

ПУСКОВЫЕ РЕЖИМЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ КОЛОНН ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ ДВИЖЕНИЯ ФАЗ

¹Кривошеев В.П., ²Ануфриев А.В.

¹ФГБОУ ВО «Владивостокский государственный университет экономики и сервиса»,

Владивосток, e-mail: vladimir.krivosheev@vvsu.ru;

²ФГАОУ ВО «Дальневосточный федеральный университет», Владивосток,

e-mail: anufriev.av@dvfu.ru

На основе математического моделирования выполнены исследования по минимизации времени пуска процесса циклической ректификации. Показано, что при циклической ректификации традиционный способ пуска с заполнением куба колонны питающей смесью до рабочего объема и с последующей работой колонны в режиме полного орошения менее эффективен по сравнению с пуском колонны сразу в режиме подачи питания с аналогичным заполнением куба. Установлено, что на время пуска значительно влияет объем жидкости в кубе колонны. Определены оптимальный объем жидкости в кубе колонны, разделяющей смесь толуол-ортоксиол, и оптимальное время пуска колонны. Показано, что при пуске колонны переход с режима полного орошения на рабочий режим до достижения рабочего флегмового числа предпочтительно осуществлять при рабочем отборе дистиллята изменением парового потока в колонне.

Ключевые слова: циклическая ректификация, управляемые режимы движения фаз, бинарная смесь, пусковой режим

STARTUP POLICIES FOR DISTILLATION COLUMNS WITH CYCLIC PHASE MOVEMENT

¹Krivosheev V.P., ²Anufriev A.V.

¹Vladivostok State University of Economics and Service, Vladivostok, e-mail: vladimir.krivosheev@vvsu.ru;

²Far Eastern Federal University, Vladivostok, e-mail: anufriev.av@dvfu.ru

Studies have been carried out to minimize the starting time of the cyclic distillation. The low efficiency of the traditional startup policies of the cyclic rectification column with cyclic phase movement is shown. If the reboiler is fully filled by feeding mixture, the startup of the column with the full reflux mode takes longer than the start-up immediately in the operating mode. It is established that the volume of liquid in the reboiler significantly influenced the column's startup time in the operating mode. The optimal volume of liquid in the reboiler and the optimal startup time are established for the column for the separation of the mixture of toluene-o-xylene. Shown, that the distillate at startup draw should be stabilized.

Keywords: cyclic distillation, controlled phase movement, binary mixture, startup

Процесс ректификации занимает лидирующую позицию среди всех процессов промышленного разделения компонентов, оставаясь при этом одним из самых энергоемких. Возможным способом снижения затрат является замена традиционной ректификации на циклическую ректификацию (режим раздельного движения фаз в аппарате) [1–4]. При этом запуск колонн с выходом на рабочий режим в промышленности может занимать длительное время, что также приводит к значительным энергетическим и временным затратам. В настоящее время отсутствуют исследования, посвященные пуску колонн циклической ректификации. Целью данной работы является исследование пусковых режимов ректификационных колонн при циклическом режиме движения фаз.

Способы пуска ректификационных колонн

Пуск ректификационных колонн является одной из самых сложных пусковых

операций в химической промышленности из-за высокой инерционности процесса и сильного взаимодействия между переменными. Процесс выхода колонн на рабочий режим может занимать от нескольких часов до нескольких суток.

Традиционно пуск ректификационной колонны происходит в 4 этапа:

1) прогрев холодной колонны острый паром;

2) подача флегмы для заполнения жидкостью всех тарелок;

3) режим полного орошения (ПО);

4) режим подачи питания (ПП) с отбором продуктов до выхода в стационарный режим.

Динамика процесса пуска колонны с использованием режима ПО подробно изучена в [5]. По сравнению с первыми двумя этапами (обычно меньше 1 ч) этапы 3 и 4 требуют наибольшего времени и, следовательно, обладают потенциалом для разработки оптимальных стратегий. Существуют стратегии

пуска колонны с переходом из режима ПО в режим ПП при постепенном (оптимальном) снижении флегмового числа до рабочего значения [6], а также стратегии пуска колонны в режиме нулевого орошения [7].

Стандартным критерием выхода на рабочий режим является неизменность во времени температуры или концентрации на контрольных тарелках колонны. Данный критерий также применяют для переключения с режима ПО на режим ПП. В литературных источниках описывается еще один критерий переключения с режима ПО [8]. Согласно данному критерию переключение должно происходить при минимальной разнице между температурами на выбранных тарелках и температурами стационарного рабочего режима на этих же тарелках. Иными словами, данный критерий подразумевает переключение между режимами работы колонны, не дожидаясь выхода на стационарный режим.

Описание математической модели циклической ректификации

Для исследования пусковых режимов циклической ректификации использована модель поочередной смены движения потоков пара и жидкости в колонне непрерывной ректификации бинарной смеси [9, 10]. Во время движения пара по колонне прекра-

щается подача флегмы и питающей смеси. В период спуска жидкости прекращается подача пара в колонну из ребойлера, возобновляется подача питания и флегмы в колонну, происходит переток жидкости с каждой тарелки на нижележащую тарелку.

Изменение концентрации легколетучего компонента (ЛЛК) в жидкости на тарелке в период пропускания пара описывается уравнением

$$\frac{H_i}{V_i E_i} \cdot \frac{dx_i(t)}{dt} = -y^*(x_i) + y_{i-1}(t), \quad (1)$$

где H_i – объём жидкости на ступени разделения i ; V_i – действительный расход пара по колонне в период пропускания пара; E_i – КПД по Мерфи на ступени разделения i ; x_i – концентрация ЛЛК в жидкости на тарелке i ; y_i – концентрация ЛЛК в паре на тарелке i ; $y^*(x_i)$ – равновесная концентрация ЛЛК в паре на тарелке i .

Согласно принятой модели движения жидкости при спуске считается, что в начальный момент времени жидкость на тарелку стекает в поршневом режиме (режим идеального вытеснения), и лишь по прошествии времени T_{TP} происходит перемешивание с жидкостью на тарелке (режим идеального смешения). В блоке перемешивания на тарелке процесс описывается уравнением

$$\beta H_i \cdot \frac{dz_i(t)}{dt} = \frac{\eta H_i}{(1-\gamma)\tau} \{ u(t-T_{TP}-\gamma\tau) x_{i+1}(\gamma\tau) - z_i(t) + [1-u(t-T_{TP}-\gamma\tau)] x_i(\gamma\tau) \}, \quad (2)$$

где β – коэффициент межтарельчатого перемешивания; z_i – концентрация ЛЛК в блоке перемешивания на тарелке i ; η – доля замены жидкости на тарелке; γ – доля периода пропускания пара; τ – период цикла; T_{TP} – время транспортного запаздывания перемешивания жидкости на тарелке; $u(t-T_{TP}-\gamma\tau)$ – ступенчатая знаковая функция, принимающая значение 0 при $t \leq T_{TP} + \gamma\tau$ и значение 1 при $t > T_{TP} + \gamma\tau$.

Если время транспортного запаздывания T_{TP} превышает продолжительность периода спуска жидкости, то спуск жидкости происходит без перемешивания в поршневом режиме. При этом концентрация ЛЛК на момент окончания периода спуска жидкости при $t = \tau$ для всех тарелок, кроме питающей тарелки, описывается алгебраическим уравнением

$$x_i(\tau) = \eta x_{i+1}(\gamma\tau) + (1-\eta) x_i(\gamma\tau). \quad (3)$$

Если время транспортного запаздывания перемешивания жидкости меньше периода спуска жидкости, происходит изменение

концентрации ЛЛК из-за перемешивания жидкости. В таком случае концентрация ЛЛК к концу периода стекания жидкости рассчитывается по уравнению

$$x_i(\tau) = \beta z_i(\tau) + \frac{\eta}{(1-\gamma)\tau} \cdot \int_{\tau-T_{TP}}^{\tau} z_{i+1}(t) dt. \quad (4)$$

Пуск колонны в режиме полного орошения

При моделировании пускового режима каждая тарелка и куб колонны заполнялись жидкостью с составом, равным составу питания. Далее функционирование колонны моделировалось в режиме ПО с последующим переходом в режим ПП. Признаком выхода на режим псевдостационарности является снижение скорости изменения температуры в начале периода пропускания пара, усредненной на выбранном числе циклов процесса, до заданного значения. В данной работе это значение принято равным $0,01^\circ\text{C}/\text{мин}$ при усреднении на интервалах по 60 циклов процесса (10 мин).

Таблица 1

Время выхода колонны на псевдостационарный режим при разных стратегиях пуска

Стратегия пуска	Время выхода на псевдостационарный режим, мин		
	Режим ПО	Режим ПП	Общее время
ПО	20	—	20
ПП	—	240	240
ПО + ПП	20	240	260
ПО* + ПП	15	240	255
ПО* + ПП	10	240	250
ПО* + ПП	5	240	245
ПО* + ПП	3	240	243
ПО* + ПП	1	240	241

Примечание. * – без выхода на псевдостационарный режим.

Объектом исследования выбрана колонна разделения идеальной модельной смеси толуол-ортоксиол со следующими параметрами: концентрация ЛЛК в питании $x_F = 0,5$ мол. д.; число тарелок колонны $N = 11$; номер питающей тарелки $f = 6$; КПД тарелки по Мерфри $E = 1$; давление в дефлегматоре $P_D = 101,3$ кПа; расход питания $G_F = 100$ моль/ч, средний расход пара по колонне $G_V = 100$ моль/ч; флегмовое число $R = 1$. Заданы параметры циклической модели, соответствующие поршневому режиму стекания жидкости: объем куба $H_W = 50$ моль; время цикла $\tau = 10$ с; доля ППП $\gamma = 0,5$; степень межтарельчатого перемешивания $\beta = 0$; доля замены жидкости на тарелке $\eta = 1$. При данных параметрах концентрация толуола в дистилляте и кубовом продукте составили соответственно 0,931 мол. д. и 0,073 мол. д.

Результаты моделирования пуска колонны с разными стратегиями пуска представлены в табл. 1.

Выход в псевдостационарное состояние работы колонны при пуске ее только в режиме ПО занял 20 мин, а при пуске только в режиме ПП занял 240 мин. Время полного пуска колонны в режиме ПО с последующим переключением в режим ПП составило 260 мин. Это время совпадает с суммарным временем выхода в псевдостационарное состояние при пуске колонны только в режиме ПО и только в режиме ПП. Пошаговое снижение времени функционирования колонны в режиме ПО с 20 мин до 0 мин не сократило время выхода на всевостационарный режим при ПП. Аналогичная ситуация сохраняется при варьировании флегмового числа в диапазоне от 0,2 до 10. Следовательно, пуск колонн циклической ректификации по традиционной схеме производить неэффективно.

Пуск колонны с изменяемым объёмом жидкости в кубе колонны

Анализ изменения концентраций на тарелках при традиционном пуске колонны циклической ректификации в режиме полного орощения показал, что из-за высокого содержания ЛЛК в кубе и большой ёмкости куба по отношению к объёму жидкости на тарелках, наблюдается избыток ЛЛК по сравнению с рабочим режимом функционирования колонны (табл. 2). Для снижения концентрации ЛЛК предлагается осуществлять пуск колонны в режиме ПО с уменьшенным объемом жидкости в кубе до достижения условия псевдостационарности. При последующем переключении колонны в режим ПП отбор кубового продукта не производится до достижения рабочего объема жидкости в кубовой ёмкости.

В рамках исследования пуска колонны циклической ректификации с изменяемым объемом жидкости в кубовой ёмкости решались следующие задачи:

1) определить влияние объема жидкости в кубе на время пуска колонны для заданного рабочего режима;

2) определить влияние технологических параметров работы колонны на оптимальный начальный объем жидкости в кубе на примере изменения флегмового числа.

Влияние объема жидкости в кубе на время пуска колонны для заданного рабочего режима представлено на рис. 1. Заметное снижение времени пуска наблюдается при снижении начального объема жидкости в кубе до 20%. Соответствующий минимальному времени выхода на рабочий режим начальный объем жидкости в кубе составил 2% при сокращении времени пуска в 5 раз. При оптимальном объеме жидкости в кубе колонны в режиме ПО достигается практически полное разделение компонентов (табл. 3).

Таблица 2

Профиль концентрации легколетучего компонента в псевдостационарном режиме

Псевдостационарный режим	Концентрация легколетучего компонента на ступенях разделения, мол. д.						
	Куб	2	4	6	8	10	Дефлегматор
ПО	0,470	0,981	0,999	1,000	1,000	1,000	1,000
ПП	0,073	0,381	0,485	0,500	0,538	0,753	0,931

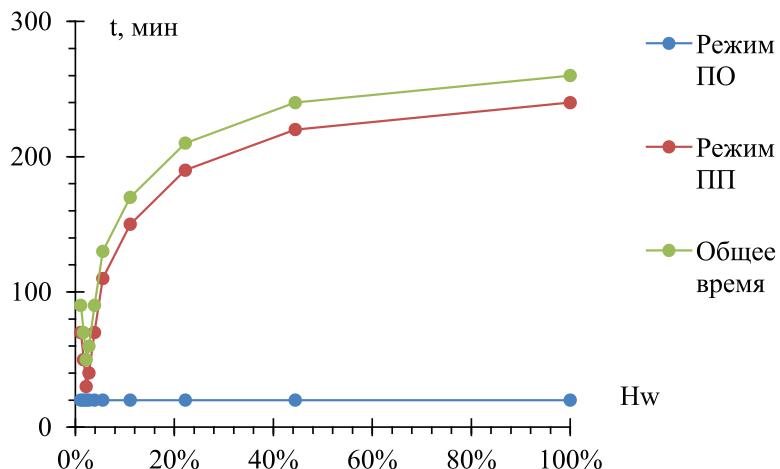


Рис. 1. Зависимость времени выхода колонны на рабочий режим от начального объема жидкости в кубе

Таблица 3

Профиль концентрации легколетучего компонента в псевдостационарном режиме с изменяемым объемом жидкости в кубе

Псевдостационарный режим	Концентрация легколетучего компонента на ступенях разделения, мол. д.						
	Куб	2	4	6	8	10	Дефлегматор
ПО	0,000	0,021	0,509	0,971	0,999	1,000	1,000
ПП	0,063	0,370	0,483	0,500	0,538	0,753	0,931

Влияние флегмового числа при постоянном паровом потоке на время пуска и оптимальный объем жидкости в кубе показано на рис. 2.

Из рис. 2 следует, что как зависимость снижения времени пуска (а), так и зависимость оптимального начального объема (б) имеют экстремальный характер. При этом нелинейность указанных зависимостей наблюдается в области малых флегмовых чисел (от 0 до 2). С ростом флегмового числа наблюдается пропорциональное увеличение оптимального объема жидкости в кубе и времени пуска.

Влияние флегмового числа при постоянном отборе дистиллята на время пуска и оптимальный объем жидкости в кубе показано на рис. 3.

Сравнение зависимостей снижения времени пуска (а) и оптимального начального объема (б) от флегмового числа при

постоянном паровом потоке (рис. 2) и при постоянном отборе дистиллята (рис. 3) показывает, что в обоих случаях нелинейный характер рассматриваемых зависимостей наблюдается в одном диапазоне флегмовых чисел (от 0 до 2). Однако при постоянном объеме дистиллята с ростом флегмового числа при пропорциональном увеличении оптимального объема жидкости в кубе время пуска колонны остается практически неизменным (рис. 3, а). К тому же во всем рассматриваемом диапазоне флегмовых чисел при постоянном отборе дистиллята время пуска ниже, чем время пуска при постоянном паровом потоке. Это свидетельствует о том, что поддержание флегмового числа на заданном значении за счет внутренних потоков в колонне без изменения отбора дистиллята приводит к снижению времени пуска колонны.

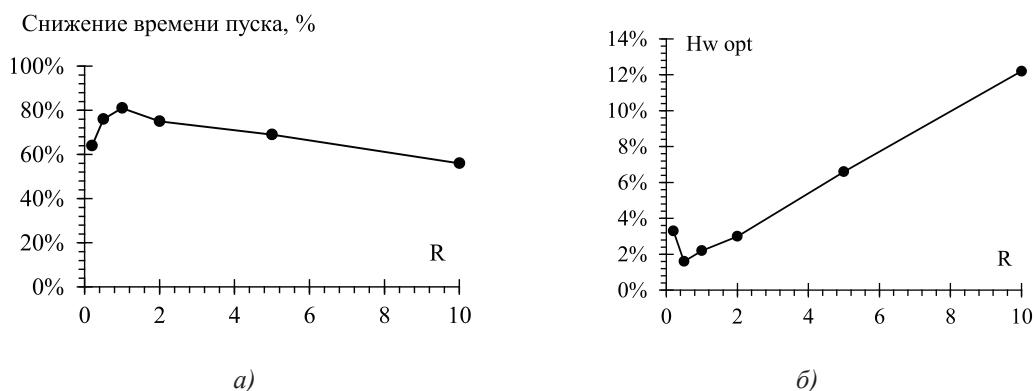


Рис. 2. Зависимость снижения времени пуска (а) и оптимального начального объема жидкости в кубе (б) от флегмового числа при постоянном паровом потоке

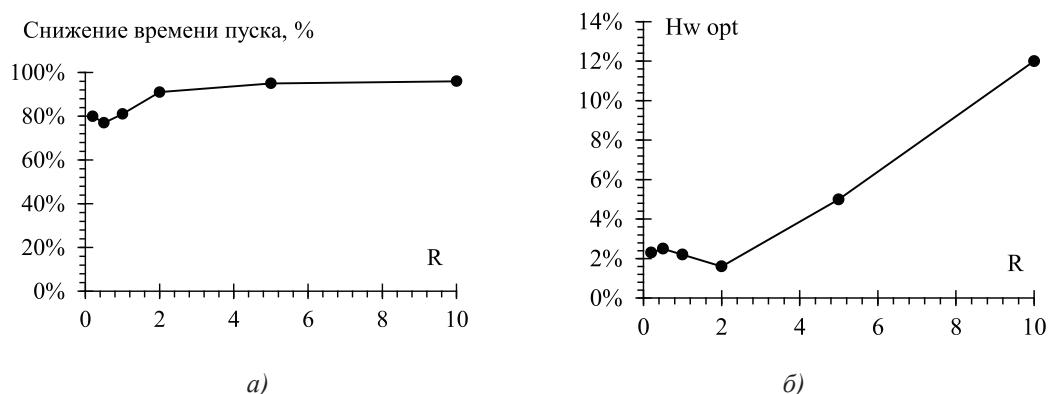


Рис. 3. Зависимость снижения времени пуска (а) и оптимального начального объема жидкости в кубе (б) от флегмового числа при постоянном отборе дистиллята

Заключение

При моделировании пусковых режимов процесса циклической ректификации на примере разделения бинарной смеси толуол-ортоксиол показано, что работа колонны в режиме полного орошения для установления концентрационного профиля не снижает время выхода на рабочий режим. Установлено, что минимизация времени пуска колонны может быть обеспечена уменьшением объема жидкости в кубе колонны до оптимальной величины в режиме полного орошения. При выходе на рабочий режим отбор дистиллята следует стабилизировать на рабочем значении, а рабочее флегмовое число нужно поддерживать подачей пара в колонну.

Список литературы

1. Patrut C., Bildea C.S., Lita I., Kiss A.A. Cyclic distillation – Design, control and applications // Separation and Purification Technology. – 2014. – Vol. 125. – P. 326–336.
2. Maleta B.V., Shevchenko A., Bedryk O., Kiss A.A. Pilot-scale studies of process intensification by cyclic distillation // AIChE Journal. – 2015. – Vol. 61, № 8. – P. 2581–2591.
3. Bildea C.S., Patrut C., Jorgensen S.B., Abildskov J., Kiss A.A. Cyclic distillation technology – a mini-review // Journal of Chemical Technology & Biotechnology. – 2016. – Vol. 91, № 5. – P. 1215–1223.
4. Toftegard B., Clausen C.H., Jorgensen S.B., Abildskov J. New Realization of Periodic Cycled Separation // Industrial & Engineering Chemistry Research. – 2016. – Vol. 55, № 6. – P. 1720–1730.
5. Ruiz A., Cameron I., Gani R. Generalized dynamic model for distillation columns-III. Study of startup operations // Computers and Chemical Engineering. – 1988. – Vol. 12, № 1. – P. 1–14.
6. Woinaroschy A., Isopescu R. Time-Optimal Control of Dividing-Wall Distillation Columns // Industrial & Engineering Chemistry Research. – 2010. – Vol. 49. – P. 9195–9208.
7. Kruse C., Fieg G., Wozny G. A new time-optimal strategy for column startup and product changeover // Journal of Process Control. – 1996. – Vol. 6. – P. 187–193.
8. Yasuoka H., Nakanishi E., Kunugita E. Design of an online startup system for a distillation column based on a simple algorithm // International Chemical Engineering. – 1985. – Vol. 11, № 3. – P. 337–342.
9. Кривошеев В.П. Основы и эффективность циклических режимов процесса ректификации / В.П. Кривошеев, А.В. Ануфриев // Фундаментальные исследования. – 2015. – № 11–2. – С. 267–271.
10. Ануфриев А.В. Моделирование циклических режимов процесса бинарной ректификации / А.В. Ануфриев, В.П. Кривошеев // Фундаментальные исследования. – 2015. – № 11–2. – С. 227–231.