часть колонны невозможно. Единственный способ регулирования количества греющего пара, подающегося в кипятильник колонны, остается коррекция по составу кубовой жидкости.

Анализ профиля колонн показал, что они меняются практически синхронно в различных частях колонны при изменении всех основных параметров, по которым можно было бы регулировать режим работы колонны. Это изменение состава питания изменение количества флегмы, изменение количества греющего пара в кипятильнике куба колонны, изменение количества бокового отбора. Следовательно, в отличие от простых колонн, на которых выделяют только два продукта (дистиллят и кубовая жидкость), управлять параметрами сложной колонны только на основе регулирования температурного профиля оказывается сложной задачей, не решаемой с помощью простых ПИД-регуляторов.

Самым простым способом регулирования параметров такой колонны оказывается непосредственное регулирование состава трёх отходящих от колонны потоков. Это требует технической сложной реализации (установка быстродействующих анализаторов на потоке, например, применение ИК-спектроскопии), но одновременно это простейший способ управления параметрами колонны.

Выполним моделирование такой системы с помощью моделирующей программы ChemCAD. Компьютерную модель подготовим для работы в динамическом режиме. Это позволит нам оценить работоспособность сложной колонны, ранее рассчитанной на основе моделирования статических режимов.

Таким образом, принимаем следующую схему регулирования параметров работы сложной ректификационной колонны с внутренней разделительной стенкой (рисунок 3.45).



**Рисунок 3.45** Схема регулирования параметров работы сложной колонны с внутренней разделительной стенкой по центру (рисунок 3.17)

### **3.5 Моделирование нестационарных (динамических) режимов работы сложной колонны с внутренней разделительной стенкой с системой автоматического управления**

Одна из задач диссертационной работы – моделирование сложной колонны с внутренней разделительной стенкой в динамическом режиме, с целью демонстрации ее управляемости (исходя из литературных источников, колонны с внутренними разделительными стенками сложно управляемы и чувствительны даже к малейшим возмущениям параметров).

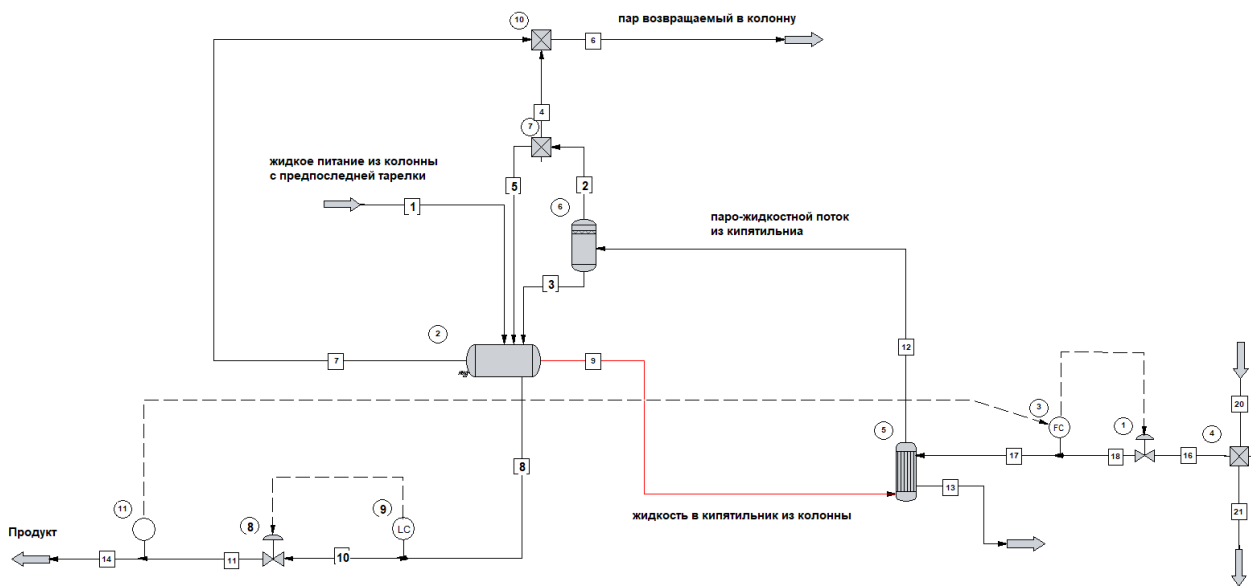
Регулирование параметров входного потока не рассматривается. В общем случае потребовалось бы моделировать регулирование расхода питания колонны и его температуры (если питание подается при температуре, значительно отличающейся от режимных параметров колонны на тарелке питания); возможно, потребовалось бы добавить в динамическую модель оборудование подающее питание (емкость, ректор, теплообменник). В нашем случае система подогрева, дозирования питания, стабилизация давления колонны и температуры флегмы работает с повышенной точностью и быстродействием. Для этого существуют стандартные решения.

Поскольку данная задача – учебно-демонстрационная, то при подборе параметров оборудования используются не отечественные стандарты, а стандарты TEMA class и ASME, без корректировки под стандарты РФ.

#### **3.5.1 Создание динамической модели кубовой части колонны**

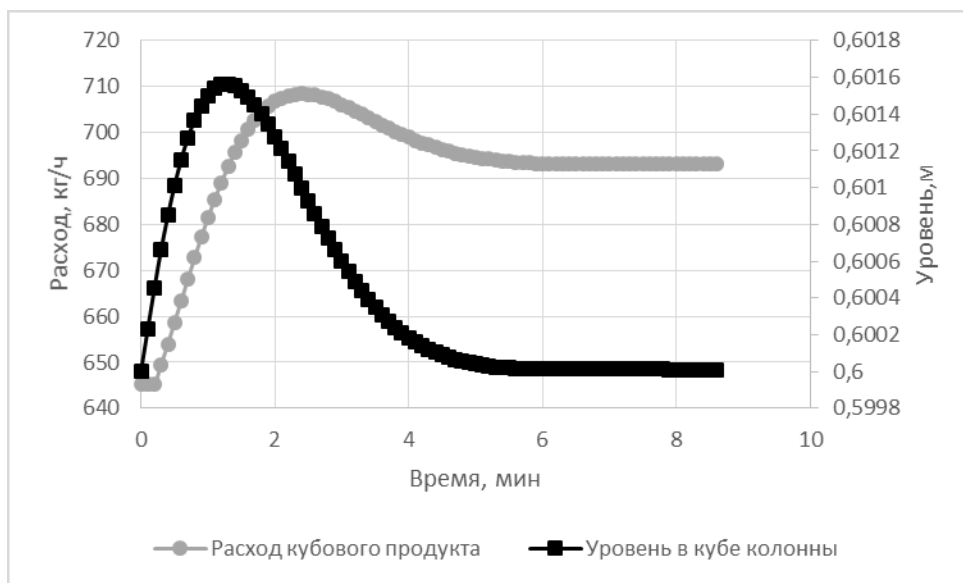
Для моделирования кубовой части ректификационной колонны необходимо на первом этапе вынести кипятильник колонны как отдельный теплообменник и рассчитать его параметры, объемы трубного и межтрубного пространств, а также настроить параметры ПИД-регулятора расхода греющего пара. Расчет теплообменника происходит при условии, что на выходе из него 30% поступающего в него потока кубовой жидкости становится паром.

После этого моделируется динамическая емкость низа колонны (рисунок 3.46), настраиваются параметры ПИД-регулятора уровня жидкости в емкости.



**Рисунок 3.46** Полная модель кубовой части колонны для расчета динамических режимов работы оборудования.

Полученная в итоге компьютерная модель удовлетворительно справляется с регулированием уровня жидкости в кубе колонны и расхода потока кубового продукта (рисунок 3.47)



**Рисунок 3.47** Результат моделирования после определения параметров ПИД-регулятора



Регулирование состава потока кубового продукта будет осуществляться позже, при условии сборки полной динамической модели ректификационной колонны.

### **3.5.2 Создание динамической модели системы конденсации**

Для системы конденсации, отбора дистиллята и подачи флегмы нами был введен ряд упрощений:

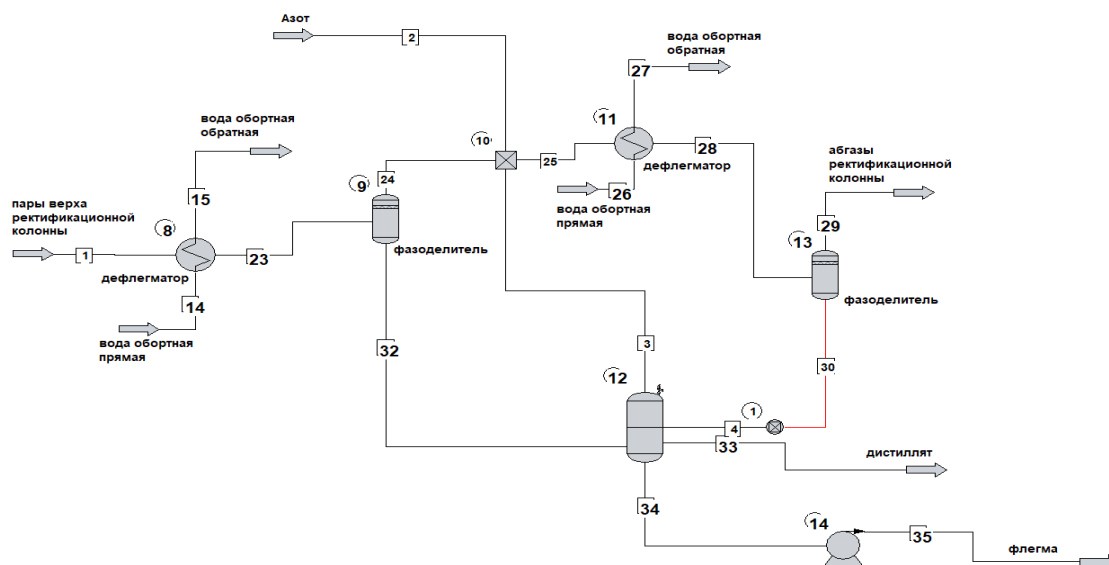
1. Поскольку в условия демонстрационной задачи нами были заложены относительно небольшие колебания концентраций исходного состава ( $\pm 10\%$  по компоненту В, соотношение А/С постоянно), мы можем рассматривать систему из двух конденсаторов. Один из них конденсирует большую часть потока, и, соответственно, температура в нем стабилизируется в силу физико-химических особенностей, а второй конденсатор «доконденсирует» остатки потока при условии подачи хладагента, которого заведомо хватает на конденсацию всего оставшегося потока.
2. Уровень во флегмовое емкости моделироваться в динамическом режиме в нашем случае не будет, так как, во-первых, существуют стандартные решения, во-вторых, моделирование данной системы не является определяющей при работоспособности колонны.
3. Давление верха колонны поддерживается и регулируется стандартной системой оперативно и точно (способы управления давлением: поддержание температуры конденсации, чтобы не переохладить систему и не опустить давление; применять азотное дыхание, либо азотную подушку; при наличии абгазов ректификационной колонны управлять их сбросом). В нашей задаче для упрощения системы регулирования мы используем азотное дыхание.
4. Динамическое моделирование флегмового насоса с учетом из эффективности, производительности, модели и т.п. не требуется и, следовательно, не требуется моделировать систему байпаса (для центробежного) или систему обеспечения переменной производительности (для поршневого или другого насоса, действующего по аналогичному принципу).

5. При вынесении конденсатора во внешние модули необходимо уменьшить на 1 тарелку (на бывший кипятильник) высоту колонны. Мы этого не делаем, чтобы оставшаяся тарелка выполняла роль, фактически, теплообменника смешения и для выравнивания потоков верха колонны на равновесные температуру и состав.

Принятые допущения позволяют упростить нашу задачу при моделировании в динамических режимах и сконцентрировать внимание на управлении сложной колонны с внутренними разделительными стенками. Динамическое моделирование является не целью данной работы или работы технолога, а только средством, чтобы убедиться в работоспособности созданной технологической схемы и системы управления ее параметрами

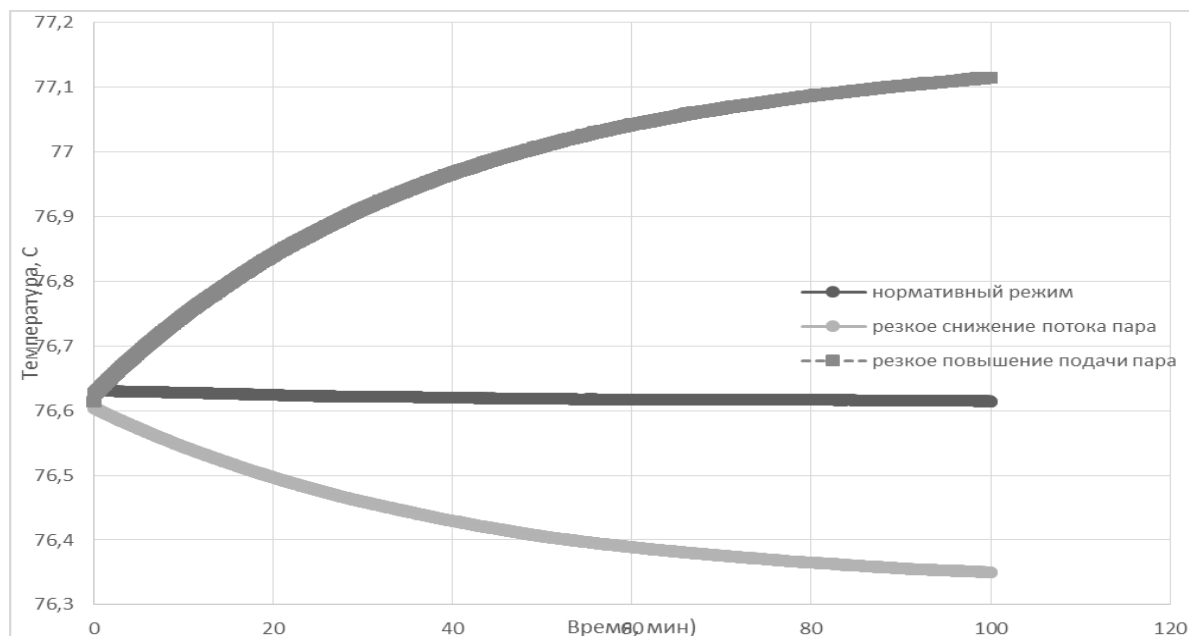
Конечно, все эти упрощения снижают точность моделирования как единой технологической схемы, но для решения демонстрационной задачи, мы считаем эти упрощения допустимыми.

На первом этапе необходимо смоделировать и проверить работоспособность системы конденсации ректификационной колонны в статическом режиме для нормативного (базового) и двух крайних составов с максимальными отклонениями по расходу потока пара. (рисунок 3.48).



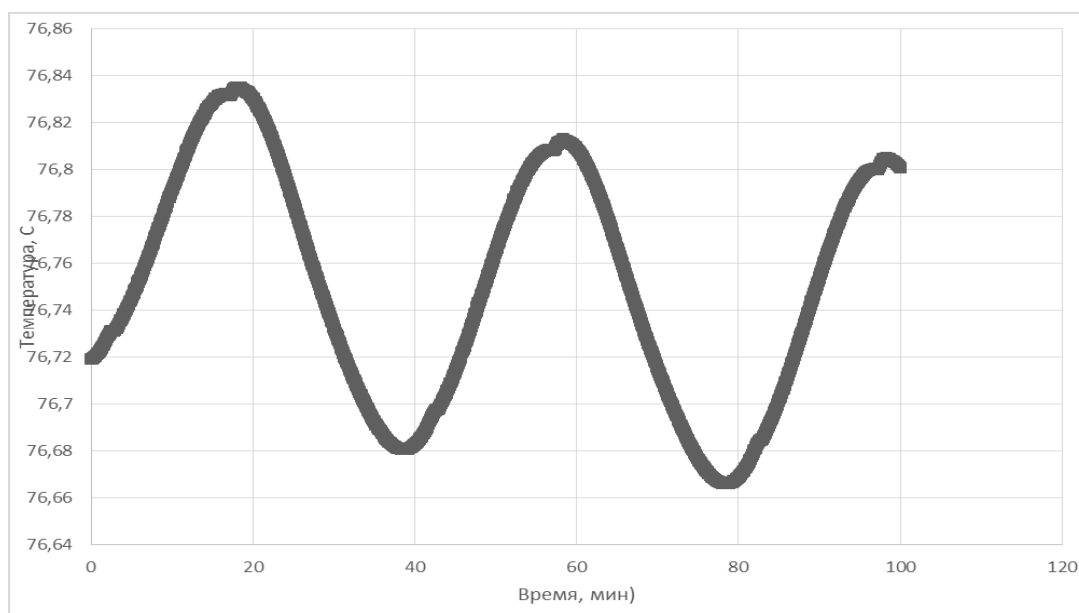
**Рисунок 3.48** Компьютерная модель верха ректификационной колонны с азотным дыханием

На следующем этапе в динамическом режиме вывести систему на стационарные потоки при нормативной, одномоментном снижении, одномоментном повышении подачи потока пара (рисунок 3.49). Для всех трех случаев получен удовлетворительный результат работы системы.



**Рисунок 3.49** Выход на режимные параметры по температуре флегмы

На третьем этапе, как показало моделирование (без использования КИПа на этой схеме, и, собственно, без самой схемы регулирования) в динамическом режиме в условиях колебания (период 60 минут) потока пара, амплитуда колебания температуры потока флегмы (рисунок 3.50) равно 0,142 °C, что является незначительной величиной относительно градиента температур по высоте колонны для одной тарелки – 0,7 °C.



**Рисунок 3.50** Температуры потока флегма в условиях колебания потока пара на входе

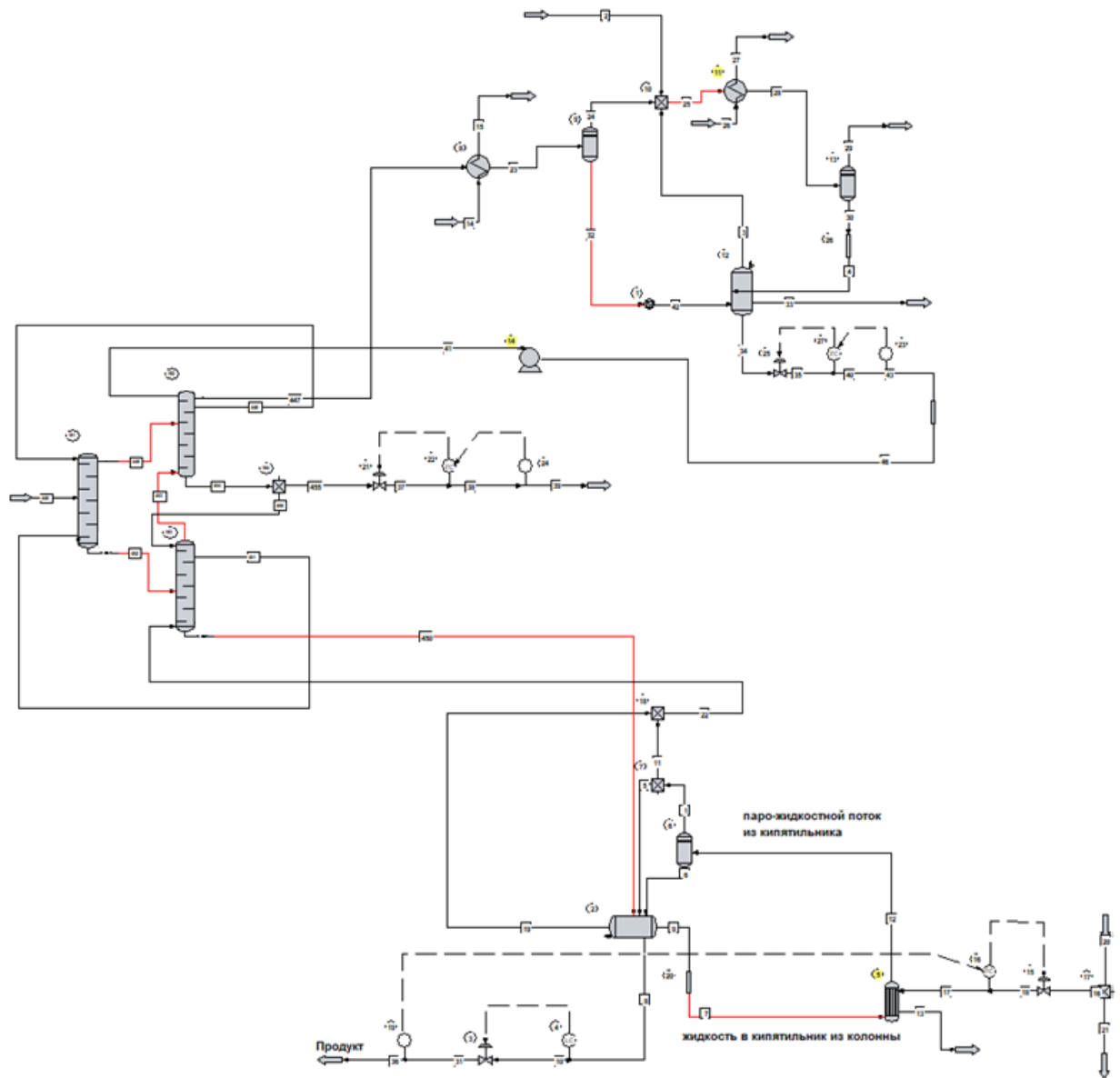
Исходя из задач демонстрационного примера, мы детально моделировать схему управления флегмой и температурой флегмовой емкости не будем, а примем что оптимальная схема позволит отрегулировать все эти параметры достаточно хорошо.

Результаты моделирования показывают, что в целом система конденсации функционирует нормально. Компьютерную модель верха колонны, работающую в динамическом режиме, можно считать завершенной.

Регулирование состава потока дистиллята будет осуществляться позже, при условии сборки полной динамической модели ректификационной колонны.

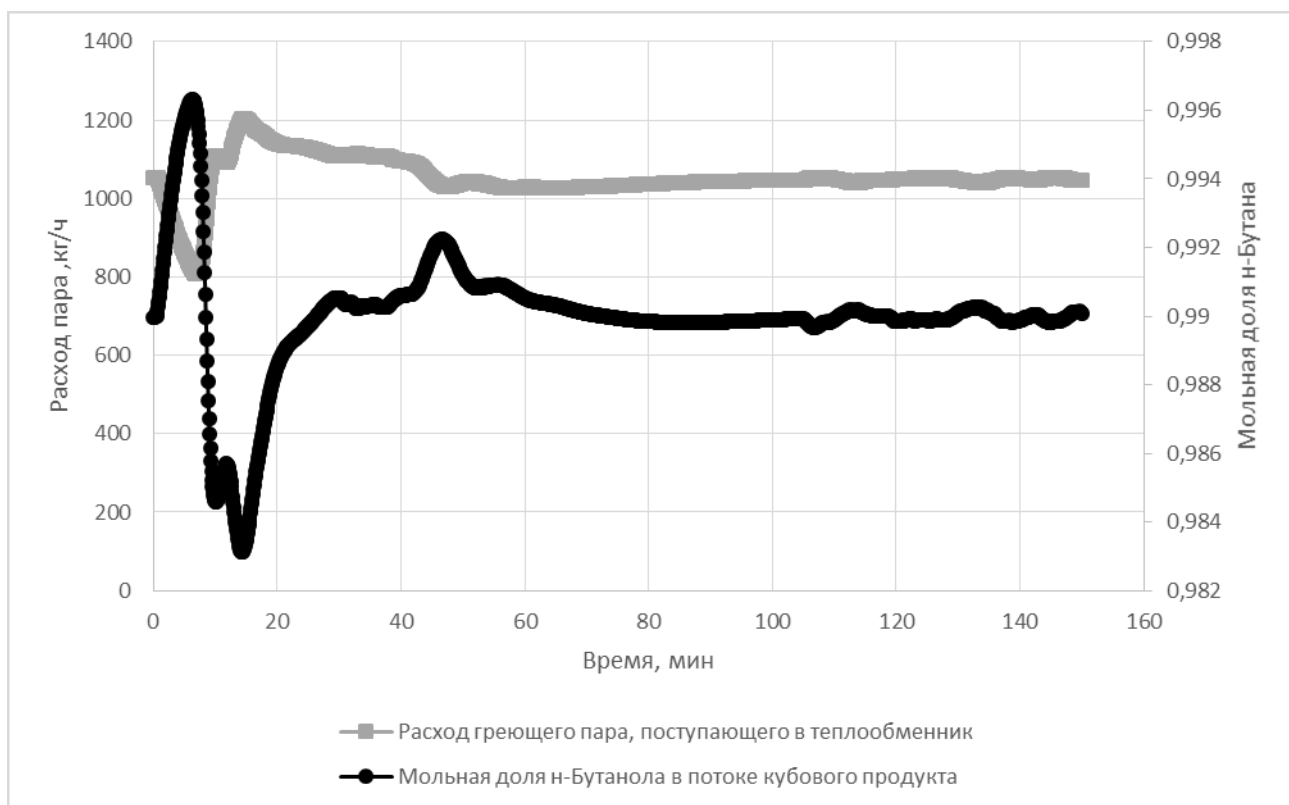
### 3.5.3 Сборка полной динамической модели ректификационной колонны

Сборка полной модели обычно не представляет трудностей (рисунок 3.51). Модель верха и низа колонны готова и выведена на режим. Поскольку было решено регулировать параметры колонны непосредственно регулированием по составу всех трех продуктов, начнем с регулирования потока кубового продукта. Поток дистиллята и бокового отбора не регулируются на данном этапе (ПИД-регуляторы не активны).



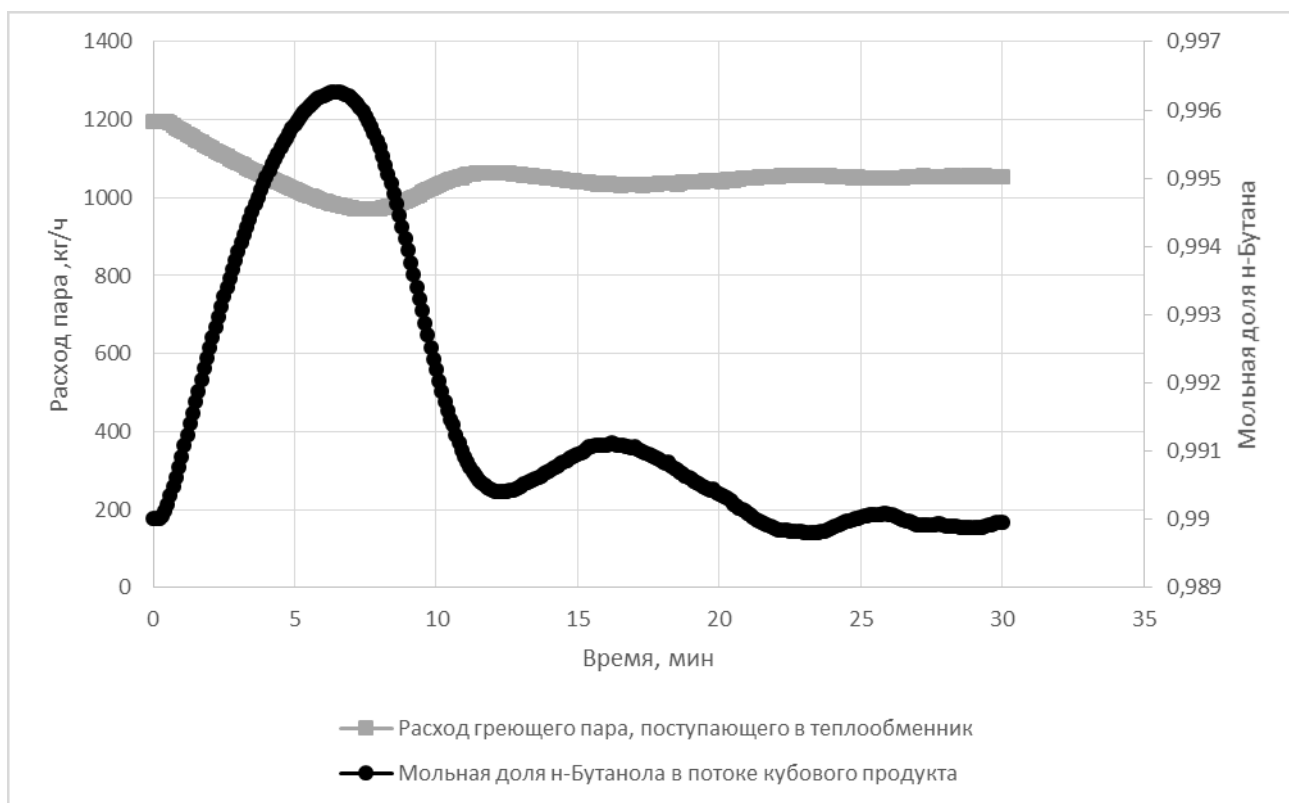
**Рисунок 3.51** Компьютерная модель ректификационной колонны (моделирование динамических режимов работы оборудования)

На первом итерации необходимо настроить параметры ПИД-регулятора, который регулирует расхода греющего пара, поступающего в теплообменник. Регулирование состава кубового продукта осуществляется каскадным управлением через ПИД-регулятор, который регулирует расход греющего пара, путем открытия клапана через второй ПИД-регулятор (рисунок 3.52). Если чистота целевого продукта ухудшится, подачу греющего пара в теплообменник необходимо увеличить и наоборот.



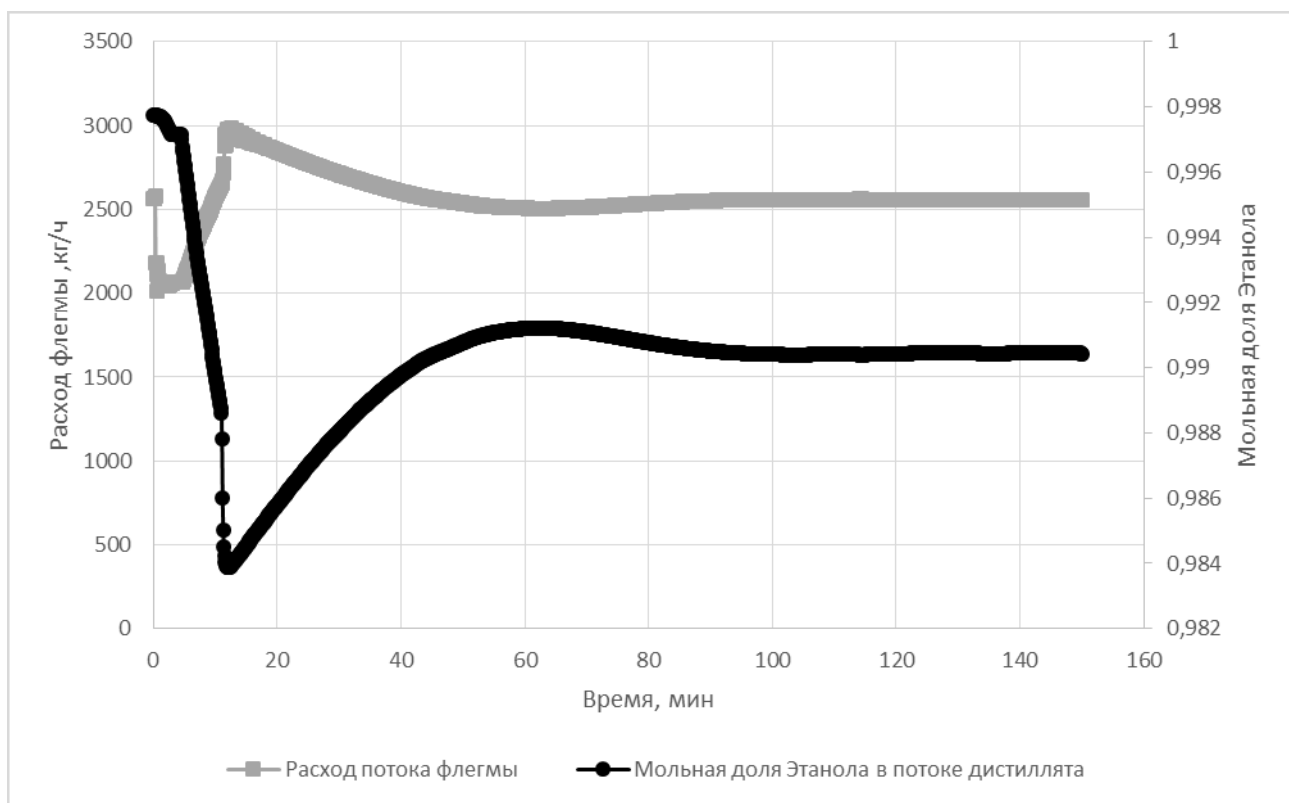
**Рисунок 3.52** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в кубе

Результаты расчета с выбранными параметрами ПИД-регулятора показали, что регулирование в целом удовлетворительное. Выход на режимные параметры происходит примерно через 80 минут. Это говорит о необходимости выполнить вторую итерацию по определению параметров. На рисунке 3.52 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Используя амплитуды начальных периодов, на второй итерации можно получить удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта (рисунок 3.53). Выход на режим осуществляется спустя 20 минут.



**Рисунок 3.53** Результат моделирования на второй итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в кубе

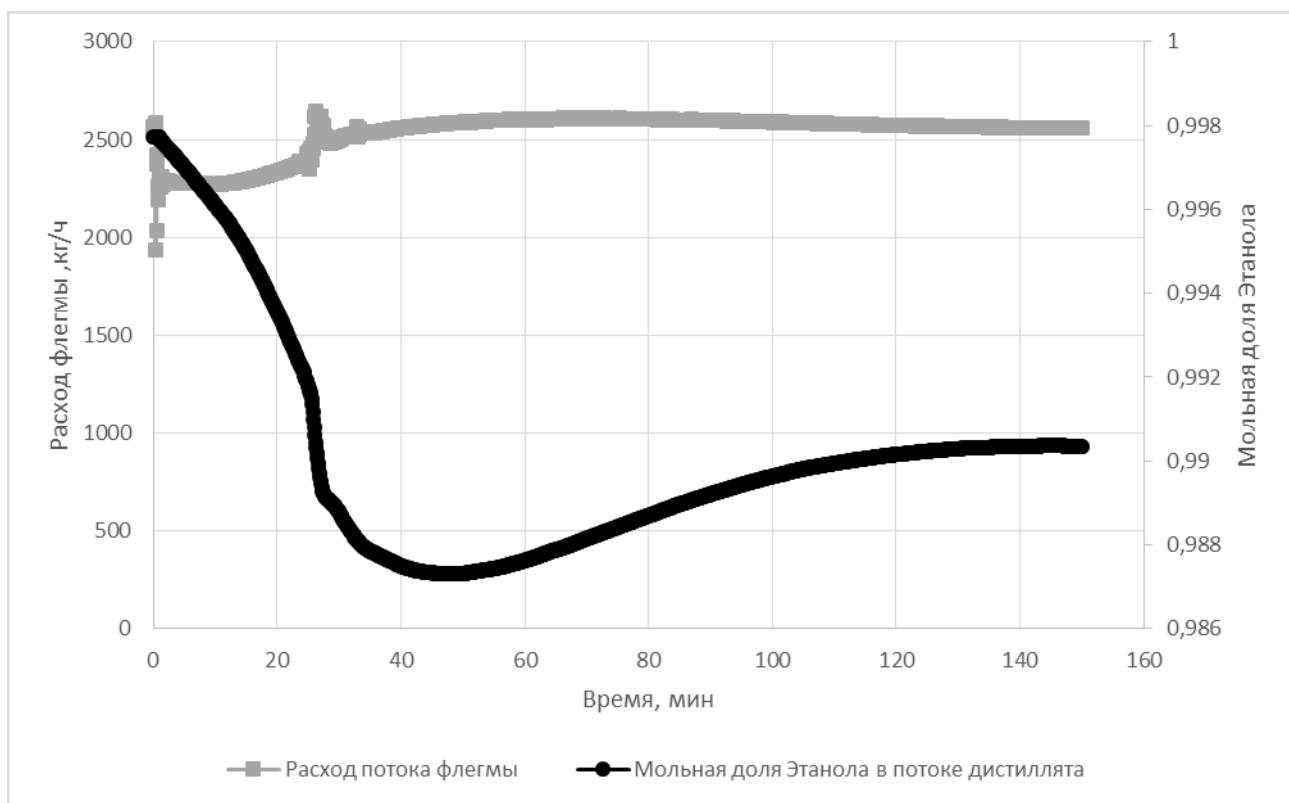
Следующим шагом будет регулирование состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.51). Поток бокового отбора не регулируются на данном этапе (ПИД-регулятор не активен). Здесь также используется каскадное регулирование. На первом итерации необходимо настроить параметры ПИД-регулятора расхода потока флегмы и параметры ПИД-регулятора, который регулирует состав целевого продукта (Этанол) в потоке дистиллята путем регулирования первого ПИД-регулятора (рисунок 3.54). Если чистота целевого продукта ухудшится, поток флегмы необходимо отбирать в большем количестве и наоборот.



**Рисунок 3.54** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте

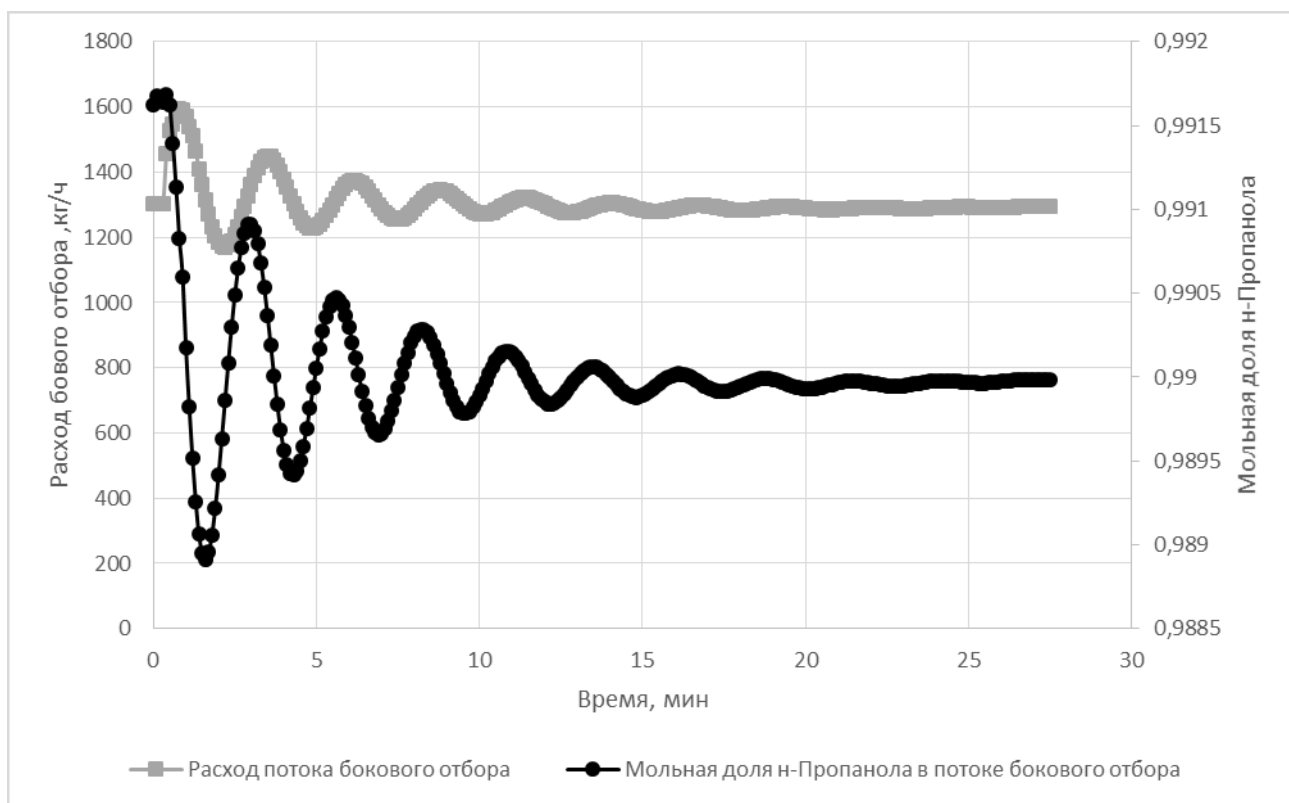
Результаты расчета с выбранными параметрами ПИД-регулятора показали, что регулирование в целом удовлетворительное. Выход на режимные параметры происходит через 80 минут. Это позволяет выполнить вторую итерацию по определению параметров. На рисунке 3.54 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Используя амплитуды начальных периодов, на второй итерации можно получить удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.55). Выход на режим осуществляется спустя 190 минут. Следует обратить внимания на слишком высокую чувствительность регуляторов расхода флегмы.





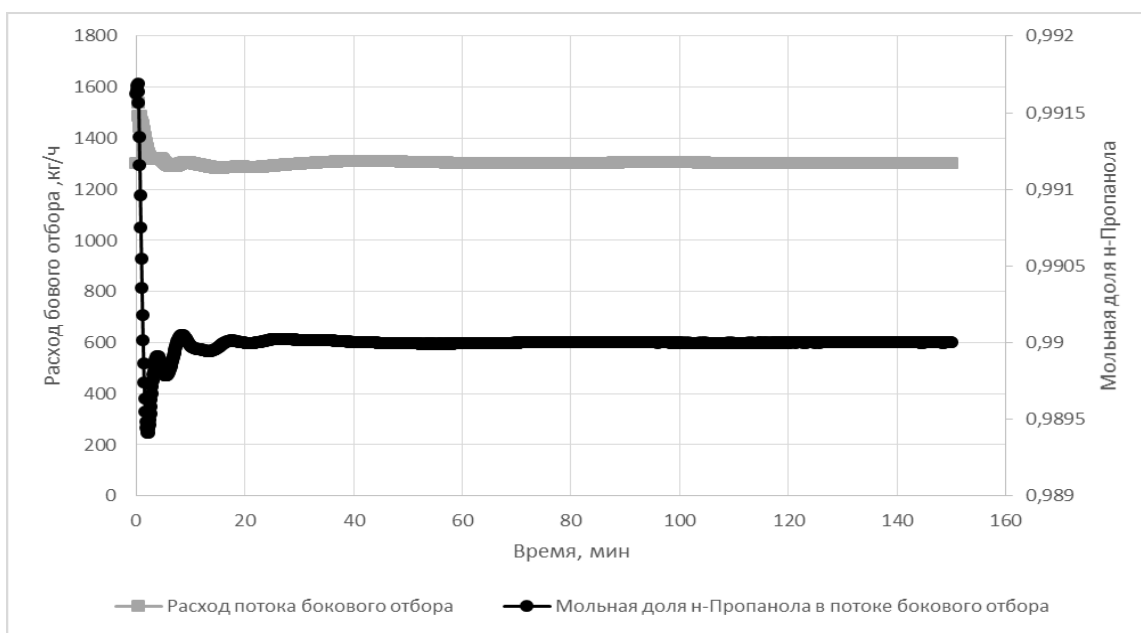
**Рисунок 3.55** Результат моделирования на второй итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте

Следующим шагом будет регулирование состава целевого продукта в боковом отборе (рисунок 3.51). Здесь также используется каскадное регулирование. На первом итерации необходимо настроить параметры ПИД-регулятора количества расхода бокового отбора и параметры ПИД-регулятора, который регулирует состав целевого продукта (н-Пропанол) в потоке дистиллята путем регулирования первого ПИД-регулятора (рисунок 3.56). Если чистота целевого продукта ухудшится, расход бокового отбора необходимо уменьшить и наоборот.



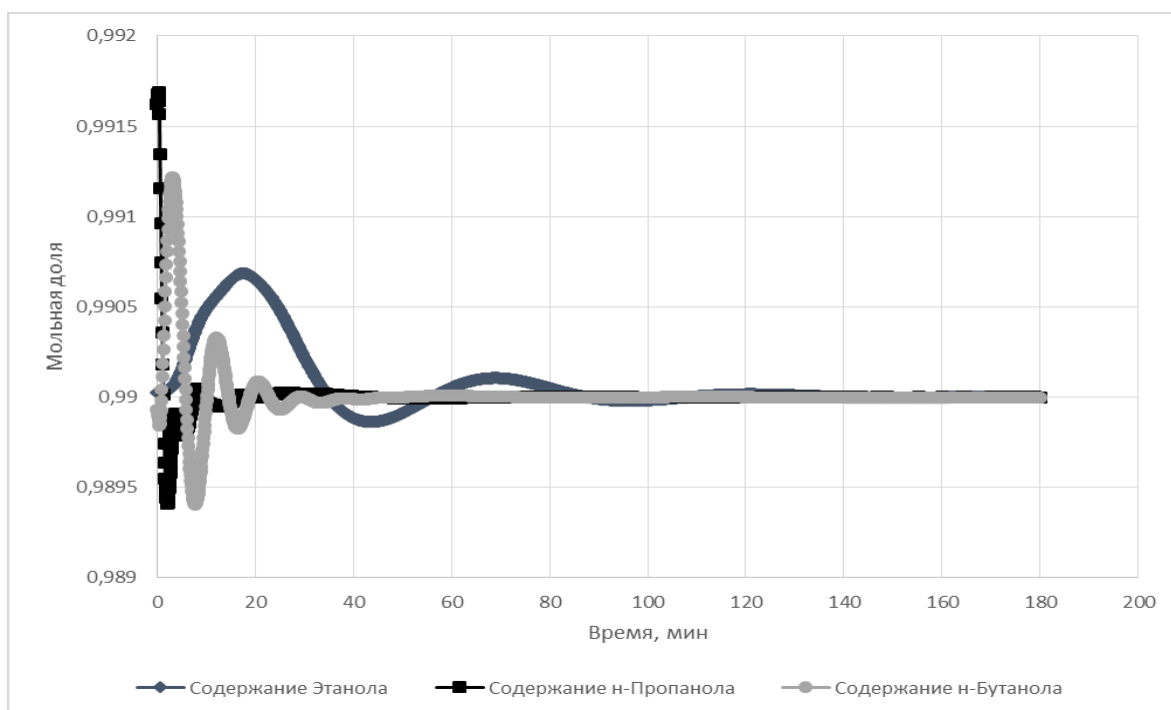
**Рисунок 3.56** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в потоке бокового отбора

Результаты расчета с выбранными параметрами ПИД-регулятора показали, что регулирование в целом удовлетворительное. Выход на режимные параметры происходит через 20 минут. Это позволяет выполнить вторую итерацию по определению параметров. На рисунке 3.56 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Используя амплитуды начальных периодов, на второй итерации можно получить удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.57). Выход на режим осуществляется спустя 20 минут.



**Рисунок 3.57** Результат моделирования на второй итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в потоке бокового отбора

Выведенную на стационарный режим работы ректификационную колонну (рисунок 3.58) запишем как начальные условия для изучения её работы в динамических режимах при колебании состава питания.

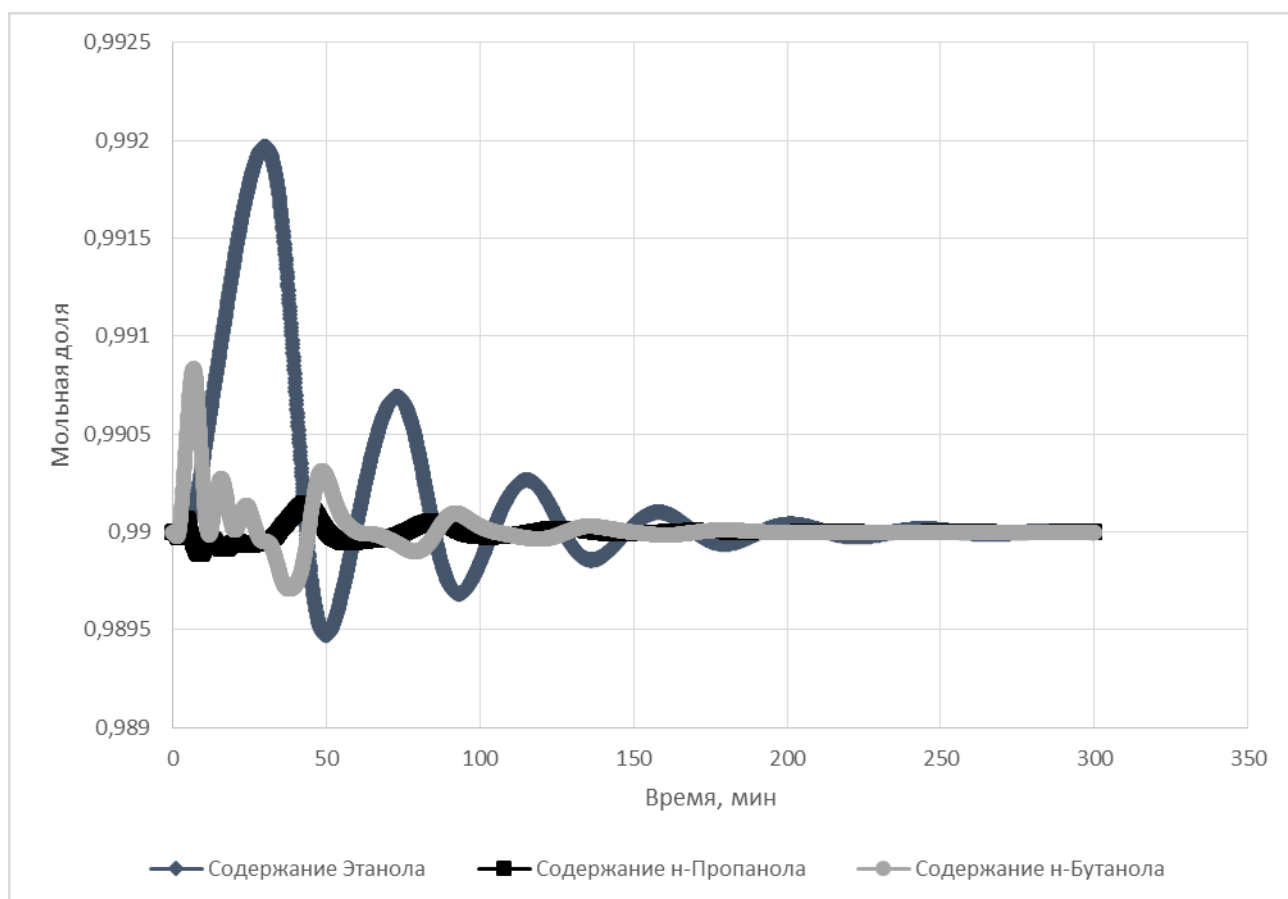


**Рисунок 3.58** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при нормативном составе потока питания

### 3.5.4 Изучение работы колонны в динамических режимах

Теперь можно приступить к расчету собранной колонны в динамических режимах. В условиях нашей демонстрационной задачи был принят интервал изменения содержания компонента В в питании равным  $\pm 4\%$ , а для соотношения компонента А к С интервал колебания значений  $\pm 2\%$ . Задача решалась для трех составах потока питания: базовом (Этанол 0,1 – Пропанол 0,6 – Бутанол 0,3) и двух вариантах с максимальным отклонением состава от базового (0,094–0,63–0,276 и 0,11–0,57–0,32).

1. Для начала оценим реакцию на резкое изменение параметров. Рассмотрим настроенную систему на нормативный состав 0,1 – 0,6 – 0,3 при условии одномоментного изменения входной поток на состав 0,11 – 0,57 – 0,32.



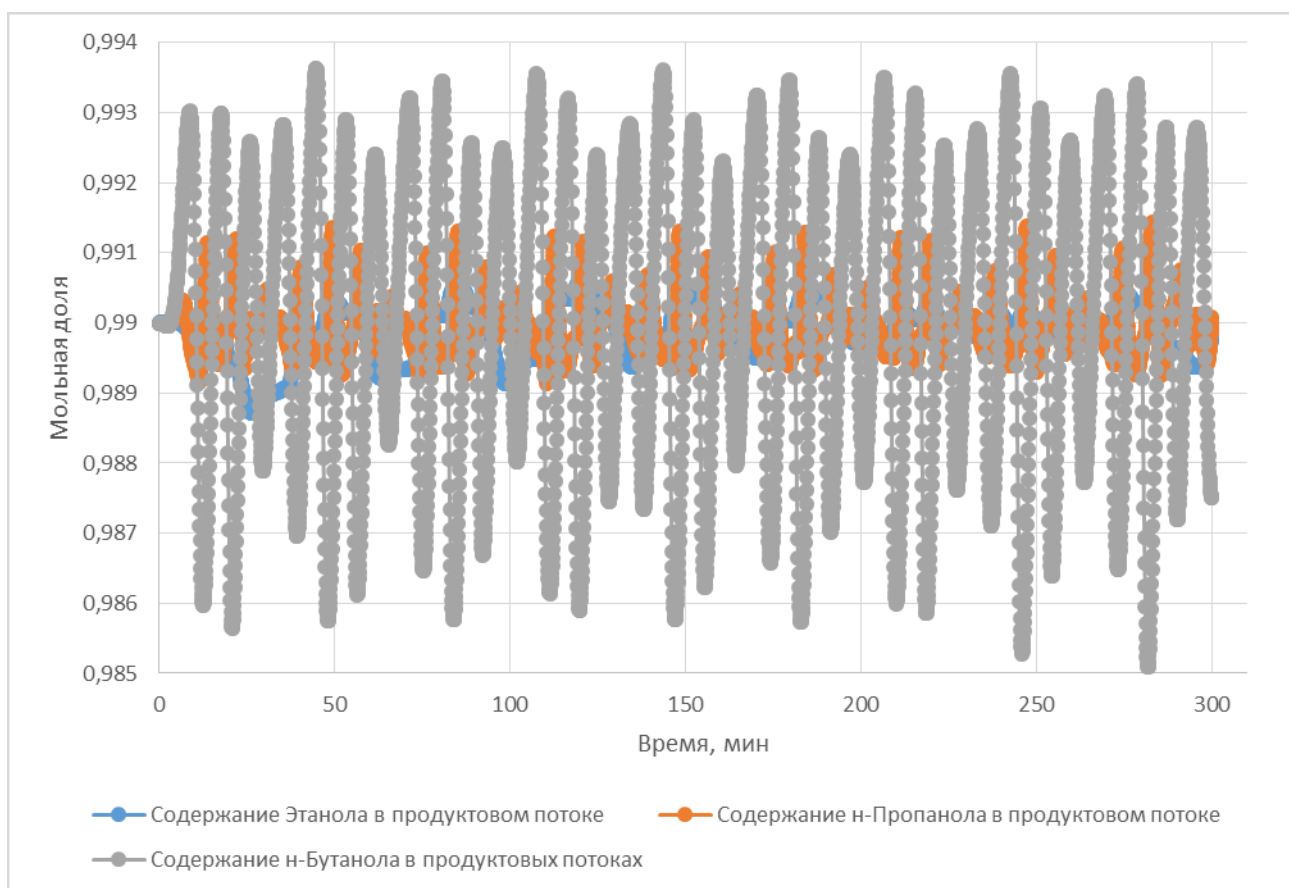
**Рисунок 3.58** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при резком изменении состава потока питания (Этанол 0,11 – Пропанол 0,57 – Бутанол 0,32)

Первый вывод, который можно сделать по результатам работы модели колонны, благоприятен – система регулирования параметров колонны, включая систему конденсации, боковой отбор и куб колонны, работает. Система выходит на режимные параметры спустя 200 минут.

Второй вывод, на рисунке 3.58 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим по содержанию Этанолола в потоке дистиллята. Это говорит о том, что требуется дополнительная настройка регуляторов системы конденсации, флегмовой емкости. Пока этого делать не будем, но заострить внимание на этом стоит.

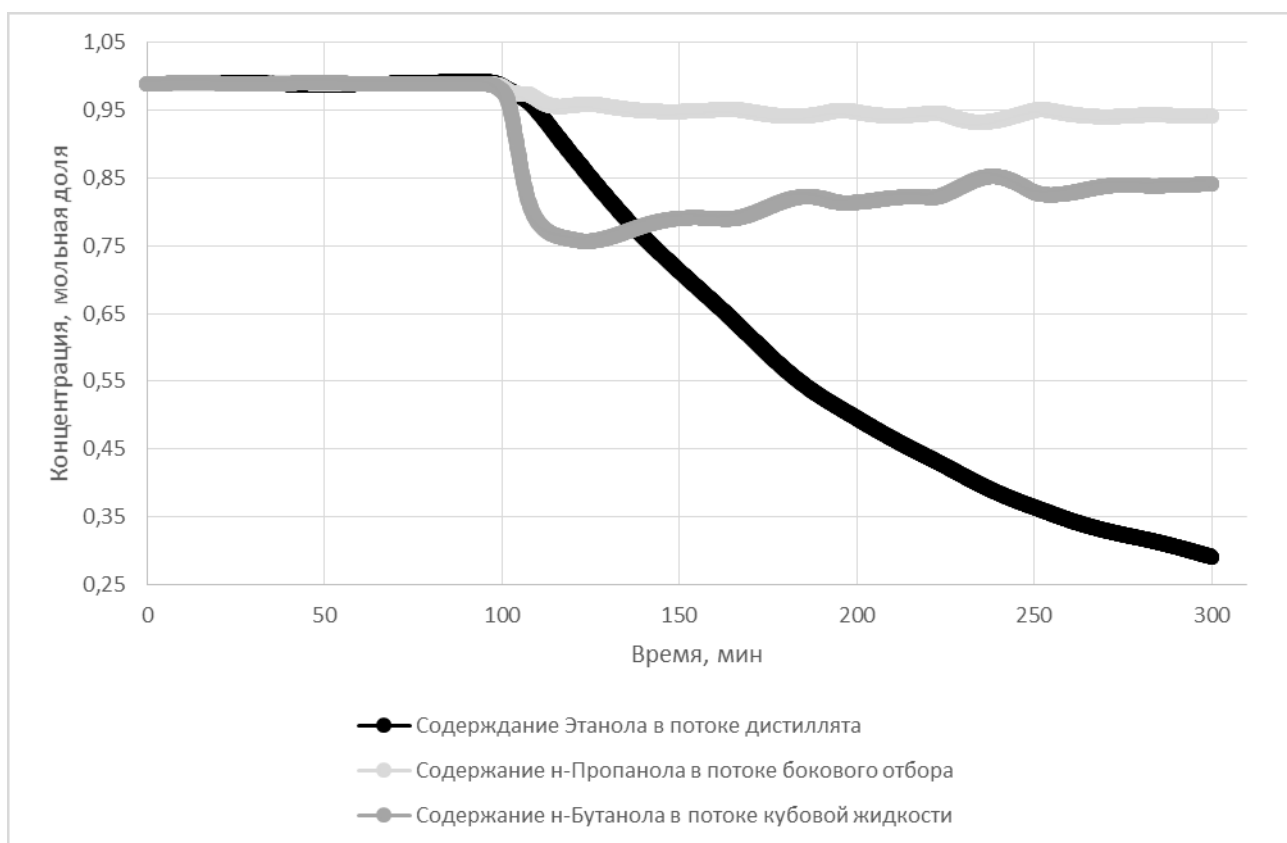
Третий вывод, четко прослеживаются два периода колебания: сначала короткопериодические колебания с малым периодом 10 минут, потом длиннопериодические колебания с большим периодом в 40 минут.

2. Теперь посмотрим, как колонна среагирует на постоянные колебания состава. Из рисунка 3.58 видно, что для этанола колебания начального периода изменения составляют 33 минуты, при затухании колебаний 44 минуты. Для н-пропанола соответственно 8,2 и 43 минуты. Для н-бутанола, соответственно, 9 и 63 минуты. Чтобы различия в периодах были существенны, примем период колебания питания по этанолу 33 минуты, а по н-бутанолу 9 минут, что соответствует периодам из короткопериодических колебаний. В качестве второго варианта (длиннопериодические колебания) расчёта периоды будут, соответственно, 44 и 63 минуты. Примем, что поток этанола колеблется с амплитудой  $\pm 6\%$ , поток н-бутанола в нормальном режиме пусть будет  $\pm 8\%$ . н-Пропанол рассчитывается исходя из того, чтоб было постоянное количество питания.



**Рисунок 3.59** Концентрации целевых компонентов в продуктивных потоках при короткопериодических колебаниях с малым периодом 10 минут.

Короткопериодические колебания состава питания показали (рисунок 3.59), что колонны регулируется, хотя чистота конечных потоков не стабильна. Содержание этанола в питании колеблется  $\pm 6\%$  (абсолютная величина), в дистилляте от  $+0.07\%$  до  $-0.13\%$ , н-Пропанол: в питании  $\pm 3\%$ , в боковом отборе от  $+0.15\%$  до  $-0.09\%$ , н-Бутанол: а питании  $\pm 8\%$ , в кубовой жидкости от  $+0.4\%$  до  $-0.5\%$ . Вопрос о том, является ли достаточно стабильными полученные составы дистиллята, бокового отбора и кубовой жидкости, в представленной диссертационной работе не рассматривался, так как он в значительной степени связан с техническим заданием (в случае, если бы это было реальное производство), с оптимизацией технологического оборудования (емкостного парка, объема куба колонны) и, как следствие, с оптимизацией системы управления колонной.



**Рисунок 3.60** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при длиннопериодических колебаниях с большим периодом 40 минут.

Длиннопериодические колебания состава питания показали (рисунок 3.60), что найденные параметры регуляторов, а также, возможно, принятые на основе статического режима работы оборудования значения объёмов куба колонны и флегмовой ёмкости, и параметры теплообменников, не позволяют обеспечить стабильный режим регулирования.

Более того, выведенная из равновесия колонна даже после отключения колебаний состава питания не может вернуться к нормативным параметрам

Параметры оборудования и регуляторов выбраны правильно – но исключительно исходя из статических режимов работы. Но статические режимы не дают возможности увидеть поведение системы при переменных условиях работы, в частности в нашем случае – при переменном составе питания. В динамическом режиме можно проанализировать работу системы, найти причину

(узкое место), которое не позволило поддерживать работоспособность колонны и привело к необратимому нарушению режима её работы.

### 3.5.5 Уточнение параметров оборудования и перенастройка параметров ПИД-регуляторов ректификационной колонны с внутренней разделительной стенкой

Начнем с того, что изменим параметры оборудования куба колонны (рисунок 3.46). Уменьшим диаметр куба до 200 мм и высоту до 4 метров. Для простоты днища посчитаем плоскими. Уровень в нормативном режиме примем 3 метра. Интервал регулирования поставим от 2.5 до 3.5 метра. Клапан увеличим,  $C_v=5$ . После чего перенастроим параметры ПИД-регулятора уровня жидкости в емкости.

Полученная в итоге компьютерная модель удовлетворительно справляется с регулированием уровня жидкости в кубе колонны и расхода потока кубового продукта (рисунок 3.61)

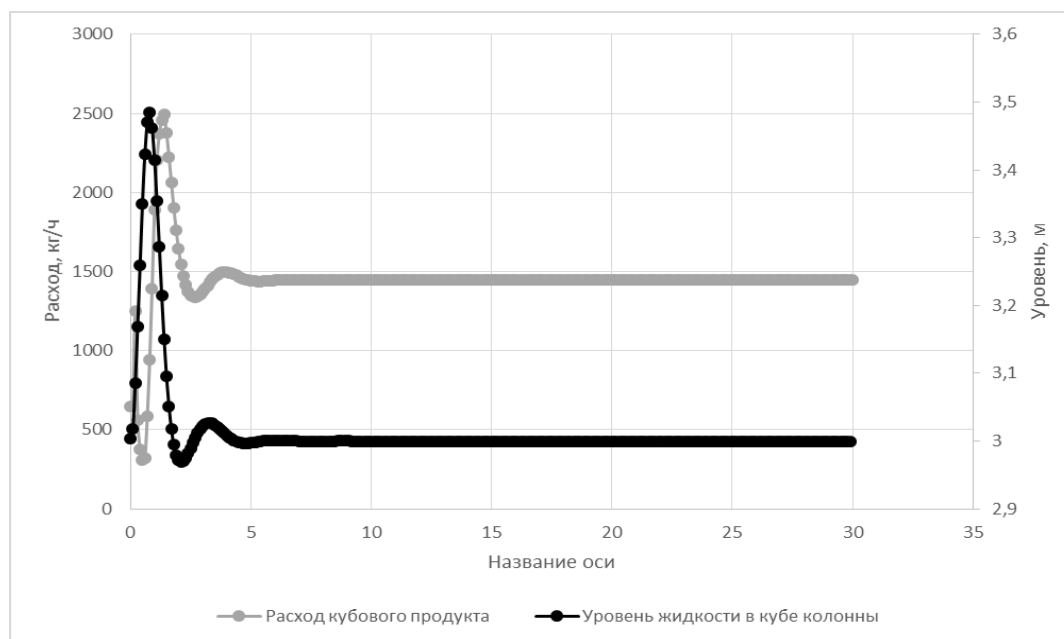


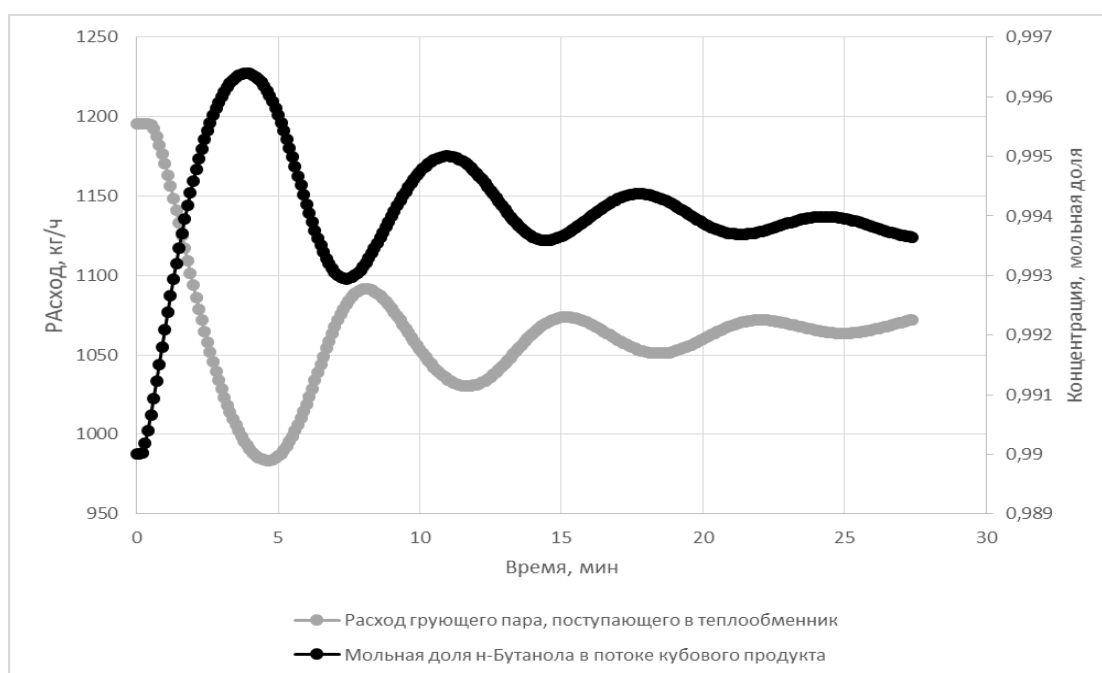
Рисунок 3.61 Результат моделирования после определения параметров ПИД-регулятора



Далее приступим к регулированию по составу кубового продукта. Поток дистиллята и бокового отбора не регулируются на данном этапе (ПИД-регуляторы не активны). Изменим параметры оборудования:

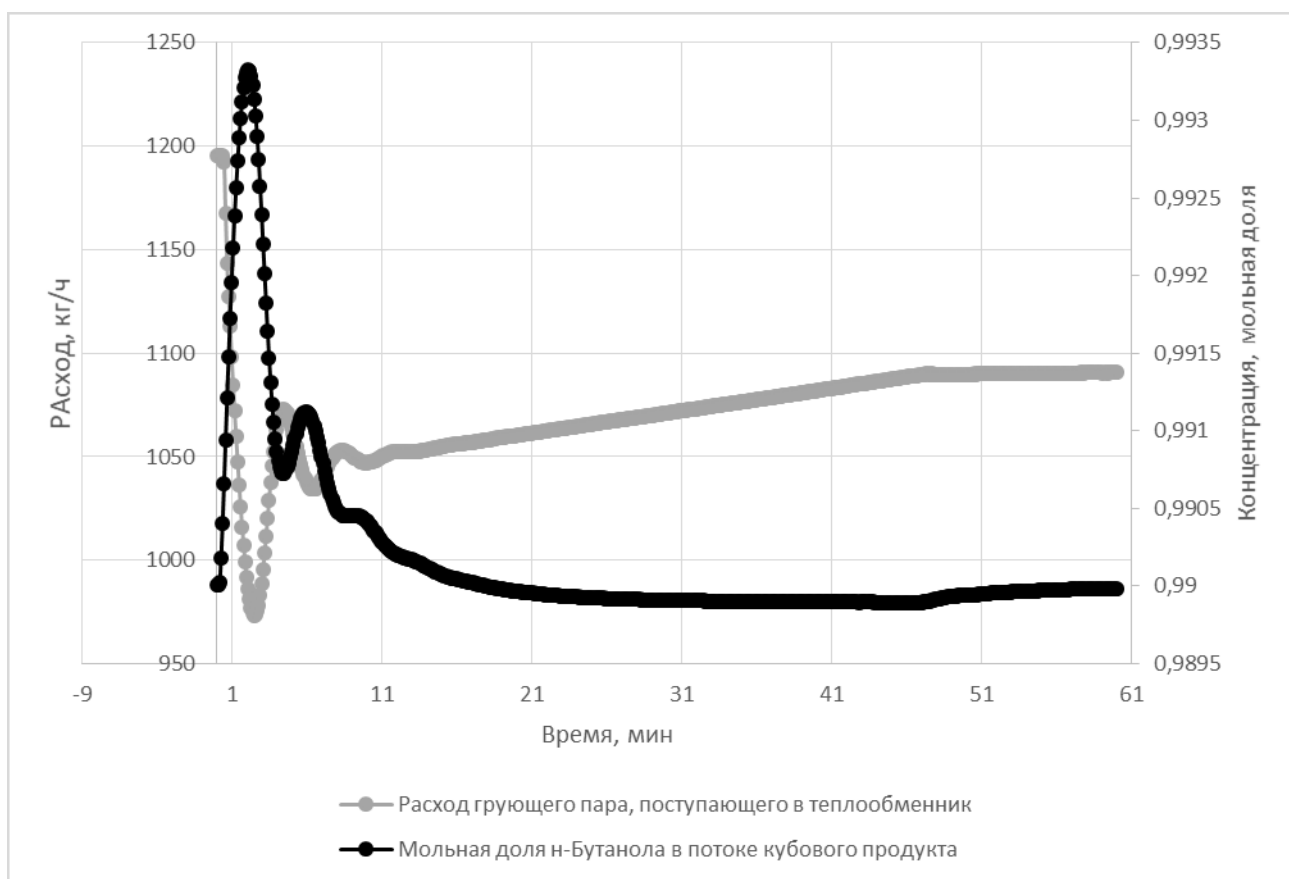
- увеличим площадь теплообмена у куба колонны (длину труб поставим не 3 метра, как было, а 4 метра) и пересчитаем объём аппарата для динамики

Уменьшим объём флегмовой ёмкости в четыре раза (уменьшим диаметр в два раза, на 0.7 метра, не меняя высоты ёмкости)



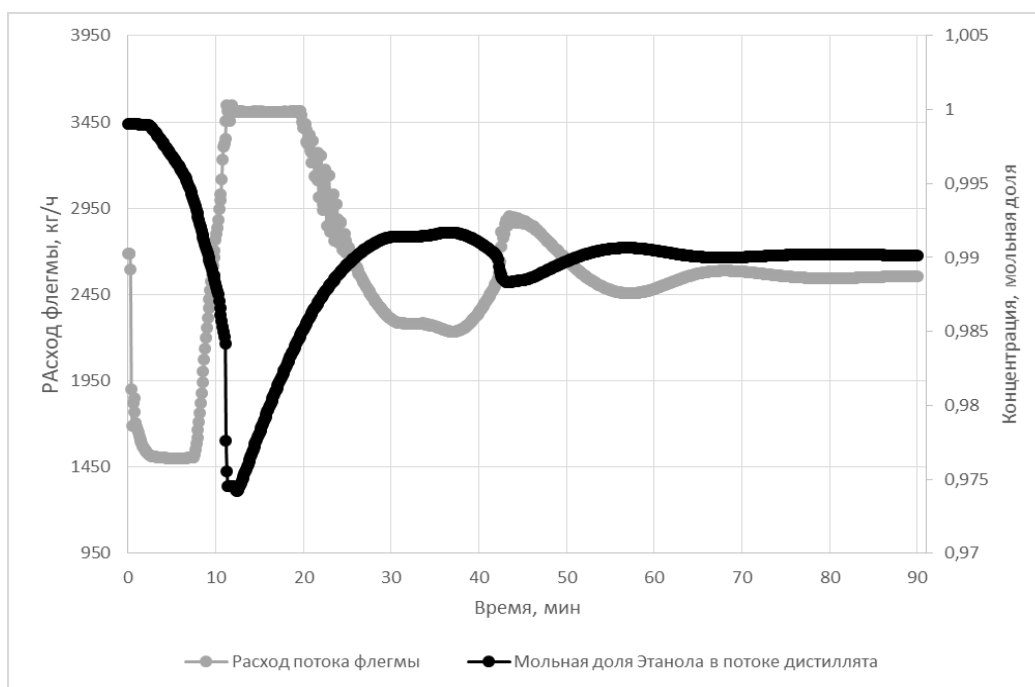
**Рисунок 3.62** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в кубе

На рисунке 3.62 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Это говорит о необходимости выполнить вторую итерацию по определению параметров. Используя амплитуды начальных периодов, на второй итерации можно получить удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта (рисунок 3.63). Выход на режим осуществляется спустя 20 минут.



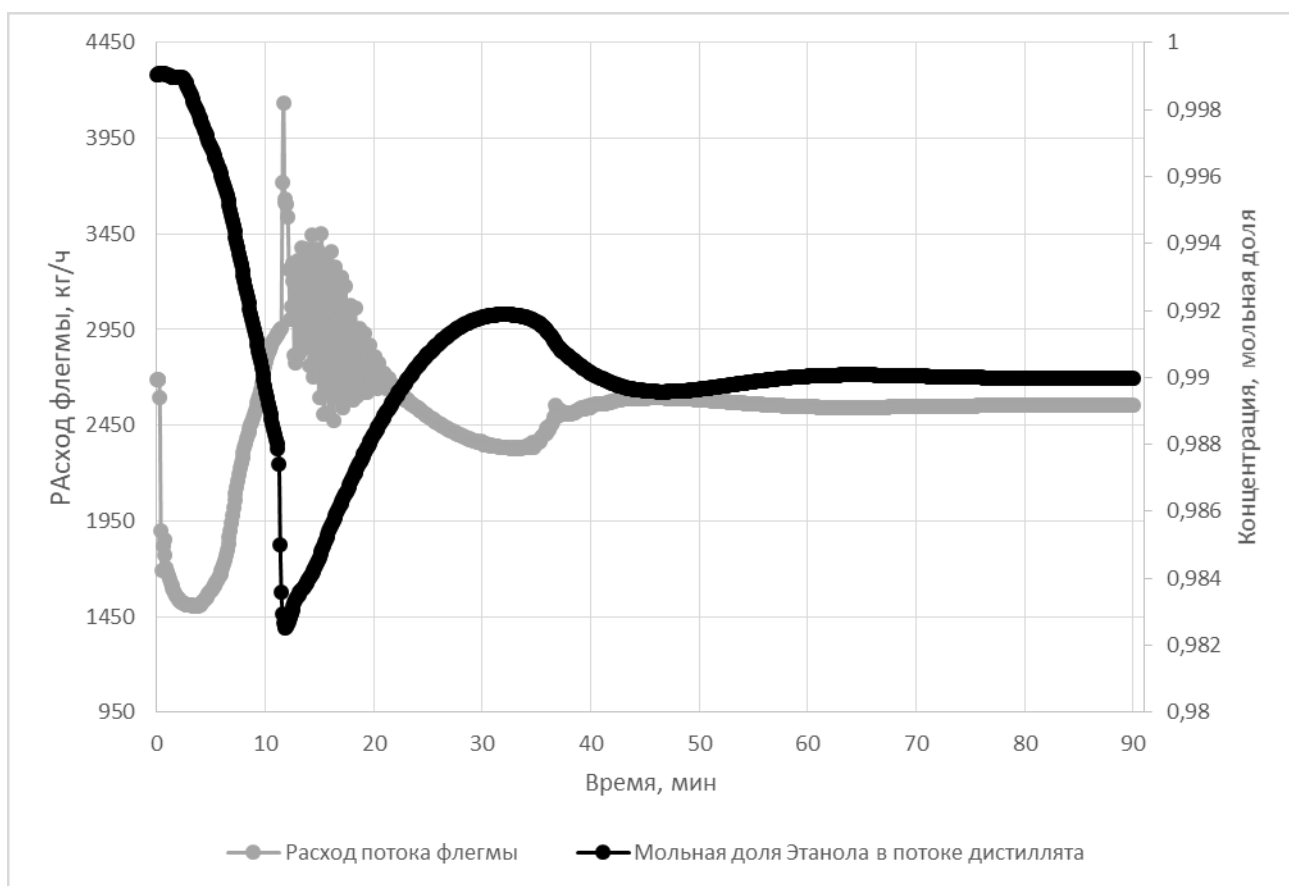
**Рисунок 3.63** Результат моделирования на второй итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в кубе

Следующим шагом будет регулирование состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.51). Поток бокового отбора не регулируются на данном этапе (ПИД-регулятор не активен). Моделирование осуществляется при условии параметров ПИД-регуляторов с прошлого расчета (раздел 3.5.3)



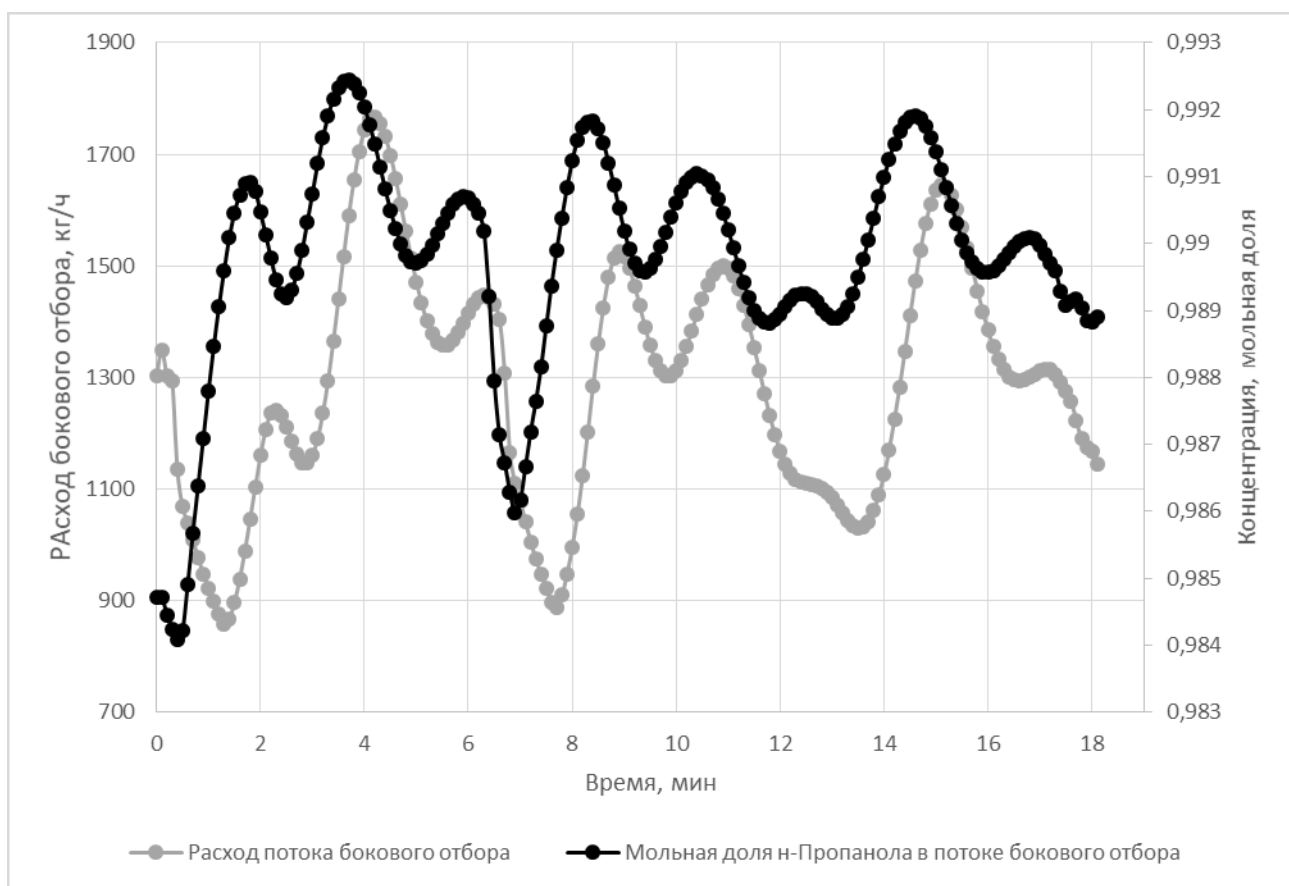
**Рисунок 3.64** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте

На рисунке 3.64 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Это позволяет выполнить вторую итерацию по определению параметров. Используя амплитуды начальных периодов, на второй итерации можно получить удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.65). Выход на режим осуществляется спустя 60 минут. Следует обратить внимания на слишком высокую чувствительность регуляторов расхода флегмы.



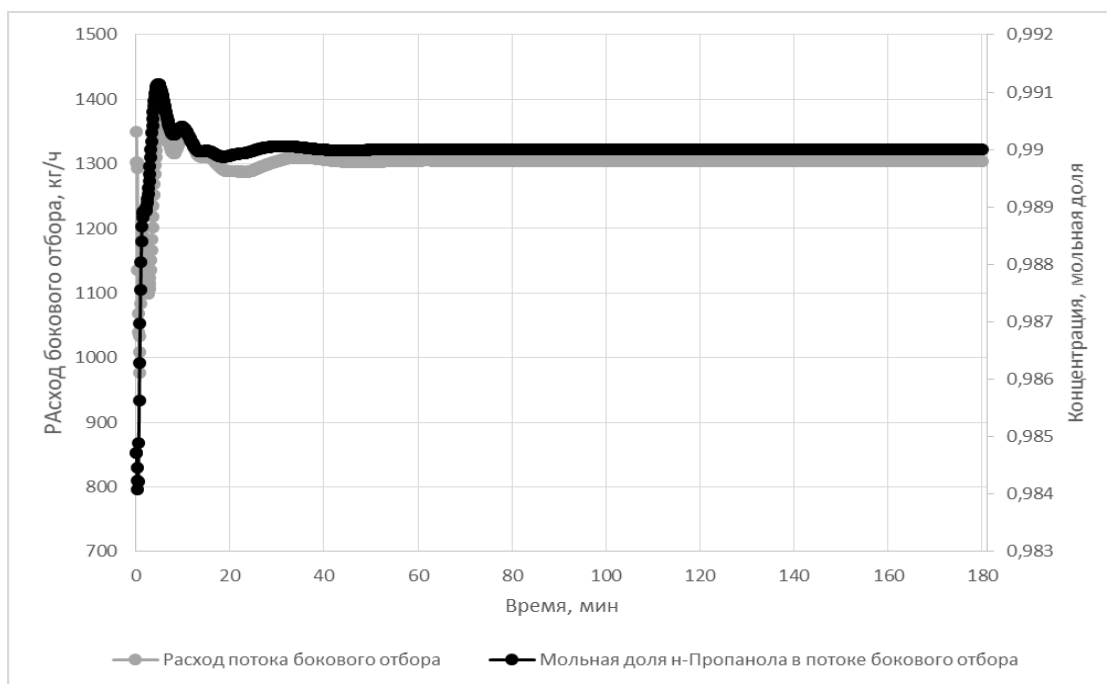
**Рисунок 3.65** Результат моделирования на второй итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте

Следующим шагом будет регулирование состава целевого продукта в боковом отборе (рисунок 3.51). Моделирование осуществляется при условии параметров ПИД-регуляторов с прошлого расчета (раздел 3.5.3)



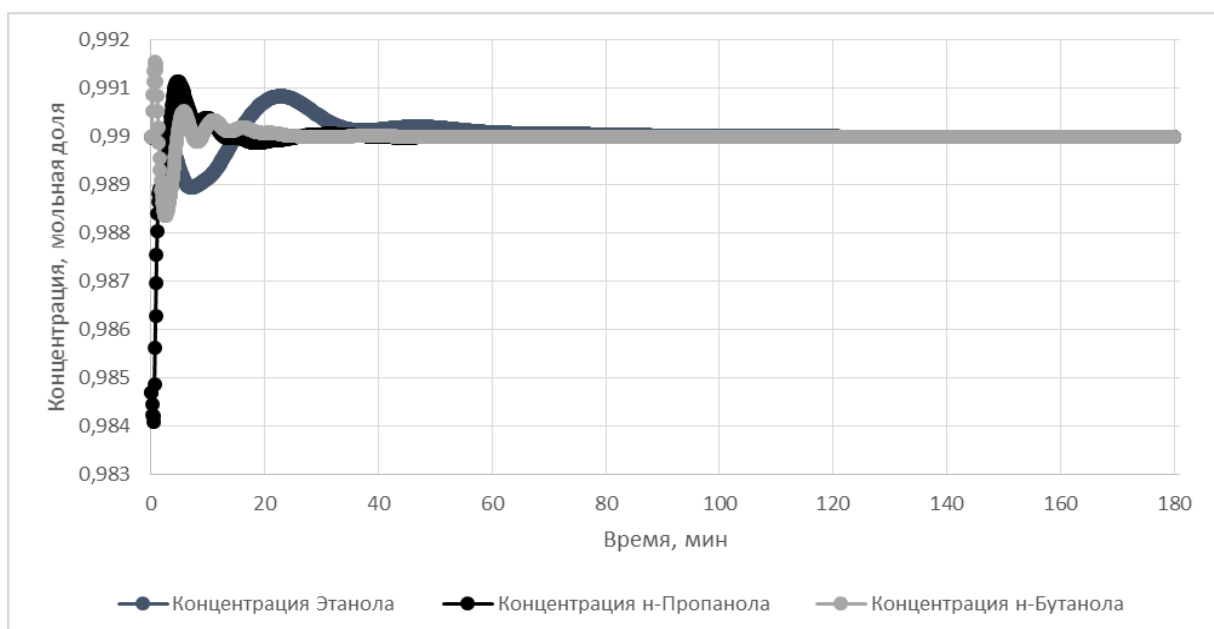
**Рисунок 3.66** Результат моделирования на первой итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в потоке бокового отбора

На рисунке 3.66 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим. Это позволяет выполнить вторую итерацию по определению параметров. Используя амплитуды начальных периодов, на последующих итерациях получаем удовлетворительные параметры ПИД-регулятора состава целевого продукта в дистилляте (рисунок 3.67). Выход на режим осуществляется спустя 40 минут.



**Рисунок 3.67** Результат моделирования на последней итерации определения параметров ПИД-регулятора состава целевого продукта в потоке бокового отбора

Выведенную на стационарный режим работы ректификационную колонну (рисунок 3.68) запишем как начальные условия для изучения её работы в динамических режимах при колебании состава питания.

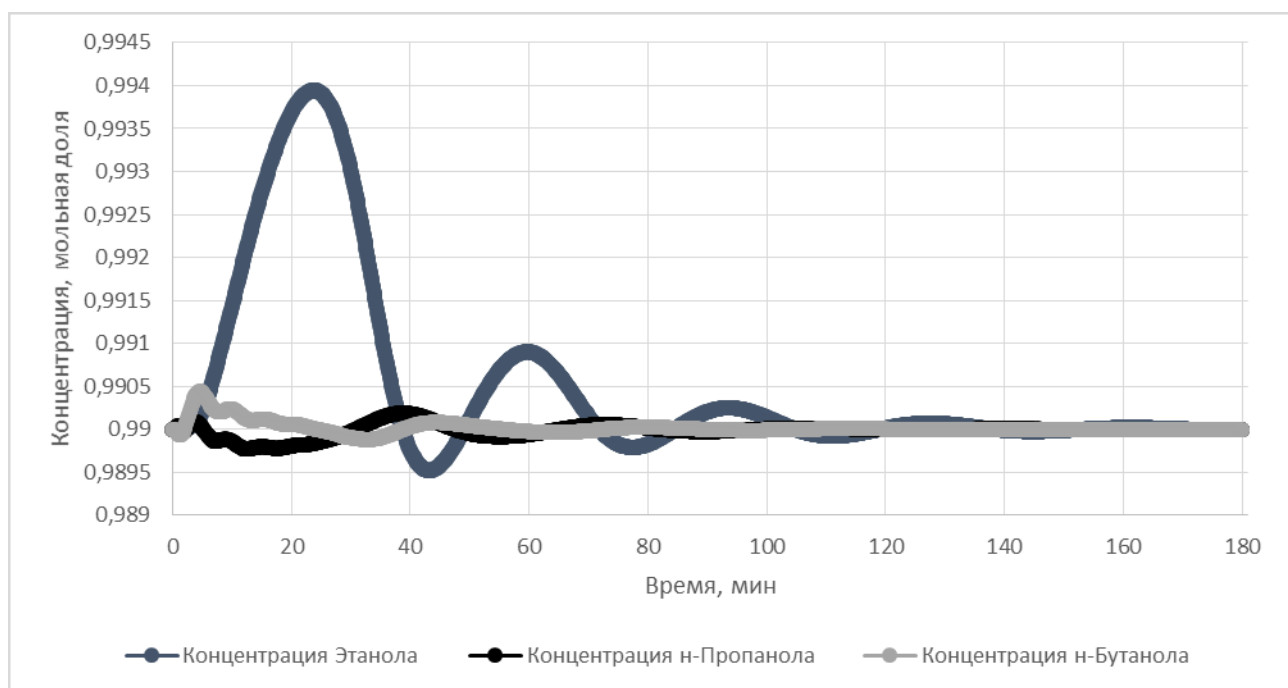


**Рисунок 3.68** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при нормативном составе потока питания

### 3.5.6 Повторное изучение работы колонны в динамических режимах

Теперь можно приступить к расчету собранной колонны в динамических режимах. В условиях нашей демонстрационной задачи был принят интервал изменения содержания компонента В в питании равным  $\pm 4\%$ , а для соотношения компонента А к С интервал колебания значений  $\pm 2\%$ . Задача решалась для трех составах потока питания: базовом (Этанол 0,1 – Пропанол 0,6 – Бутанол 0,3) и двух вариантах с максимальным отклонением состава от базового (0,094–0,63–0,276 и 0,11–0,57–0,32).

1. Для начала оценим реакцию на резкое изменение параметров. Рассмотрим настроенную систему на нормативный состав 0,1 – 0,6 – 0,3 при условии одномоментного изменения входной поток на состав 0,11 – 0,57 – 0,32.



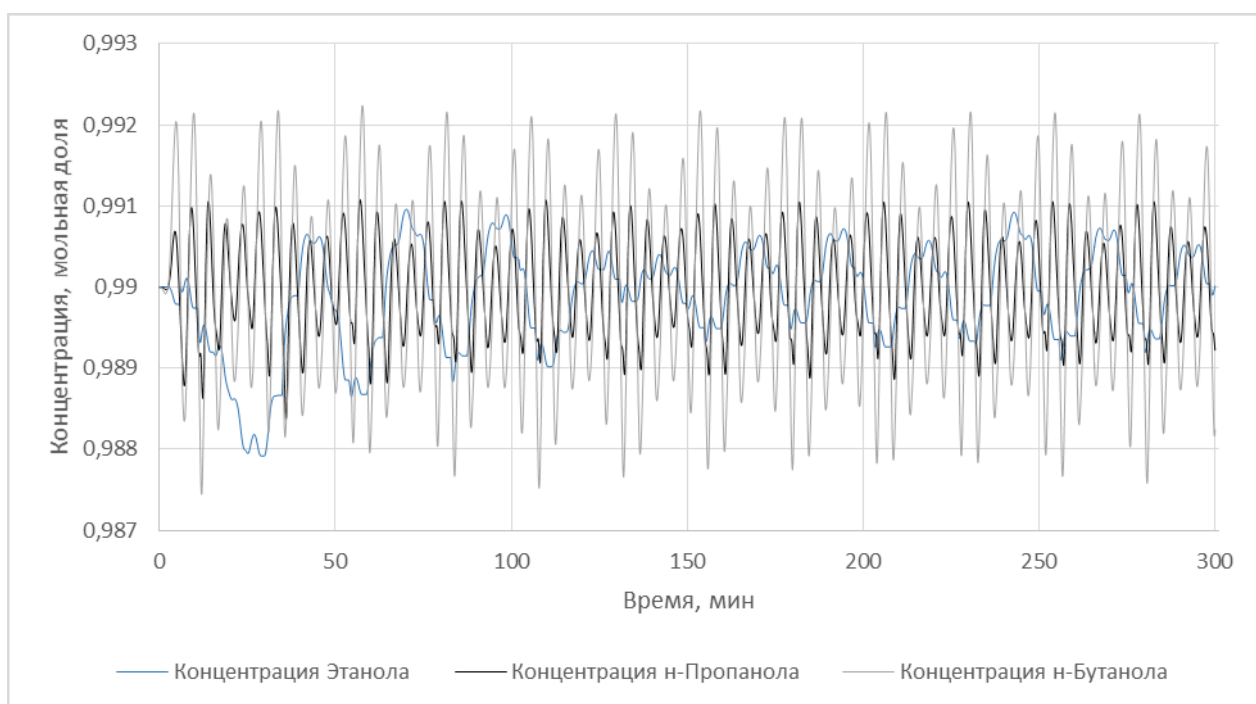
**Рисунок 3.68** Концентрации целевых компонентов в продуктивных потоках при резком изменении состава потока питания (Этанол 0,11 – Пропанол 0,57 – Бутанол 0,32)

Первый вывод, который можно сделать по результатам работы модели колонны, благоприятен – система регулирования параметров колонны, включая систему конденсации, боковой отбор и куб колонны, работает. Система выходит на режимные параметры спустя 160 минут.

Второй вывод, на рисунке 3.68 видно наличие затухающих колебаний с выход системы на заданный режим по содержанию Этаноло в потоке дистиллята. Это говорит о том, что требуется дополнительная настройка регуляторов системы конденсации, флегмовой емкости. Пока этого делать не будем, но заострить внимание на этом стоит.

Третий вывод, четко прослеживаются два периода колебания: сначала короткопериодические колебания с малым периодом, потом длиннопериодические колебания с большим периодом.

2. Теперь посмотрим, как колонна среагирует на постоянные колебания состава. Из рисунка 3.68 видно, что для этанола колебания начального периода изменения составляют 24,6 минуты, при затухании колебаний 29,3 минуты. Для н-бутанола, соответственно, 4,8 и 29,3 минуты. Примем их для периодического изменения состава питания.

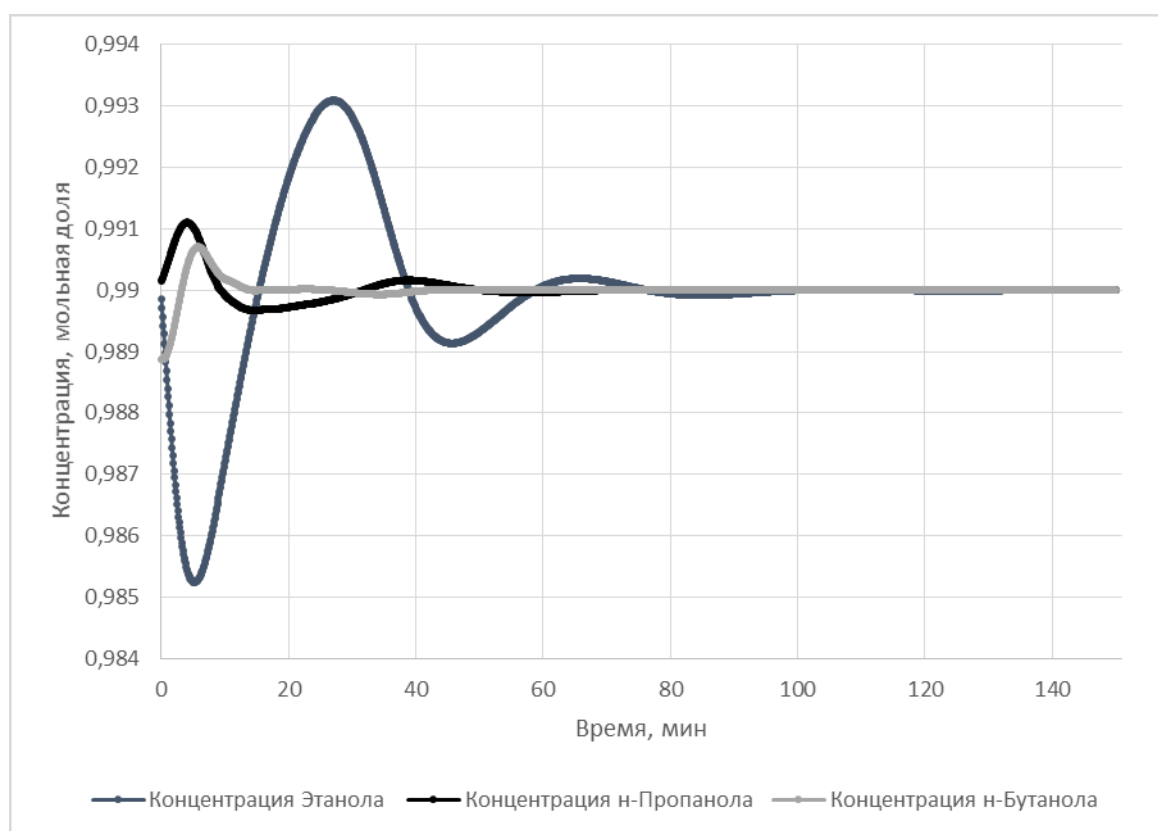


**Рисунок 3.69** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при короткопериодических колебаниях с малым периодом 10 минут.

Короткопериодические колебания состава питания показали (рисунок 3.69), что колонна регулируется, хотя чистота конечных потоков не стабильна. Содержание этанола в питании колеблется  $\pm 6\%$  (абсолютная величина), в



дистилляте от +0.1% до -0.1%, н-Пропанол: в питании  $\pm 3\%$ , в боковом отборе от +0.12% до -0.12%, н-Бутанол: а питании  $\pm 8\%$ , в кубовой жидкости от +0.25% до -0.25%. Вопрос о том, является ли достаточно стабильными полученные составы дистиллята, бокового отбора и кубовой жидкости, в представленной диссертационной работе не рассматривался, так как он в значительной степени связан с техническим заданием (в случае, если бы это было реальное производство), с оптимизацией технологического оборудования (емкостного парка, объёма куба колонны) и, как следствие, с оптимизацией системы управления колонной.



**Рисунок 3.70** Концентрации целевых компонентов в продуктовых потоках при длиннопериодических колебаниях с большим периодом 40 минут.

Длиннопериодические колебания состава питания показали (рисунок 3.70), что колонна регулируется, хотя чистота конечных потоков не стабильна.

Вопрос о том, является ли достаточно стабильными полученные составы дистиллята, бокового отбора и кубовой жидкости, в представленной диссертационной работе не рассматривался, так как он в значительной степени

связан с техническим заданием (в случае, если бы это было реальное производство), с оптимизацией технологического оборудования (емкостного парка, объема куба колонны) и с оптимизацией системы управления колонной (например, добавление каскадных контуров, позволяющих заранее прогнозировать изменения составов дистиллята, кубовой жидкости и бокового отбора).

### **Выводы по главе 3**

1. Разработана компьютерная модель сложной ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки
2. Определены точки контроля и управления работой ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки
3. Описана процедура динамического моделирования технологических процессов для колонн с внутренней разделительной стенкой и включающих рецикловые потоки и многоуровневые каскадные схемы регулирования.
4. На примере разработки схемы автоматического регулирования процесса разделения многокомпонентной смеси переменного состава с использованием моделирующей программы ChemCAD продемонстрирована эффективность применения прикладных пакетов моделирующих программ для динамического моделирования химико-технологических систем, включающих колонны с внутренней разделительной стенкой.

## ГЛАВА 4 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЗАДАЧА. МОДЕРНИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ РАЗДЕЛЕНИЯ СМЕСИ ЭТИЛХЛОРСИЛАНОВ

Этилхлорсиланы (ЭХС), незаменимое сырье для производства материалов специального назначения, в промышленности получают взаимодействием измельченного металлического кремния с хлористым этилом. Реакция протекает при повышенных температурах (250÷350 °С) и давлении (от 0,1 до 0,3 МПа изб.), в присутствии катализатора: меди или ее соединений. Пылегазовая смесь, состоящая из ЭХС и ХЭ, выходящая из реактора синтеза, подвергается очистке от пыли непрореагировавшего кремния и далее поступает на конденсацию и разделение на сырец ЭХС и непрореагировавший хлористый этил. Непрореагировавший хлористый этил возвращается на синтез этилхлорсиланов. Смесь этилхлорсиланов поступает на стадию ректификационного разделения для выделения индивидуальных товарных продуктов.

Смесь этилхлорсиланов (таблица 4.1) требуется разделить с получением трех целевых продуктов: этилдихлорсилан (ЭДХС), этилтрихлорсилан (ЭТХС), диэтилдихлорсилан (ДЭДХС).

**Таблица 4.1** Состав смеси этилхлорсиланов, подающейся на разделение.

	реально, кг/ч
этилхлорсиланы	246,76
<i>в том числе:</i>	
хлористый этил	0,49
трихлорсилан	1,66
тетрахлорсилан	12,43
метилтрихлорсилан	0,13
<b>этилдихлорсилан</b>	<b>63,59</b>
метилвинилдихлорсилан	0,38
<b>этилтрихлорсилан</b>	<b>76,09</b>
этилвинилдихлорсилан	0,97
<b>диэтилдихлорсилан</b>	<b>46,67</b>
высококипящие продукты:	44,35
<i>триэтилхлорсилан</i>	<i>2,03</i>
<i>бутилтрихлорсилан</i>	<i>0,51</i>
<i>этилпентахлордисилан</i>	<i>6,44</i>
<i>1-дихлорсилил-2-этилдихлорсилилэтан</i>	<i>21,84</i>
<i>1-диэтилхлорсилил-2-этилдихлорсилилэтан</i>	<i>13,53</i>

Существует две общеизвестные схемы разделения ЭХС. Первая схема заключается в последовательном выделении сначала высококипящих компонентов, затем деление на две фракции и выделение из первой фракции легкокипящих и этилдихлорсилана, а из второй фракции этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана (схема №1). Вторая заключается в последовательном выделении сначала высококипящих компонентов, затем легкокипящих и трех целевых продуктов (схема №2).

Состав исходной смеси взят с учётом реально полученных составов работавшего ранее производства. Оттуда же взяты требования к чистоте отдельных продуктов (таблица 4.2).

**Таблица 4.2** Требования к качеству продуктов, %масс

Этилдихлорсилан в смеси легкокипящих продуктов	0,6
Сумма легкокипящих в товарном этилдихлорсилане	0,1
Этилтрихлорсилан в товарном этилдихлорсилане	0,01
Этилдихлорсилан в товарном этилтрихлорсилане	0,01
Диэтилдихлорсилан в товарном этилтрихлорсилане	0,01
Этилтрихлорсилан в товарном диэтилдихлорсилане	0,1
Сумма высококипящих в товарном диэтилдихлорсилане	0,02
Диэтилдихлорсилан в смеси высококипящих продуктов	8,3

Смесь ЭХС кроме целевых компонентов содержит ряд среднекипящих примесей, количество которых не является постоянным и зависит от условий проведения синтеза ЭХС и качества используемого сырья. При необходимости, очистка конечных целевых продуктов от этих примесей осуществляется на дополнительных ректификационных колоннах непрерывного или периодического действия. Дополнительная очистка может осуществляться или после предварительного разделения исходной смеси на конечные продукты, или отдельные стадии дополнительной очистки могут встраиваться в общий порядок разделения смеси как промежуточные стадии.

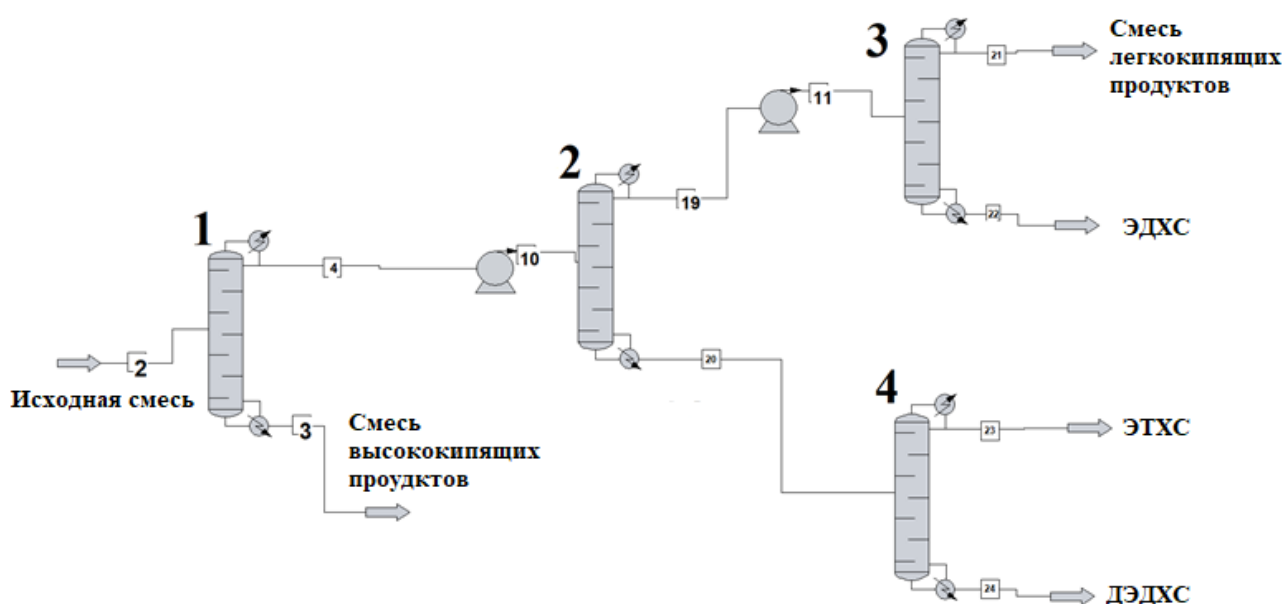
Одной из дополнительных задач данной работы было оценить распределение примесей между товарными продуктами.

Для того чтобы оценить применимость разработанной методики определения оптимального порядка разделения смеси ЭХС (гл. 2), и сравнить результаты расчетов с общеизвестными схемами №1 и №2, на первом этапе мы выполним компьютерное моделирование этих схем.

#### 4.1 Компьютерная модель общеизвестной схемы №1 разделения этилхлорсиланов

Рассмотрим создание математической модели на примере схемы №1 разделения ЭХС.

С помощью моделирующей программы ChemCAD разработана модель (рис.4.1) общеизвестной схемы №1 разделения ЭХС с учетом оптимизации высот и перепада давления по каждой колонне.



**Рисунок 4.1** Компьютерная модель общеизвестной схемы №1 разделения ЭХС.

Этапы построения модели:

1. Определение числа теоретических тарелок и тарелок питания, флегмовых чисел каждой колонны с учетом требований к чистоте продуктов и промежуточных фракций.

На первой колонне (рис.4.1) в качестве кубовой жидкости выделяют высококипящие продукты, с температурой кипения выше, чем у

диэтилдихлорсилана (ДЭДХС), а все остальные продукты исходной смеси получают как дистиллят первой колонны.

На второй колонне в качестве дистиллята получают фракцию этилдихлорсилана, с температурой кипения выше, чем у ЭТХС, а в качестве кубовой жидкости – фракцию этилтрихлорсилана.

Далее дистиллят второй колонны поступает как питание на третью колонну, где в качестве дистиллята получают легкокипящие продукты с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана (ЭДХС) и этилтрихлорсилан (ЭТХС) как дистиллят.

На четвертую колонну в качестве питания поступает кубовая жидкость второй колонны, представляющая собой смесь этилтрихлорсилана (ЭТХС) и ДЭДХС, где в качестве дистиллята получают ЭТХС, а в качестве кубовой жидкости – ДЭДХС.

Параметры этих колонн определяются с учетом получения продуктов требуемого качества (табл.4.2).

2. Определение перепада давления по колонне, давления верха и низа каждой колонны комплекса.

По опыту эксплуатации таких колонн, перепад давления на колонне для первого приближения принимается как 0,015 атм. на одну теоретическую тарелку.

При низком давлении питания колонны устанавливаются дополнительно насосы. Вспомогательное оборудование (насосы питания, флегмовые насосы, вакуум-насосы), необходимое для подачи питания и флегмы в колонну и создания необходимого давления верха колоны в сумме энергозатрат не учитывались.

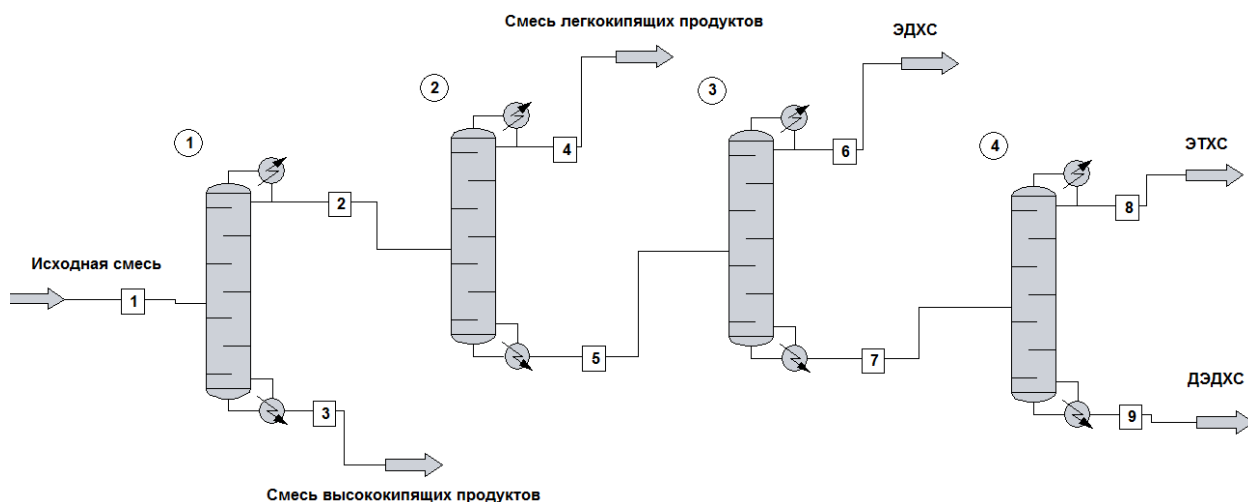
3. Оптимизация высот колонн комплекса и пересчет перепадов давления (табл.4.3).

**Таблица 4.3** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования общеизвестной схемы №1 разделения ЭХС (рисунок 4.1):

	1 колонна	2 колонна	3 колонна	4 колонна
Число тарелок	30	44	61	33
Тарелка питания	22	23	48	19
Флегмовое число	0.892823	2.55131	16.2193	1.21787
Тепловая нагрузка конденсатора, МДж/час	-90.7684	-61.6131	-45.6557	-35.7009
Тепловая нагрузка кипятильника, МДж/час	86.0916	74.1087	48.5122	30.2745
Спецификация:				
Дефлегматор	Массовая доля ТЭХС 3.962e-005	Массовая доля ЭТХС 8.118e-005	Массовая доля ЭДХС 0.006	Массовая доля ДЭДХС 0.0001
Кипятильник	Массовая доля ДЭДХС 0.083	Массовая доля ЭДХС 6.364e-005	Массовая доля МТХС 0.001	Массовая доля ЭТХС 0.001
Давление верха колонны, атм.	0.3	0.8	1	0.3
Перепад давления, атм.	0.45	0.66	0.915	0.495
Давление низа колонны, атм.	0.75	1.46	1.915	0.795

#### 4.2 Компьютерная модель общеизвестной схемы №2 разделения этилхлорсиланов

С помощью моделирующей программы ChemCAD разработана модель (рис.4.2) общеизвестной схемы №2 разделения ЭХС с учетом оптимизации высот и перепада давления по каждой колонне.



**Рисунок 4.2** Компьютерная модель общеизвестной схемы №2 разделения ЭХС.

Смесь этилхлорсиланов (рис.4.2) подают на первую ректификационную колонну. На первой ректификационной колонне в качестве кубовой жидкости выделяют высококипящие продукты с температурой кипения выше, чем у диэтилдихлорсилана (ДЭДХС), а все остальные продукты исходной смеси получают как дистиллят первой колонны. Далее дистиллят первой колонны поступает как питание во вторую колонну, где в качестве кубовой жидкости получают смесь целевых этилхлорсиланов, а в качестве дистиллята получают легкокипящие продукты с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана (ЭДХС). На третьей колонне из смеси трёх целевых этилхлорсиланов выделяют этилдихлорсилан (ЭДХС) как дистиллят. Кубовая жидкость третьей колонны, представляющая собой смесь этилтрихлорсилана (ЭТХС) и ДЭДХС поступает на четвертую колонну, где в качестве дистиллята получают ЭТХС, а в качестве кубовой жидкости ДЭДХС.

Этапы моделирования соответствуют этапам пункта 4.1. Результаты моделирования схемы №2 разделения ЭХС представлены в таблице 4.4.

**Таблица 4.4** Результаты расчёта, полученные в ходе моделирования общеизвестной схемы №2 разделения ЭХС (рисунок 4.2):

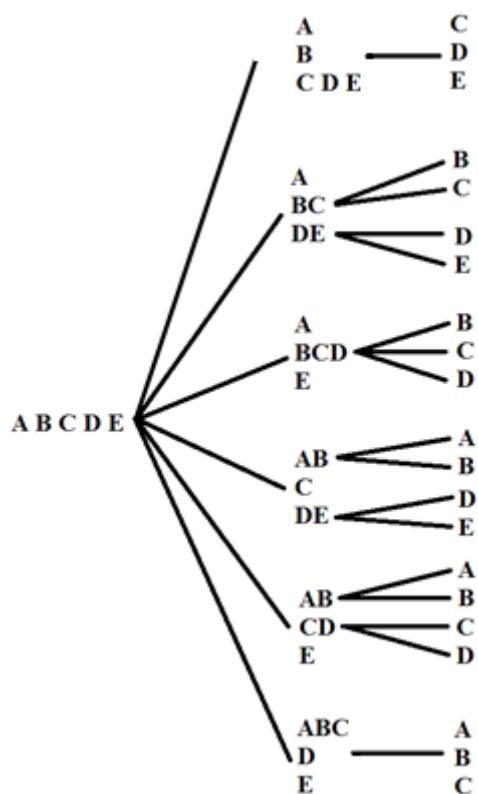
	1 колонна	2 колонна	3 колонна	4 колонна
Число тарелок	30	84	51	38
Тарелка питания	22	64	26	23
Флегмовое число	0.892721	15.8419	2.84968	1.06748
Тепловая нагрузка конденсатора, МДж/час	-90.7499	-44.651	-57.3906	-34.1297
Тепловая нагрузка кипятильника, МДж/час	86.0954	61.8331	50.0787	28.704
Спецификация:				
Дефлегматор	Массовая доля ТЭХС 3.962e-005	Массовая доля ЭДХС 0,006	Массовая доля ЭТХС 0.0001	Массовая доля ДЭДХС 0.0001
Кипятильник	Массовая доля ДЭДХС 0.083	Массовая доля МТХС 0.00034608	Массовая доля ЭДХС 6.36395e-005	Массовая доля ЭТХС 0.001
Давление верха колонны, атм.	0.3	1	0.4	0.17
Перепад давления, атм.	0.45	1.26	0.765	0.57
Давление низа колонны, атм.	0.75	2.26	1.165	0.74



### **4.3 Определение порядка разделения на основе разработанного алгоритма с использованием программы на языке MATLAB**

Разработанная методика определения оптимального порядка разделения (гл.2) предназначена для трёхкомпонентных смесей. При разделении многокомпонентных смесей, задача разделения смеси становится многовариантной. В нашем случае, смесь ЭХС, которая подается на разделение, включает до 40 возможных вариантов разделения, если ставить цель получить все компоненты смеси как товарные продукты. Применительно к рассматриваемой задаче разделения ЭХС, ситуацию можно упростить. Из условия технического задания известно, что выделять необходимо смесь легкокипящих и смесь высококипящих продуктов без их разделения на отдельные продукты и три целевых продукта без выделения примесей. Следовательно, смесь ЭХС можно рассматривать как пятикомпонентную: смесь легкокипящих продуктов (первый псевдо-компонент) с температурой кипения ниже, чем у ЭДХС; смесь высококипящих продуктов (третий псевдо-компонент) с температурой кипения выше, чем у ЭДХС; ЭТХС; ДЭДХС. В этом случае число вариантов разделения сокращается до шести (рис.4.3). Исходя из физико-химических свойств этилхлорсиланов известно, что для исключения загрязнения смеси продуктами диспропорционирования и термического распада, которые могут образовываться из тяжелых компонентов и которые могут осложнять осуществление последующих стадий разделения, высококипящие компоненты выделяются в первую очередь. В то же время легкокипящие продукты, для конденсации которых требуется низкий холод, при отказе выделения их на первой стадии заметно увеличивают затраты на энергетику за счет необходимости использования более дорогих низкотемпературных хладагентов. Таким образом, из инженерных соображений, задача упрощается до одного рассматриваемого варианта с выделением смеси легкокипящих и смеси высококипящих продуктов на первой стадии и выделением трех целевых продуктов на второй.

Выбранные пять конечных продуктов не являются индивидуальными компонентами, а представляют собой смеси нескольких индивидуальных веществ, т.е. являются псевдо-компонентами. Методика определения всех необходимых свойств таких псевдокомпонентов (коэффициенты уравнения NRTL, теплоты парообразования, давление насыщенных паров, молярные массы компонентов, критическая температура) отсутствует. В связи с этим, в рассматриваемой задаче разделения ЭХС свойства каждого псевдо-компонента определяются как свойства ключевого компонента, являющимся основным в смеси веществ, представляющих этот псевдокомпонент.



**Рисунок 4.3** Пути деления пятикомпонентной смеси на три псевдо-компонента

На первом этапе необходимо разделить исходную смесь на три фракции: легкую (смесь легкокипящих продуктов с температурой кипения ниже, чем у ЭДХС), среднюю (смесь целевых ЭХС: ЭДХС, ЭТХС, ДЭДХС) и тяжелую (смесь высококипящих продуктов (тяжелая фракция) с температурой кипения выше, чем у ДЭДХС).

К легкой фракции (первый псевдо-компонент) относятся: хлористый этил, трихлорсилан, тетрахлорсилан

В качестве ключевого компонента примем тетрахлорсилан.

К средней фракции (второй псевдо-компонент) относятся: метилтрихлорсилан, этилдихлорсилан, метилвинилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, этилвинилдихлорсилан, диэтилдихлорсилан.

В качестве ключевого компонента примем этилтрихлорсилан.

К тяжелой фракции (третий псевдо-компонент) относятся: триэтилхлорсилан, бутилтрихлорсилан, этилпентахлордисилан, 1-дихлорсилил-2-этилдихлорсилилэтан, 1-диэтилхлорсилил-2-этилдихлорсилилэтан.

В качестве ключевого компонента примем триэтилхлорсилан.

В ходе выполнения расчета на первом этапе были приняты следующие допущения:

- Расход потока питания равен сумме расходов всех компонентов
- Мольные доли псевдо-компонентов равна сумме мольных долей каждого компонента в каждой фракции.
- Мольная доля продуктов в продуктовых потоках определялась на основе расчета материального баланса исходя из требований к чистоте продуктов.

Результаты расчета на первом этапе по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения (гл.2) приведены в приложении 1а.

На втором этапе необходимо разделить среднюю фракцию (метилтрихлорсилан, ЭДХС, метилвинилдихлорсилан, ЭТХС, этилвинилдихлорсилан, ДЭДХС) на целевые продукты: этилдихлорсилан; этилтрихлорсилан; диэтилдихлорсилан. Распределение примесей между этими тремя продуктами определяется исходя из паро-жидкостного равновесия всех соединений, составляющих эту многокомпонентную смесь.

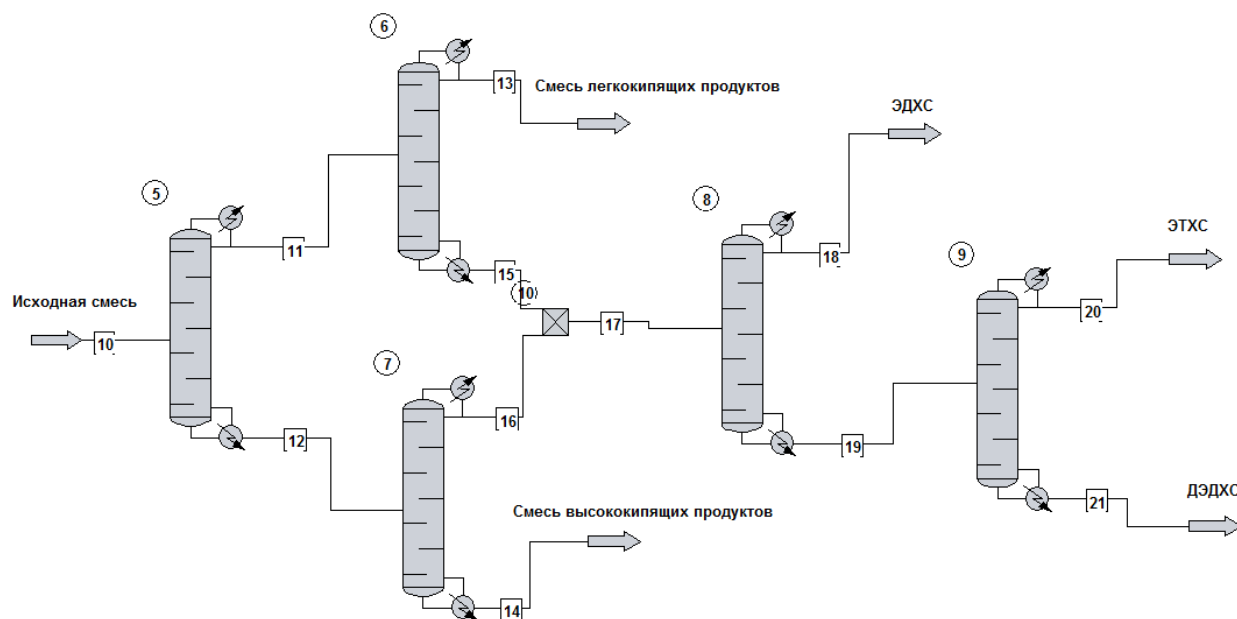
Примеси в целевых продуктах (метилтрихлорсилан, метилвинилдихлорсилан, этилвинилдихлорсилан) содержатся в незначительном количестве, поэтому при использовании разработанного алгоритма свойства

легкого, среднего и тяжелого компонентов принимались непосредственно по свойствам целевых этилхлорсиланов (коэффициенты уравнения NRTL, теплоты парообразования, давление насыщенных паров, молярные массы компонентов, критическая температура).

В ходе выполнения расчета на втором этапе были приняты следующие допущения:

- Расход потока питания равен сумме расходов всех компонентов средней фракции
- Мольные доли целевых компонентов равна сумме мольных долей каждого компонента в целевом компоненте.
- Мольная доля продуктов в продуктовых потоках определялась на основе расчета материального баланса исходя из требований к чистоте продуктов.

Результаты расчета на втором этапе по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения (гл.2) приведены в приложении 1б.



**Рисунок 4.4** Схема разделения смеси ЭХС согласно разработанной методике определения оптимального порядка разделения (гл.2).

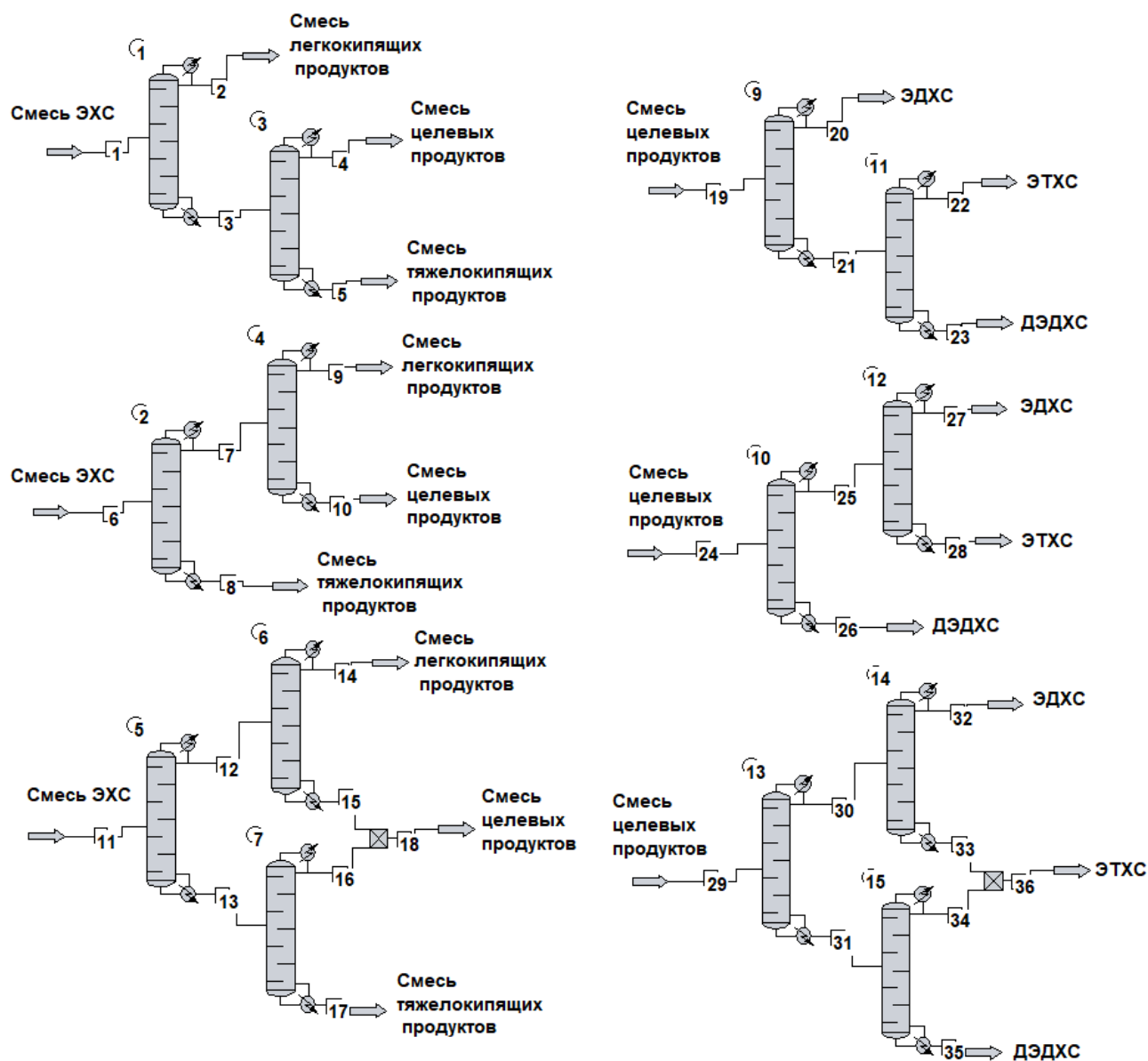
Таким образом, с помощью разработанного алгоритма было определено, что оптимальным порядком разделения, исходя из технических требований и физико-химических свойств, является следующий: на комплексе с симметричной

последовательностью колонн из исходной смеси выделяют высококипящие и легкокипящие продукты, далее на комплексе с прямой последовательностью колонн осуществляют разделение смеси трех целевых продуктов (рис.4.4).

Для оценки оптимальности порядка разделения смеси этилхлорсиланов, найденного с помощью разработанного алгоритма (гл.2), средствами моделирующей программы ChemCAD необходимо проанализировать 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). Общим условием также являлось задание перепада давления по колонне (1 теоретическая тарелка даёт перепад давления 0,015 атм.).

#### **4.4 Разделение смеси этилхлорсиланов на простых комплексах с прямой, непрямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн**

При разделении смеси ЭХС, согласно поставленной задачи, необходимо выделить пять продуктов: легкокипящие, высококипящие и три целевых. Всего можно предложить шесть различных схем разделения (рис.4.5), отличающиеся порядком выделения этих компонентов.



**Рисунок 4.5** Шесть вариантов разделения смеси этилхлорсиланов

Разделение исходной смеси осуществлялось в два этапа. Вначале на трех простых комплексах (с прямой, не прямой и симметричной последовательностью ректификационных колонн) исходную смесь разделяли на три фракции: легкую, среднюю и тяжелую, а затем также на трех простых комплексах разделяли среднюю фракцию на три целевых продукта: ЭДХС, ЭТХС, ДЭДХС.

#### 4.4.1 Разделение исходной смеси на трех простых комплексах на три фракции: легкую, среднюю, тяжелую.

При выполнении поставленной задачи разделения исходной смеси ЭХС на трех простых комплексах был рассчитан материальный баланс по всем трем

рассматриваемым комплексам с учетом требований к качеству продуктовых потоков.

Также было проведено дополнительное исследование для комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн с целью определения влияния изменения доли ЭТХС в дистилляте первой колонны комплекса на суммарную энергетическую нагрузку комплекса. При каждой новой величине доли был оптимизирован по высоте колонн весь комплекс. Результаты представлены в таблице 4.5. Для заданного состава исходной смеси, наименьшие энергетические затраты комплекса наблюдаются при доле ЭТХС равной 0,45.

**Таблица 4.5** Зависимость суммарной энергетической нагрузки комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн от доли ЭТХС в дистилляте первой колонны комплекса при условии разделения исходной смеси на три фракции

Доля ЭТХС	0,25	0,3	0,35	0,4	0,45	0,5
тепловая нагрузка конденсатора, мДж/ч						
1 колонна	34,0725	32,651	31,2029	29,5354	27,7829	98,3589
2 колонна	38,7872	39,5576	40,3364	41,1452	44,4922	48,8735
3 колонна	56,0354	54,7229	53,3084	49,3835	44,5228	47,0793
тепловая нагрузка кипятильника, мДж/ч						
1 колонна	32,2931	30,7905	29,2651	27,2667	25,0954	96,8498
2 колонна	44,3758	45,451	46,5458	47,955	52,0214	56,4461
3 колонна	53,6572	52,4995	51,2446	47,6994	43,2842	45,3162
<b>СУММА, мДж/ч</b>	259,221	255,673	251,903	242,985	<b>237,199</b>	392,9238

Результаты расчёта трех простых комплексов колонн представлены в таблице 4.6 при условии деления исходной смеси на три фракции: легкую, среднюю и тяжелую.

**Таблица 4.6** Технологические параметры ректификационных колонн для трех простых комплексов при условии деления исходной смеси на три фракции: легкую, среднюю и тяжелую.

	Непрямое разделение		Прямое разделение		Симметричное разделение		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок	30	84	74	33	27	70	44
Тарелка питания	22	64	50	23	13	40	32
Флегмовое число	0,892721	15,8419	17,8058	0,893254	0,0498684	15,7849	1,16592
Тепловая нагрузка конденсатора, мДж/ч	90,7499	44,651	49,8591	84,8498	27,7829	44,4922	44,5228
Тепловая нагрузка кипятильника, мДж/ч	86,0954	61,8331	59,8215	68,9283	25,0953	52,0214	43,2842
Суммарная тепловая нагрузка, мДж/ч	283,3294		263,4587		<b>237,1988</b>		

#### **4.4.2 Разделение средней фракции на трех простых комплексах на три целевых компонента: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан.**

При выполнении поставленной задачи разделения смеси целевых ЭХС на трех простых комплексах был рассчитан материальный баланс по всем трем рассматриваемым комплексам с учетом требований к качеству продуктовых потоков.

Также было проведено дополнительно исследование для комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн с целью определения влияния изменения доли ЭТХС в дистилляте первой колонны комплекса на суммарную энергетическую нагрузку комплекса. При каждой новой величине доли ЭТХС был оптимизирован по высоте колонн весь комплекс. Результаты представлены в таблице 4.7. Для заданного состава средней фракции,



наименьшие энергетические затраты комплекса наблюдаются при доле ЭТХС равной 0,6.

**Таблица 4.7** Зависимость суммарной энергетической нагрузки комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн от доли ЭТХС в дистилляте первой колонны комплекса при условии разделения средней фракции на три целевых компонента (продукта).

Доля ЭТХС	0,4	0,5	0,6	0,7
тепловая нагрузка конденсатора, мДж/ч				
1 колонна	48,8916	43,9468	40,5147	43,0186
2 колонна	38,7155	40,2272	42,0317	44,2296
3 колонна	22,9846	20,4985	18,1551	15,9502
тепловая нагрузка кипятильника, мДж/ч				
1 колонна	37,702	32,5096	28,8255	31,0973
2 колонна	41,3786	43,3217	45,5163	48,1154
3 колонна	21,1994	19,0071	16,9334	14,9885
<b>СУММА, мДж/ч</b>	<b>210,8717</b>	<b>199,5109</b>	<b>191,9767</b>	<b>197,3996</b>

Результаты расчёта трех простых комплексов колонн представлены в таблице 4.8 при условии деления средней фракции на три целевых продукта.

**Таблица 4.8** Технологические параметры ректификационных колонн для трех простых комплексов при условии деления средней фракции на три целевых продукта.

	Непрямое разделение -2		Прямое разделение -2		Симметричное разделение -2		
	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	1 колонна	2 колонна	3 колонна
Число тарелок	33	54	51	38	41	54	38
Тарелка питания	20	30	26	23	21	33	20
Флегмовое число	0,685484	2,21756	2,84968	1,06748	0,627407	1,88305	1,83095
Теплова нагрузка конденсатора, мДж/ч	53,6074	47,9628	57,3906	34,1297	40,5147	42,0317	18,1551
Теплова нагрузка кипятильника, мДж/ч	41,2554	52,8636	50,0787	28,704	28,8255	45,5163	16,9334
Суммарная тепловая нагрузка, мДж/ч	195,6892		<b>170,303</b>		191,9767		

На основе разработанного алгоритма было определено, что оптимальным порядком разделения является использование комплексов с симметричной и прямой последовательностью ректификационных колонн. Рассмотрение всех возможных вариантов разделения смеси ЭХС также показало, что на первом шаге, при разделении исходной смеси на три фракции необходимо использовать комплекс с симметричной последовательностью ректификационных колонн. На втором шаге, при разделении средней фракции на три целевых компонента – комплекс с прямой последовательностью ректификационных колонн. Таким образом, результаты расчета с помощью моделирующей программы ChemCAD подтвердили двух

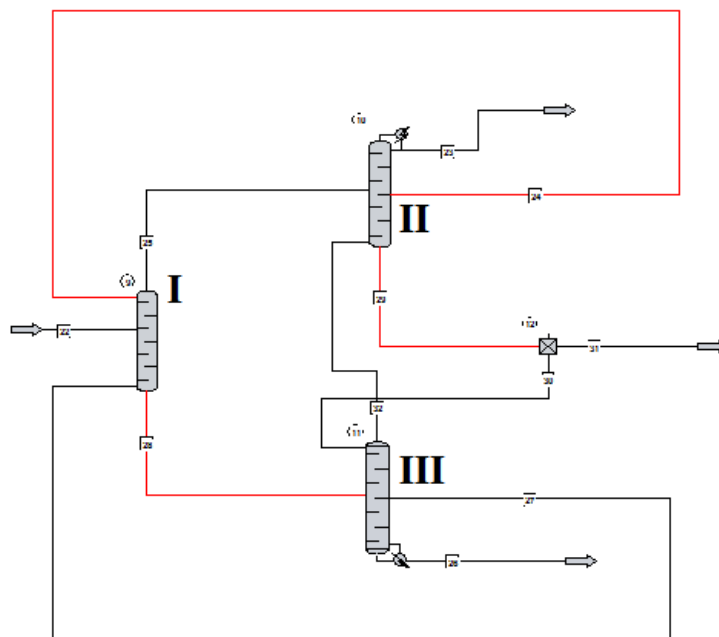
Суммарная энергетика двух выбранных комплексов составляет 407,5 мДж/час, что на 13,8% меньше чем энергетика схемы разделения №1 (472,725 мДж/час) и на 10,17% меньше чем энергетика схемы разделения №2 (453,632 мДж/час).

#### **4.5 Разделение смеси этилхлорсиланов на двух сложных колоннах с внутренней разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, соответственно.**

Для двух выбранных комплексов (с симметричной последовательностью на первом шаге разделения смеси этилхлорсиланов и с прямой на втором шаге разделения) необходимо сформировать две сложные колонны с разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, соответственно. Формирование сложных колонн происходит по алгоритму, описанному в главе 3.1 и 3.3.

Результаты моделирования первой сложной колонны, с разделительной стенкой, расположенной в средней части колонны (рис.4.6), представлены в таблице 4.7. Каждая колонна на рисунке 4.5 соответствует секции сложной колонны. Учитывая, что высоты ректификационных колонн для разделения этилхлорсиланов получились достаточно большими, было принято решение использовать в качестве массообменных устройств структурированную насадку.

Ориентируясь на предоставляемые производителями данные с характеристиками структурированных насадок, перепад давления на одной теоретической тарелке при выполнении расчетов в ChemCAD был принят равным 0.004 атм. Окончательный пересчет с выбором конкретных контактных устройств обычно выполняется на стадии подготовки исходных данных для проектируемого производства при точно заданной проектной мощности.

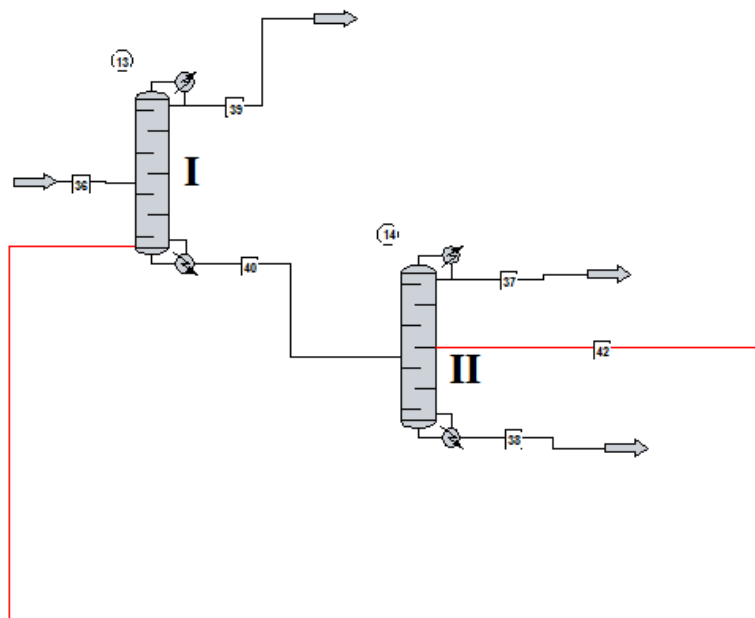


**Рисунок 4.6** Сложная ректификационная колонна с разделительной стенкой, расположенной в средней части колонны, при условии деления исходной смеси ЭХС на три фракции: легкая, средняя и тяжелая.

**Таблица 4.7** Технологические параметры сложной ректификационной колонны с разделительной стенкой, расположенной в средней части колонны, при условии деления средней фракции на три целевых продукта.

	I секция	II секция	III секция
Число тарелок	62	70	44
Тарелка питания	1,39,62	40,7	1,32
Флегмовое число	-	25,1226	-
Перепад давления по колонне, атм.	0,2492	0,28	0,176
Тепловая нагрузка конденсатора, мДж/ч	-	-71,652	-
Тепловая нагрузка кипятильника, мДж/ч	-	-	76,0407
Суммарная тепловая нагрузка, мДж/ч	0	71,652	76,0407

Результаты моделирования второй сложной колонны, с разделительной стенкой, расположенной в верхней части колонны (рис.4.7), представлены в таблице 8. Каждая колонна на рисунке 6 соответствует секции сложной колонны.



**Рисунок 4.7** Сложная ректификационная колонна с разделительной стенкой, расположенной в верхней части колонны, при условии деления средней фракции на три целевых продукта.

**Таблица 4.8** Технологические параметры сложной ректификационной колонны с разделительной стенкой, расположенной в средней части колонны, при условии деления средней фракции на три целевых продукта.

	I секция	II секция
Число тарелок	51	38
Тарелка питания	26,51	23
Флегмовое число	2,94207	1,23138
Перепад давления по колонне, атм.	0,204	0,152
Тепловая нагрузка конденсатора, мДж/ч	-56,7461	-33,9568
Тепловая нагрузка кипятильника, мДж/ч	-	84,1678
Суммарная тепловая нагрузка, мДж/ч	56,7461	118,1246

Суммарная энергетика двух сложных ректификационных колонн с разделительной стенкой, расположенной в средней и верхней частях колонн, соответственно, составляет 322,563 мДж/час, что на 31,77% меньше чем

энергетика общеизвестной схемы разделения №1 (472,725 мДж/час) и на 28,9% меньше чем энергетика схемы №2 разделения (453,632 мДж/час).

Использование сложных колонн с разделительной стенкой для разделения смеси этилхлорсиланов позволяет снизить общие энергетические затраты на разделение смеси 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 существенно сократить капитальные и эксплуатационные затраты и необходимые размеры технологической площадки.

#### **Выводы по главе 4**

1. Разработаны компьютерные модели двух общеизвестных схем разделения смеси этилхлорсиланов
2. 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.
3. 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.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведённых исследований решены важные научные задачи

1. Выполнен анализ существующих технологий получения кремнийорганических мономеров. Подробно рассмотрен прямой метод синтеза кремнийорганических мономеров.

2. Рассмотрены существующие технологические решения стадии первичного разделения продуктов прямого синтеза этилхлорсиланов.

3. Выполнен аналитический обзор современных технологических решений схем разделения с использованием принципов термодинамически обратимой ректификации: комплексы с частично и полностью связанными тепловыми и материальными потоками, колонны с внутренними разделительными стенками.

4. Рассмотрены различные пакеты моделирующих программ, которые можно использовать на этапе разработке химической технологии. Выбран пакет моделирующих программ ChemCAD, так как применение данного программного средства обеспечивает достижение цели работы, позволяет провести анализ и, при необходимости, модернизацию созданного производства.

5. Разработаны критериальные уравнения (уравнения 2.8, 2.29, 2.30), позволяющие на основании знания теплот испарения компонентов и состава исходной зеотропной смеси выбрать наиболее предпочтительный комплекс ректификационных колонн для её разделения.

6. Предлагаемые критериальные уравнения (уравнения 2.8, 2.29, 2.30) позволяют осуществить быстрый программный выбор между различными вариантами разделения трёхкомпонентной смеси на основании расчёта трех неравенств. Для рассмотренных смесей неассоциированных жидкостей, представленных веществами различных классов, ошибка сравнения суммарных энергозатрат не превышает  $\pm 2,5\%$  на всём диапазоне концентраций исходного состава.

7. Разработанные критериальные уравнения и сам метод выбора оптимальной последовательности разделения применимы для последующей оптимизации строгими расчётными методами сложных комплексов ректификационных колонн

и колонн с внутренними разделительными стенками, а также для выбора оптимальной последовательности разделения с начальными приближениями по каждой ректификационной колонне для последующего строго расчёта ректификации.

8. Разработан алгоритм расчёта, использующий предлагаемые критерии (уравнения 2.8, 2.29, 2.30), который позволяет быстро и с минимальными затратами не только определить порядок разделения, но и для выбранного комплекса колонн определить начальные приближения технологических параметров каждой колонны. Полученные значения могут быть использованы при строгом расчёте и оптимизации колонн с внутренними разделительными стенками в моделирующих программах типа ChemCAD, Aspen Plus, Pro II и им аналогичных.

9. 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.

10. Разработана компьютерная модель сложной ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки.

11. Определены точки контроля и управления работой ректификационной колонны с различным положением внутренней разделительной стенки.

12. Описана процедура динамического моделирования технологических процессов для колонн с внутренней разделительной стенкой и включающих рецикловые потоки и многоуровневые каскадные схемы регулирования.

13. На примере разработки схемы автоматического регулирования процесса разделения многокомпонентной смеси переменного состава с использованием

моделирующей программы ChemCAD продемонстрирована эффективность применения прикладных пакетов моделирующих программ для динамического моделирования химико-технологических систем, включающих колонны с внутренней разделительной стенкой.

14. Разработаны компьютерные модели двух общеизвестных схем разделения смеси этилхлорсиланов

15. 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.

16. 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.



---

## 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.*

**Приложение 1 (а). Результаты расчета по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения на первом этапе разделения смеси этилхлорсиланов на три фракции: легкая, средняя и тяжелая.**

НАИБОЛЕЕ ЭНЕРГОЭФФЕКТИВНЫЙ КОМПЛЕКС С СИММЕТРИЧНОЙ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬЮ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ КОМПЛЕКСА С СИММЕТРИЧНОЙ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬЮ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН ПРИ ЗАДАННОМ ДАВЛЕНИИ И ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ КИПЕНИЯ ЗАДАННОГО СОСТАВА МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ СИСТЕМЫ

СИСТЕМА:

№ компонента    Название компонента

1	1пс. ком
2	2пс. ком
3	3пс. ком

ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ

1. Давление потока питания ( P ) = 760 мм. рт. ст.

2. Температура потока питания ( TF ) = 96.5 С

3. Расход потока питания ( XF ) = 1.5 кмоль/час

4. Состав потока питания:

№ компонента    xF (мольн. доля)

1	0.061
2	0.825
3	0.114

5. Молярные массы компонентов

№ компонента    M, г/моль

1	169.900
2	163.506
3	150.724

6. Коэффициент избытка флегмы (при расчете рабочего флегмового числа) = 1.01

7. Модель фазового равновесия

NRTL

Матрицы коэффициентов модели NRTL(CHEMCAD)

BijBji

1пс.ком	2пс.ком	0	0
1пс.ком	3пс.ком	0	0
2пс.ком	3пс.ком	0	0

ALFAij - ALFAji

1пс.ком	2пс.ком	0	0
1пс.ком	3пс.ком	0	0

8. Давление насыщенного пара индивидуального вещества

Коэффициенты для расчета давления насыщенного пара индивидуальных веществ по температурной зависимости, Па - К  
 $P = \exp(A + B/T + C \cdot \log(T) + D \cdot (T^E))$

№ компонента	A	B	C	D	E
1	70.4020	-5505.60	-7.3965	0.0000	2
2	62.6140	-6148.20	-5.8400	0.0000	6
3	40.5466	-5693.78	-2.5877	0.0000	2

9. Температуры кипения индивидуальных веществ:

№ компонента	Tk, C(гр. Цельсия)
1	57.14
2	98.06
3	145.47

10. Теплота парообразования индивидуального вещества

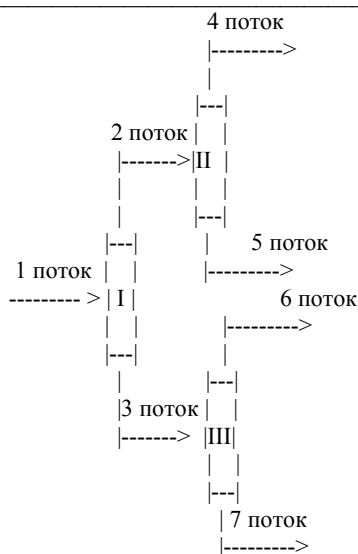
Коэффициенты для расчета теплоты парообразования индивидуальных веществ по температурной зависимости, Дж/кмоль - К  
 $T_r = T/T_{kr}$ , где  $T_{kr}[K]$ -критическая температура рассматриваемого вещества  
 $H = A \cdot ((1 - T_r)^B + C \cdot T_r + D \cdot (T_r^2) + E \cdot (T_r^3))$

№ компонента	A	B	C	D	E
1	41562000	0.3795	0.00	0.00	0
2	49482000	0.3987	0.00	0.00	0
3	48347000	0.3801	0.00	0.00	0

- 11.1 Мольная доля 1пс.ком в продуктовом потоке ( pureA ) = 0.9889 мольная доля
- 11.2 Мольная доля 2пс.ком в продуктовом потоке ( pureA ) = 1.0000 мольная доля
- 11.3 Мольная доля 3пс.ком в продуктовом потоке ( pureA ) = 0.8723 мольная доля

РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТОВ

Схема комплекса с симметричной последовательностью ректификационных колонн



РАССЧИТАННЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОТОКОВ КОМПЛЕКСА

№ потока	Температура, [град.Цельсия]	Расход, [кмоль/час]			Состав, [мольная доля]	
		1пс.ком	2пс.ком	3пс.ком		
1	96.5360	1.5327	0.061	0.825	0.114	
2	84.1924	0.4221	0.221	0.778	0.000	
3	102.4907	1.1106	0.000	0.843	0.157	
4	57.2787	0.0940	0.994	0.006	0.000	
5	98.0639	0.3280	0.000	1.000	0.000	
6	98.0651	0.8981	0.000	1.000	0.000	
7	132.0698	0.2126	0.000	0.178	0.822	

РАССЧИТАННЫЕ ПАРАМЕТРЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН КОМПЛЕКСА

Параметры	Колонна I	Колонна II	Колонна III
Минимальное флегмовое число	0.2784	1.8591	0.3394
Рабочее флегмовое число	0.2811	1.8777	0.3428
Тепловая нагрузка конденсатора, [кДж/час]	-16022	-7538	-38678
Тепловая нагрузка кипятильника, [кДж/час]	17363	8677	3034
Число тарелок	74	58	83
Тарелка питания	38	29	47

**Приложение 1 (б). Результаты расчета по разработанному алгоритму поиска оптимального пути разделения на втором этапе разделения средней фракции смеси этилхлорсиланов на три целевых компонента: этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан, диэтилдихлорсилан.**

НАИБОЛЕЕ ЭНЕРГОЭФФЕКТИВНЫЙ КОМПЛЕКС С ПРЯМОЙ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬЮ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ КОМПЛЕКСА С ПРЯМОЙ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬЮ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН ПРИ ЗАДАННОМ ДАВЛЕНИИ И ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ КИПЕНИЯ ЗАДАННОГО СОСТАВА МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ СИСТЕМЫ

СИСТЕМА:

№ компонента    Название компонента

1	1целевой
2	2целевой
3	3целевой

ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ

1. Давление потока питания ( P ) = 760 мм. рт. ст.

2. Температура потока питания ( TF ) = 91.3 С

3. Расход потока питания ( XF ) = 1.3 кмоль/час

4. Состав потока питания:

№ компонента    xF (мольн. доля)

1	0.390
2	0.370
3	0.240

5. Молярные массы компонентов

№ компонента    M, г/моль

1	129.061
2	163.506
3	157.114

6. Коэффициент избытка флегмы (при расчете рабочего флегмового числа) = 1.01

7. Модель фазового равновесия

NRTL

Матрицы коэффициентов модели NRTL(CHEMCAD)

VijVji

1целевой	2целевой	0	0
1целевой	3целевой	0	0
2целевой	3целевой	0	0

ALFAij - ALFAji

1целевой	2целевой	0	0
1целевой	3целевой	0	0
2целевой	3целевой	0	0

8. Давление насыщенного пара индивидуального вещества

-----  
 Коэффициенты для расчета давления насыщенного пара  
 индивидуальных веществ по температурной зависимости, Па - К  
 $P = \exp(A+B/T+C*\log(T)+D*(T^E))$   
 -----

№ компонента	A	B	C	D	E
1	21.9074	-3660.56	-0.0215	0.0000	2
2	62.6140	-6148.20	-5.8400	0.0000	6
3	72.5570	-7342.20	-7.1429	0.0000	6

-----  
 9. Температуры кипения индивидуальных веществ:  
 -----

№ компонента	Tк, С(гр. Цельсия)
1	75.51
2	98.06
3	130.03

-----  
 10. Теплота парообразования индивидуального вещества  
 -----

Коэффициенты для расчета теплоты парообразования  
 индивидуальных веществ по температурной зависимости, Дж/кмоль - К  
 $T_r = T/T_{kr}$ , где  $T_{kr}[K]$ -критическая температура рассматриваемого вещества  
 $H = A*((1-T_r)^B + C*T_r + D*(T_r^2) + E*(T_r^3))$   
 -----

№ компонента	A	B	C	D	E
1	43554000	0.3836	0.00	0.00	0
2	49482000	0.3987	0.00	0.00	0
3	52294000	0.3849	0.00	0.00	0

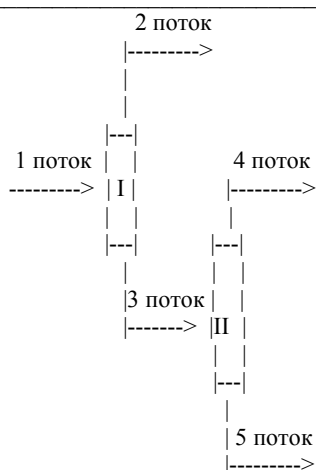
-----  
 11.1 Мольная доля 1целевой в продуктовом потоке (  $pu_{геА}$  ) = 0.9991 мольная доля

11.2 Мольная доля 2целевой в продуктовом потоке (  $pu_{геА}$  ) = 0.9939 мольная доля

11.3 Мольная доля 3целевой в продуктовом потоке (  $pu_{геА}$  ) = 0.9767 мольная доля  
 -----

### РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТОВ

-----  
 Схема комплекса с прямой последовательностью ректификационных колонн  
 -----



### РАССЧИТАННЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОТОКОВ КОМПЛЕКСА

№ потока	Температура, [град. Цельсия]	Расход, [кмоль/час]			Состав, [мольная доля]	
		1целевой	2целевой	3целевой	1целевой	2целевой
1	91.2864	1.2650	0.390	0.370	0.240	
2	75.5308	0.4926	0.999	0.001	0.000	

3	107.6328	0.7724	0.002	0.605	0.393
4	98.0319	0.4633	0.003	0.994	0.003
5	128.9274	0.3091	0.000	0.023	0.977

РАССЧИТАННЫЕ ПАРАМЕТРЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН КОМПЛЕКСА

Параметры	Колонна I	Колонна II
Минимальное флегмовое число	1.5335	1.0249
Рабочее флегмовое число	1.5489	1.0351
Тепловая нагрузка конденсатора, [кДж/час]	-35987	-30217
Тепловая нагрузка кипятыльника, [кДж/час]	-310	31511
Число тарелок	88	57
Тарелка питания	53	38

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Перерва О. В., Ендовин Ю. П., Шкодич В. Ф. Технология получения кремнийорганических мономеров: учеб. пособие. М.: КНИТУ; Казань, 2018. 171 с.
2. Alan D. Craig, Joseph V. Urenovitch, Alan G. MacDiarmid // J. of the Chem. Soc.. 1962. No.2. P. 548-553.
3. Тимошенко А.В., Анохина Е.А., Буев Д.Л. Применение графов траекторий ректификации для синтеза технологических схем разделения // Теор. основы хим. технологии. 2004. Т. 38. № 2. С. 172–175.
4. Александров И.А. Перегонка и ректификация в нефтепереработке. – М.: Химия, 1981. - 352 с.
5. Комиссаров Ю.А., Гордеев Л.С., Вент Д.П. Научные основы процессов ректификации: В 2 т. Т. 2. Учебное пособие для вузов / Под ред. Л. А. Серафимова. –М.: Химия, 2004. – 416 с.
6. Фролкова А. К., Хахин Л. А. Энтропийная оценка ректификации бинарных смесей при различных вариантах расчета процесса // Вестник МИТХТ. 2008. Т.3. № 2. С. 53-61
7. Петлюк Ф. Б., Серафимов Л. А. Многокомпонентная ректификация. Теория и расчет. – М.: Химия, 1983. - 303 с.
8. Петлюк Ф. Б., Платонов В. М., Аветьян В. С. Оптимальные схемы ректификации многокомпонентных смесей // Хим. промышленность. 1966. № 11. С. 65-69.
9. Б. Ф. Додж. Химическая термодинамика. Пер. с англ. М.Л. Карапетьянц. Под ред. В. А. Киреева // М., Изд – во иностр. мет., 1950, 786 с.
10. Alcantara-Avila J.R., Cabrera-Ruiz J., Segovia-Hernandez J.G., Hernandez S., Ben-Guang Rong. Controllability analysis of thermodynamically equivalent thermally coupled arrangements for quaternary distillations // Chemical engineering research and design. 2008. No. 86(1). P. 23-37.



11. Платонов В. М., Берго. Б. Г. Разделение многокомпонентных смесей. – М.: Химия, 1965. - 368 с.
12. Петлюк Ф.Б., Платонов В.М., Славинский Д.М. Термодинамически оптимальный способ разделения многокомпонентных смесей // Хим. пром. 1965. № 3. С. 206–211.
13. Тимошенко А.В., Анохина Е.А., Рудаков Д.Г., Тимофеев В.С., Тациевская Г.И., Матюшенкова Ю.В. Энергосбережение в ректификации с использованием комплексов со связанными потоками // Вестник МИТХТ. 2011, Т.6. №4. С 28-39.
14. Masoumi M.E., Kadkhodaie S. Optimization of Energy Consumption in Sequential Distillation Column // International Journal of Chemical and Biological Engineering. 2012. No. 6. P. 76-80.
15. Tututi-Avila S., Jiménez-Gutiérrez A., Hahn J. Analysis of Multi-Loop Control Structures of Dividing-Wall Distillation Columns Using a Fundamental Model // Processes. 2014. No. 2. P. 180-199.
16. Skiborowski M. Fast Screening of Energy and Cost Efficient intensified distillation processes // Chemical engineering transaction. 2018. No.69. P. 199-204.
17. Мавлеткулова П.О. Специальные режимы ректификации и их использование в оптимизации химико-технологических схем: диссертация кандидата технических наук. Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, Москва, 2014.
18. Aurangzeb M., Jana K. A. Dividing wall column: improving thermal efficiency, energy saving and economic performance // Applied Thermal Engineering. 2016. Vol. 106. P. 1033-1041.
19. Советин Ф.С. Разработка и применение методического обеспечения блочного компьютерного моделирования энергоресурсоёмких химико-технологических систем с применением инструментальных комплексов

- программ: диссертация кандидата технических наук. Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, 2011.
20. Петлюк Ф.Б., Платонов В.М., Кирсанов И.В. Расчет оптимальных ректификационных каскадов // Химическая промышленность. 1964. № 6. С. 445–453.
  21. Петлюк Ф.Б. Некоторые задачи оптимизации ректификационных процессов и установок: диссертация кандидата технических наук. Москва, 1965.
  22. Grunberg J. The reversible separation of multicomponent mixtures / In: Advances in cryogenic engineering: Proceed. of the 1957 Cryogenic Engineering conference. – New York, 1960. V. 2. P. 27–38.
  23. Scofield H. The reversible separation of multicomponent mixtures / In: Advances in cryogenic engineering: Proceed. of the 1957 Cryogenic Engineering conference. – New York, 1960. V. 3. P. 47–57.
  24. Серафимов Л.А., Мозжухин А.С., Науменкова Л.Б. Определение числа вариантов технологических схем ректификации n-компонентных смесей // Теор. основы хим. технологии. 1993. Т. 27. № 3. С. 292–299.
  25. Тимошенко А.В., Глушаченкова Е.А., Осипова Т.А. Выбор оптимальной структуры блока разделения С4-С6 углеводородов газофракционирующих установок // Хим. пром. 1999. № 2. С. 49–52.
  26. Кузина О.Д. Разработка энергосберегающих технологических схем ректификации многокомпонентных зетропных смесей органических продуктов: дис. ... канд. техн. наук. – М., 2000. 155 с.
  27. Буев Д.Л. Разработка энергосберегающих схем ректификации, содержащих сложные колонны: автореферат дис. ... канд. техн. наук. – М., 2002. 24 с.
  28. Rong B.-G., Kraslawski A., Turunen I. Synthesis of partially thermally coupled column configuration for multicomponent distillations // Proceed. of the Eur. Symp. on Computer Aided Process Engineering-13. 2003. P. 275.

29. Nakaiwa M., Ohmori T. Process intensification for energy savings through concept of «detuning» from ideal state // Translation from Synthesiology. 2009. Vol. 2. No 1. P.51-59.
30. Henrich F., Bouvy C., Kausch C., Lucas K., Preub M., Rudolph G., Roosen P. Economic optimization of non-sharp separation sequences by means of evolutionary algorithms // Comp. & Chem. Eng. 2008. V. 32. № 7. P. 1411–1432.
31. Wei-Zhong A., Xi-Gang Y. A simulated annealing-based approach to the optimal synthesis of heat-integrated distillation sequences // Comp. & Chem. Eng. 2009. V. 33. № 1. P. 199–212.
32. Kwangil K., Moonyong L., Sunwon P. Two-Point Temperature Control Structure Selection for Dividing-Wall Distillation Columns // Ind. Eng. Chem. Res. 2012. No. 51. P. 15683–15695.
33. Agrawal R. A method to draw fully thermally coupled distillation column configuration for multicomponent distillation // Chem. Eng. Res. & Des. 2000. V. 78, A3. P. 454–464.
34. Caballero J.A., Grossmann I.E. Thermodynamically equivalent configurations for thermally coupled distillation // AIChE J. 2003. V. 49. № 11. P. 2864–2884.
35. Caballero J.A., Grossman I.E. Design of distillation sequences: From conventional to fully thermally coupled distillation system // Comp. & Chem. Eng. 2004. V. 28. P. 2307.
36. Grossmann I.E., Aguirre P.A., Barttfeld M. Optimal synthesis of complex distillation columns using rigorous models // Comp. & Chem. Eng. 2005. V. 29. P. 1203–1215.
37. Wright R.O. Fractionation apparatus: pat. 2,471,134 U.S. 1949.
38. Stupin W.J., Lockhart F.J. Thermally coupled distillation: A case history // Chem. Eng. Progr. 1972. V. 88. № 7. P. 1–72.
39. Adrian T., Schoenmakers H., Boll M. Model predictive control of integrated unit operations: Control of a divided wall column // Chem. Eng. Process. 2004. V. 43. P. 347–355.

40. Olujic Z., Judecke M., Shilkin A., Schuch G., Kaibel B. Equipment improvement trends in distillation // *Chem. Eng. Process.: Process Intensification*. 2009. V. 48. P. 1089–1104.
41. Parkinson G. Dividing-wall columns find greater appeal // *Chem. Eng. Process*. 2007. V. 46. P. 8–11.
42. Becker H., Godorr S., Kreis H., Vaughan J. Partitioned distillation columns – why, when & how // *Chem. Eng.* 2001. V. 108. № 1. P. 68–74.
43. Kolbe B., Wenzel S. Novel distillation concepts using one-shell columns // *Chem. Eng. Process*. 2003. V. 43. P. 339–346.
44. Dwivedi D., Halvorsen I. J., Skogestad S. Control structure selection for three-product Petlyuk (dividing-wall) column // *Chemical Engineering and Processing*. 2013. No. 64. P. 57–67.
45. Schultz M.A., Stewart D.G., Harris J.M., Rosenblum S.P., Shakur M.S., O'Brien D.E. Reduce costs with dividing-wall columns // *Chem. Eng. Progr.* 2002. V. 98. P. 64–71.
46. Spencer G., Plana Ruiz F.J. Consider dividing wall distillation to separate solvents // *Hydrocarbon Process*. 2005. V. 84. P. 50.
47. Nguyen V. D. L., Lee M. Optimal retrofit of a side stream column to a dividing wall column for energy efficiency maximization // *Chemical Engineering Research and Design*. 2013. No. 91. P. 2291–2298.
48. Nguyen V. D. L., Lee M. Dividing wall column structure design using response surface methodology // *Computers and Chemical Engineering*. 2012. No. 37. P. 119–124.
49. Yildirim Ö., Kiss A. A., Kenig E. Y. Dividing wall columns in chemical process industry: A review on current activities // *Separation and Purification Technology*. 2011. No. 80. P. 403–417.
50. Kaibel B. Dividing wall columns // *Encyclopaedia of Separation Sciences*. 2007. P. 125–133.

51. Harmsen J. Process intensification in the petrochemicals industry: Drivers and hurdles for commercial implementation // Chem. Eng. Process. 2010. V. 49. P. 70–73.
52. Гартман Т.Н., Клушин Д.В., Основы компьютерного моделирования химико-технологических процессов. М.: ИКЦ Академкнига, 2006. 412 с.
53. Гартман Т.Н., Советин Ф.С. Аналитический обзор современных пакетов моделирующих программ для компьютерного моделирования химико-технологических систем // Успехи в химии и химической технологии. 2012. Т. 26. № 11. С. 117-120.
54. Khalili-Garakani A., Ivakpour J., Kasiri N. Three-component Distillation Columns Sequencing: Including Configurations with Divided-wall Columns // Iranian Journal of Oil & Gas Science and Technology. 2016. Vol. 5. No. 2. pp. 66-83.
55. Зиятдинов Н.Н., Закирова Ф.У., Рыжов Д. А., Караванов А. А. Оптимальный синтез системы ректификационных колонн как многоуровневая задача // Вестник Казанского технологического университета. 2013. №24. С. 110-117.
56. Underwood A.J.V. The theory and practice of testing stills // Trans. AIChE. 1932 V. 10. P. 112.
57. Данилов, Р. Ю. Режим минимальной флегмы в простых ректификационных колоннах / Р. Ю. Данилов, Ф. Б. Петлюк, Л. А. Серафимов // Теорет. основы хим. технологии. 2007. Т. 41. № 4. С. 394-406.
58. Мавлеткулова П. О., Серафимов Л. А., Архипова Т. В. Сравнение режимов первого и второго заданного разделения при ректификации трехкомпонентных зеотропных смесей // Вестник МИТХТ. 2013. Т. 8. № 6. С. 54-58.
59. Береговых В.В., Корабельников М.М., Серафимов Л.А. Выбор оптимальной технологической схемы ректификации тройных зеотропных смесей // Хим.-фарм. журн. 1984. № 3. С. 350–355.

60. Зиятдинова Ю.Н., Зиятдинов Н.Н. О методах оптимального синтеза ректификационных колонн // Вестник Казанского технологического университета. 2010. №9. С.735-738.
61. Зиятдинов Н.Н., Богула Н.Ю., Островский Г.М. О подходе к решению задачи оптимального проектирования системы ректификационных колонн методом ветвей и границ // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. 2010. № 2/10 (44). С. 13-16.
62. Львов С.В. Некоторые вопросы ректификации бинарных и многокомпонентных смесей. М.: АН СССР, 1960, -166 с.
63. Фролов Г.М., Шабуров М.А. Производство уксусной кислоты. Изд. 3-е, переработанное. – М.: Лесная промышленность, 1978, - 240 с.
64. Перерва О.В., Гартман Т.Н. Компьютерное моделирование статических и динамических режимов работы ректификационных установок: практическое руководство для технологов и проектировщиков. – М.: ДеЛи плюс, 2016. – 206 с.