

醋酸甲酯水解过程厂级经济控制

尹俊华, 薄翠梅*, 黄燕, 丁帅

(南京工业大学电气工程与控制科学学院, 江苏 南京 211816)

摘要: 针对 PTA 生产过程中副产物醋酸甲酯水解回收工艺, 在已建立的稳态优化模型基础上, 进行厂级经济控制。首先确定整个工艺的控制目标与被控变量; 再基于“Top-Down”的设计准则设计多回路厂级控制结构 CS1; 最后利用 Aspen Dynamic 软件仿真, 添加进料流量和进料成分随机扰动, 分析动态响应情况和控制效果, 并与传统厂级控制结构 CS2 结果进行对比。仿真结果表明, CS1 设计更简单, 调节时间更短, 稳态误差更小。

关键词: 醋酸甲酯水解; 反应精馏; 经济厂级控制; 动态仿真

中图分类号: TP13

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2018)08-0221-06

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2018.08.049

Plant-wide economic control of methyl acetate hydrolysis process

YIN Jun-hua, BO Cui-mei*, HUANG Yan, DING Shuai

(College of Electrical Engineering and Control Science, Nanjing Tech University, Nanjing 211816, China)

Abstract: Based on the built steady-state optimization model, plant-wide economic control is executed onto the hydrolysis and recovery process of methyl acetate generated in PTA production plant. Firstly, the control objectives and controlled variables of the whole process are confirmed. Then, multi-loops plant-wide control scheme CS1 is designed on the base of “Top-Down” design guidelines. Finally, dynamic response and control effect are analyzed through using Aspen Dynamic software to simulate with adding random disturbances of feed flow and feed composition, which are compared with the results of traditional plant-wide control scheme CS2. Simulation results show that CS1 exhibits a simpler design, a shorter setting time and a smaller steady-state error.

Key words: hydrolysis of methyl acetate; reactive distillation; plant-wide economic control; dynamic simulation

在精对苯二甲酸 (PTA) 生产中, 副产物醋酸甲酯会造成醋酸损耗^[1]。将醋酸甲酯水解为醋酸和甲醇, 既可以实现资源再利用, 又可以减少环境污染^[2]。国内展开了对醋酸甲酯水解催化精馏技术的开发与研究, 韩社教等^[3]进行醋酸甲酯反应精馏研究, 水解率可提高 15% 以上。王良恩等^[4]将醋酸甲酯水解专利用于 PTA 生产中, 取得了较好的经济效益。赵素英等^[5]将催化精馏与固定床联合工艺用于醋酸甲酯水解, 使水解率由 65.5% 提高到 75.7%。

近年来, 基于“Top-Down”设计准则逐渐在国外被应用到厂级控制领域。Jagtap 等^[6]通过对一个简单的带循环流股的精馏过程采用“Top-Down”设计方法进行控制系统设计, 归纳提出了设计过程的 5 个基本步骤。Vivek 等^[7]和 Debasis Maity 等^[8]分别就厂级异丙苯生产过程设计了基于经济指标要求的厂级控制方案。Rahul 等^[9]设计了厂级乙苯生产过

程的经济控制方案, 并与传统厂级控制方案进行对比, 发现新控制方案在对扰动的抑制上具有更好的效果。

本研究针对某化工厂 PTA 副产物醋酸甲酯水解回收工艺, 在已建立的稳态优化模型基础上, 根据“Top-Down”设计准则设计经济厂级控制结构, 并与传统厂级控制结构相比较, 最后进行动态仿真, 对比分析仿真结果。

1 工艺描述

1.1 工艺流程

某化工厂 PTA 醋酸甲酯水解回收工艺的简化流程图如图 1 所示。C3 为进料混合罐, R1 为固定床预反应器, C1 为反应精馏塔, C2 为甲醇回收塔。醋酸甲酯混合物和水进入 C3 混合, 经预热器加热进入 R1, 在固体酸催化剂作用下, 醋酸甲酯水解生成醋酸和甲醇。R1 出料送至 C1 塔继续反应, 醋酸甲

收稿日期: 2018-01-25; 修回日期: 2018-06-05

基金项目: 国家自然科学基金项目 (61673205, 21727818); 江苏省自然科学基金项目 (BK20141461)

作者简介: 尹俊华 (1993-), 男, 硕士生; 薄翠梅 (1973-), 女, 教授, 研究方向为化工过程建模与优化控制, 通讯联系人, lj_bcm@163.com。

酯、水、苯等形成共沸物由塔顶采出后,部分回流,部分循环至 C3 罐。C1 塔釜水解产物醋酸和甲醇送入 C2 回收塔。在 C2 回收塔中,高浓度甲醇侧线采出,塔釜为含水醋酸产品,塔顶蒸气进入塔顶冷凝器冷凝,冷凝液大部分回流至 C3 罐。

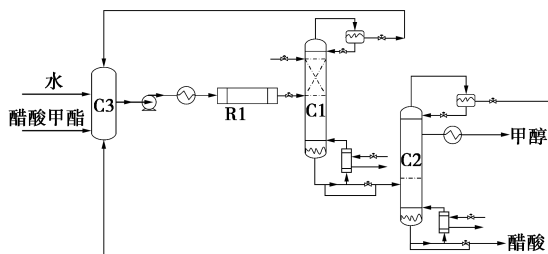
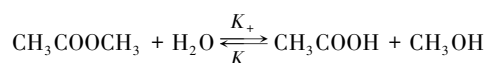


图 1 醋酸甲酯水解工艺流程

1.2 反应动力学

醋酸甲酯水解过程是典型的可逆反应过程(A+B-C+D),反应方程式如下:



在催化水解醋酸甲酯过程中,采用 Amberlyst35 型树脂作为固体催化剂催化水解醋酸甲酯,宏观动力学方程^[10]为:

$$r = m(K_+ w_a w_b - K_- w_c w_d)$$

其中:

$$K_+ = 1.161 \times 10^5 \exp(-58600/RT)$$

$$K_- = 1.648 \times 10^4 \exp(-47980/RT)$$

式中, r 为反应速率; K_+ 和 K_- 分别为正反应与逆反应的反应速率常数; m 为催化剂质量; w_a 、 w_b 、 w_c 、 w_d 分

别为反应物醋酸甲酯、水、甲醇和醋酸的质量分数; T 为温度; R 为摩尔气体常数。

2 厂级控制结构设计

2.1 经济厂级控制结构(CS1)设计

基于“Top-Down”设计准则的经济厂级控制采用自上而下的设计思路,具体步骤^[7-9,11]如下。

(1) 确定控制目标和控制自由度:在稳态优化设计基础上,根据工艺要求,合理确定产品质量和目标产物作为设计控制结构的控制目标,并确定控制系统的被控变量。

(2) 经济控制回路设计:选择与经济指标相关或间接相关的被控变量设计经济控制回路。所述的经济指标为产物的产量和质量,所述的与经济指标相关的被控变量通常是工艺的进料量、精馏塔的上升蒸气量和产物纯度(或不纯度)。

(3) 平衡控制回路设计:选择与生产过程密切相关的温度、压力、液位过程变量以及经济控制回路剩余的控制自由度设计平衡控制回路。

(4) 扰动运行,分析控制结构性能,若性能差则重新设计平衡控制回路中不常规的回路。

2.1.1 控制目标与被控变量

醋酸甲酯水解回收工艺在生产指标上有 2 个控制目标:①侧线采出甲醇质量分数大于 97%;②C2 塔底采出醋酸质量分数>10%。

在醋酸甲酯水解回收工艺中,有 15 个被控变量,分别是 C1 塔和 C2 塔塔顶、塔底液位 L1~L4,

(上接第 220 页)

- [9] Suphanit B, Bischert A, Narataruksa P. Exergy loss analysis of heat transfer across the wall of the dividing-wall distillation column[J]. Energy, 2007, 32(11): 2121-2134.
- [10] Hernández S, Segovia-Hernández J G, Rico-Ramírez V. Thermodynamically equivalent distillation schemes to the Petlyuk column for ternary mixtures[J]. Energy, 2006, 31(12): 2176-2183.
- [11] Sun J, Ge H, Chen W, et al. CFD simulation and experimental study on vapour splitter in packed Divided Wall Column[J]. Canadian Journal of Chemical Engineering, 2016, 93(12): 2261-2265.
- [12] Huaqiang G, Xiangwu C, Nan C, et al. Experimental study on vapour splitter in packed divided wall column[J]. Journal of Chemical Technology & Biotechnology, 2016, 91(2): 449-455.
- [13] Sun D. New progress in separation technique of packed column[J]. Chemical Industry & Engineering Progress, 2002, 21(10): 769-772.

- [14] Qin Z G. Design and type selection of liquid distribution in filling layers of filling column[J]. Modern Chemical Industry, 2003, (S1): 221-224, 227.
- [15] Liu D Y. Revamping and application of liquid distributor[J]. Modern Chemical Industry, 2002, (2): 42-43, 45.
- [16] Fang J, Wang B, Chunli L I, et al. Separation of dichloromethane-acetonitrile-water-hexamethyl disiloxane with dividing wall column by azeotropic distillation[J]. Ciesc Journal, 2013, 64(3): 963-969.
- [17] Gong C, Yu A, Luo Y, et al. Design, simulation and optimization of fully thermally coupled distillation column[J]. Ciesc Journal, 2012, 63(1): 59-59.
- [18] Gómez-Castro F I, Segovia-Hernández J G, Hernández S, et al. Dividing wall distillation columns: Optimization and control properties[J]. Chemical Engineering & Technology, 2010, 31(9): 1246-1260. ■

C1塔和C2塔塔顶压力 $P1$ 、 $P2$,醋酸甲酯进料流量 F_{MeAc} ,水进料流量 F_{water} 、 f_{water} ,R1出料温度 T_{out} ,C1塔和C2塔塔顶回流量 $FR1$ 、 $FR2$,C1塔和C2塔塔内上升蒸气量 $VS1$ 、 $VS2$,侧线采出甲醇质量分数 X_{MeOH} 。

2.1.2 经济控制回路设计

在整个工艺流程中,已知混合物进料流量是5 140.69 kg/h,因此与生产经济指标相关的变量有3个:C1塔上升蒸气量 $VS1$,C2塔上升蒸气量 $VS2$ 和侧线采出甲醇质量分数 X_{MeOH} 。

上升蒸气量大小决定了循环流股的回流量大小,当循环流股流量增加时,将会影响新鲜流股进料导致产品量减少。为使整个生产过程在最经济的工作下运行, $VS1$ 、 $VS2$ 应当被控制在稳态设定值,被控变量为塔顶第二块塔板的上升蒸气质量流量,操纵变量为再沸器加热量 Q_{reb1} 、 Q_{reb2} 。

一般对采出产品成分控制时,使用再沸器加热量来调节关键组分的含量,使产品纯度维持在稳定状态。由于之前已经使用C2塔再沸器加热量来与该塔上升蒸气量进行配对,因此选择C2塔塔顶回流量与侧线采出甲醇含量进行配对,保证产品质量。

2.1.3 平衡控制回路设计

首先使精馏塔的塔底液位、冷凝器液位、塔顶压力保持稳定,保证整个生产过程的总体物料平衡。

接下来要添加的控制回路就是灵敏板温度控制回路和进料回流比控制回路。在反应精馏和普通精馏过程中,灵敏板温度可以间接反映产品成分变化^[12]。用稳态增益矩阵奇异值分解法对塔板温度和再沸器加热量之间的灵敏度进行分析^[13]。图2为C1塔塔板灵敏度响应曲线,图3为C2塔塔板灵

敏度响应曲线,由图可知C1塔和C2塔灵敏板分别为第14和第12块塔板。

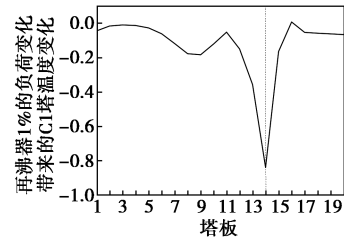


图2 C1灵敏度响应

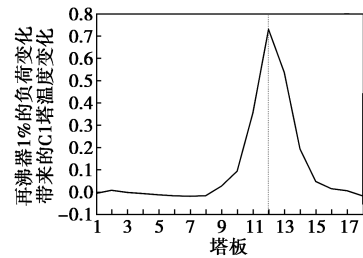


图3 C2灵敏度响应

对灵敏板温度进行控制时,使用C1塔混合物进料流量 $FC2$ 作为操作变量与该塔灵敏板温度 $TC2$ 进行配对,使用C2塔进料流量 $FC3$ 作为操作变量与该塔灵敏板温度 $TC3$ 进行配对。此外,通过调节2个塔的塔顶回流量 $FR1$ 、 $FR2$ 使两塔回流与进料量 $FC2$ 、 $FC3$ 保持稳定。由于C2塔塔顶回流量被用来调节侧线采出流股中甲醇含量,因此使用串级控制结构,甲醇含量作为主回路调节进料与回流的比值。

2.1.4 整体控制结构

CS1整体控制结构如图4所示,控制回路描述如表1所示。

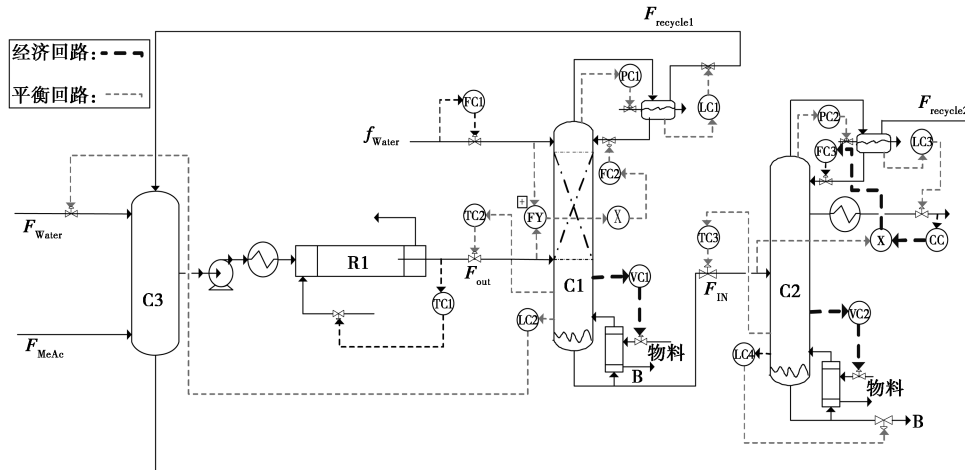


图4 CS1整体控制结构

表 1 CS1 控制回路描述

被控变量	操作变量	控制目标	控制器
R1			
出料温度	冷却水流量	70℃	TC1
C1			
上升蒸汽量	再沸器加热量	3370.98 kg/h	VC1
灵敏板温度	R1 出料流量	64.57℃	TC2
塔釜液位	C3 进料水流量	1.44 m	LC2
塔顶液位	C1 塔顶采出量	3.20 m	LC1
塔顶压力	冷凝器冷凝量	101 kPa	PC1
F_{output}/F_R	塔顶回流量	0.182	FC2
C2			
甲醇纯度	F_{IN}/F_R	0.9764	CC
灵敏板温度	再沸器加热量	CC2 输出	TC3
塔釜液位	C2 塔底采出量	2.03 m	LC4
上升蒸汽量	再沸器加热量	8355.70 kg/h	VC2
塔顶液位	C2 侧线采出量	0.09 m	LC3
塔顶压力	冷凝器冷凝量	101 kPa	PC2
F_{IN}/F_R	塔顶回流量	CC 输出	FC3

2.2 传统厂级控制结构 (CS2) 设计

传统控制结构设计时,采用先部分后整体的控制回路设计思路。针对醋酸甲酯水解回收工艺,将整个过程分为进料单元、预反应器单元、反应精馏单元和甲醇回收单元 4 个生产过程,分别设计控制回路,然后将设计的控制回路组合,最后再根据生产要

求添加其他控制回路,最终形成完整的传统厂级控制结构 CS2^[14-16]。

(1) 进料流量控制 (feed flow control)

在 C1 塔和 C2 塔回流至混合罐的循环流股中, C2 塔塔顶循环流股中流量较少,不加以控制。C1 塔塔顶循环流股中主要成分为醋酸甲酯,为保证醋酸甲酯和水的流量稳定,需施加进料比值控制回路,操纵变量为水进料量。

(2) 预反应器控制 (pre-reactor control)

通常情况下,通过夹套冷却水流量对反应器出料口温度进行控制可使反应器工作在稳定状态下,操作变量为水进料量。

(3) C1 反应精馏塔控制 (control of C1 column)

PC1 调节塔顶回流保持塔顶压力稳定, LC1、LC2 分别调节塔顶和塔底采出流量保持液位不变。FC2 调节塔顶水进料流量, FC3 调节进入 C1 塔混合物流量保持混合物进料与塔顶回流不变。TC1 调节再沸器加热量控制灵敏板温度,使塔顶馏出物进入 C2 塔时成分大致稳定。

(4) C2 甲醇回收塔控制 (control of C2 column)

PC2 调节塔顶回流量保持塔顶压力不变。由于塔顶循环流股流量较小,因此使用 LC3 调节侧线采出量保持塔顶液位不变。LC4 调节塔底采出量保持塔底液位不变。TC2 通过控制再沸器加热量调节灵敏板温度,使塔内成分和温度分布稳定。

CS2 整体控制结构如图 5 所示,控制回路描述如表 2 所示。

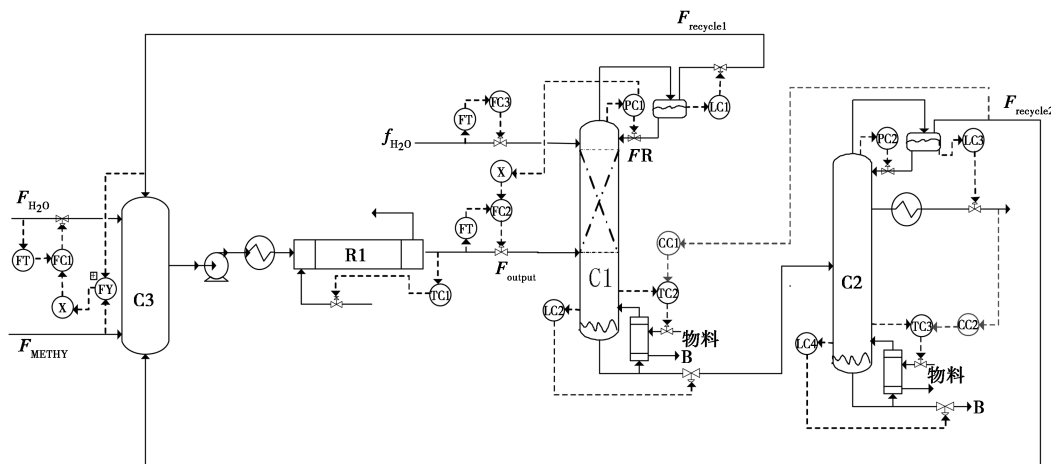


图 5 CS2 整体控制结构

3 动态仿真

在 Aspen Dynamic 中建立醋酸甲酯水解工艺的

动态模拟系统,在系统平稳运行 1 h 后,分别添加醋酸甲酯±10%的进料流量扰动和±5%的进料成分扰动,分别对 CS1 和 CS2 2 种控制结构进行仿真验证。

表2 CS2控制回路描述

被控变量	操作变量	控制目标	控制器
F_{H_2O}/F_{METHY}	进料水流量	4.662	FC1
R1			
出口温度	冷却水流量	70℃	TC1
C1			
Foutput/FR	R1出口流量	0.182	FC2
灵敏板温度	再沸器加热量	CC1输出	TC2
塔釜液位	C1塔底采出量	1.44 m	LC2
塔顶液位	C1塔顶采出量	3.20 m	LC1
塔顶压力	C1塔顶冷凝量	101 kPa	PC1
C2			
甲醇纯度	C2灵敏板温度	0.9764	CC2
醋酸甲酯纯度	C1灵敏板温度	0.00275	CC2
灵敏板温度	再沸器加热量	CC2输出	TC3
塔釜液位	C2塔底采出量	2.03	LC4
塔顶液位	C2侧线采出量	0.09	LC3
塔顶压力	C2塔顶冷凝量	101 kPa	PC2

3.1 CS1动态仿真结果

(1) ±10%的醋酸甲酯进料流量扰动

由图6和图7可知,当进料流量发生扰动时,甲醇的质量分数在6h后恢复到稳态设计值。醋酸质量分数5h后变化速率放缓,虽有波动,但是符合生产指标要求。

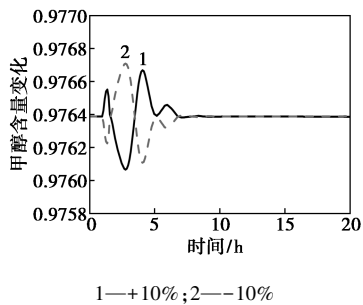


图6 进料流量扰动下甲醇质量分数

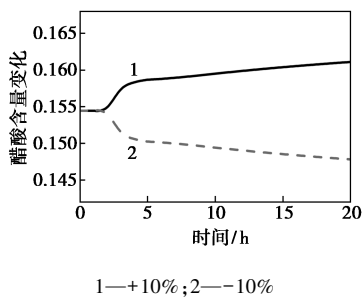


图7 进料流量扰动下醋酸质量分数

(2) ±5%的醋酸甲酯进料成分扰动

由图8和图9可知,当进料成分发生扰动时,甲

醇的质量分数在7h后恢复到稳态设计值。醋酸质量分数5h后变化速率放缓,虽有波动,但是符合生产指标要求。

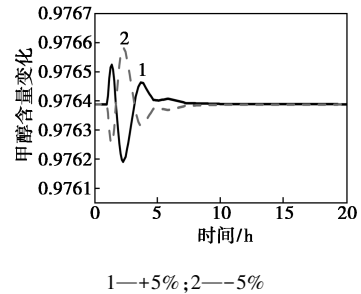


图8 进料成分扰动下甲醇质量分数

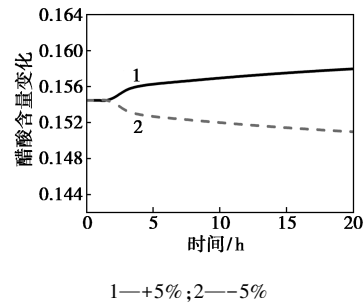


图9 进料成分扰动下醋酸质量分数

3.2 CS2动态仿真结果

(1) ±10%的醋酸甲酯进料流量扰动

由图10和图11可知,当进料流量发生扰动时,甲醇的质量分数在5h后恢复到稳态设计值附近,且余差越来越小。醋酸纯度5h后变化速率放缓,虽有波动,但是符合生产指标要求。

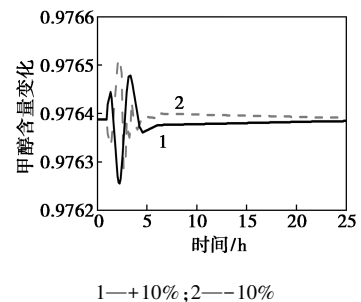


图10 进料流量扰动下甲醇质量分数

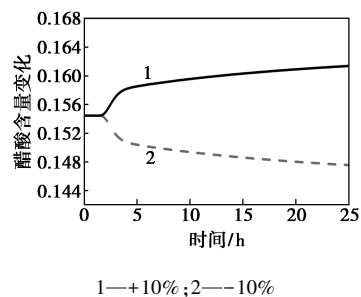


图11 进料流量扰动下醋酸质量分数

(2) ±5% 的醋酸甲酯进料成分扰动

由图 12 和图 13 可知,当进料成分发生扰动时,甲醇的质量分数在 6 h 后恢复到稳定状态。醋酸质量分数 5 h 后变化速率放缓,虽有波动,但是符合生产指标要求。

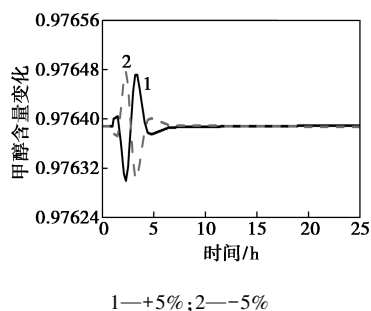


图 12 进料成分扰动下甲醇质量分数

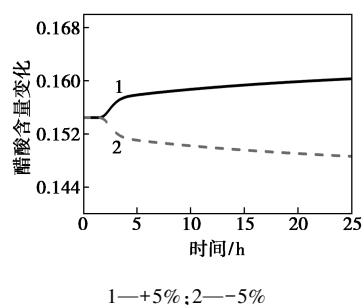


图 13 进料成分扰动下醋酸质量分数

3.3 仿真结果对比

在对 CS1 和 CS2 的性能指标做对比分析时,主要对比了 2 种控制方案的调节时间 t_s 和稳态误差 $e(\infty)$,比较结果如表 3 所示。

表 3 控制结构性能指标

扰动类型	t_s/h		响应类别	$e(\infty)$	
	CS1	CS2		CS1	CS2
流量扰动	7	9	甲醇响应	2.54×10^{-7}	4.78×10^{-6}
			醋酸响应	4.6×10^{-3}	6.4×10^{-3}
成分扰动	6	8	甲醇响应	3.08×10^{-8}	1.17×10^{-7}
			醋酸响应	6.6×10^{-3}	9.5×10^{-3}

由表 3 可知,CS1 调节时间比 CS2 短,CS1 稳态误差比 CS2 小。从控制效果来说,CS1 与 CS2 控制效果相差不大,但从设计过程来看,使用“Top-Down”方法设计控制结构目的性更强,设计步骤相对于传统控制结构的设计思路而言更简单。

4 结语

(1) 针对醋酸甲酯水解回收工艺,在已建立的

稳态优化模型基础上,设计基于“Top-Down”设计准则的厂级控制结构 CS1,利用 Aspen Dynamic 软件仿真,分析仿真结果,并与传统厂级控制结构 CS2 对比。

(2) 为一般化工工艺的厂级控制结构设计提供了一种以经济指标优先的设计方法,并以醋酸甲酯水解回收工艺为例,验证了该方法的可行性和有效性。

参考文献

- [1] 王振新.精对苯二甲酸装置乙酸甲酯回收与利用[J].江苏化工,2004,32(1):43-45.
- [2] 邱挺.醋酸甲酯催化精馏水解新工艺及相关基础研究[D].天津:天津大学,2002.
- [3] 韩社教,金涌,俞芷青.醋酸甲酯水解的新工艺[J].化学反应工程与工艺,1997,13(1):82-86.
- [4] 福州大学.精对苯二甲酸生产中副产物醋酸甲酯水解工艺及其设备;CN,1927792[P].2009.
- [5] 赵素英,周进银,杨柏川,等.催化精馏与固定床联合工艺用于乙酸甲酯水解[J].化工进展,2011,30(4):725-728.
- [6] Jagtap R, Kaistha N, Skogestad S. Economic plantwide control over a wide throughput range: A systematic design procedure[J]. AIChE Journal, 2013, 59(7):2407-2426.
- [7] Vivek Gera, Mehdi Panahi, Sigurd Skogestad, et al. Economic plantwide control of the cumene process[J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2013, 52(2):830-846.
- [8] Debasis Maity, Rahul Jagtap, Nitin Kaistha. Systematic top-down economic plantwide control of the cumene process[J]. Journal of Process Control, 2013, 23(10):1426-1440.
- [9] Rahul Jagtap, Ashok S Pathak, Nitin Kaistha. Economic plantwide control of the ethyl benzene process[J]. AIChE Journal, 2013, 59(6):1996-2014.
- [10] 潘远波,李维新,沈品德.精对苯二甲酸生产中副产物醋酸甲酯催化精馏水解研究[J].化学反应工程与工艺,2009,25(2):132-136.
- [11] Zhao Lei, Yi Chun-hai, Yang Bo-lun. Design, optimization, and control of reactive distillation column for the synthesis of tert-amyl ethyl ether[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2013, 91(5):819-830.
- [12] William L Luyben. Distillation design and control using Aspen simulation[M]. New York: John Wiley & Sons, Inc, Hoboken, New Jersey, 2006.
- [13] Kumar M V P, Kaistha N. Temperature based inferential control of a methyl acetate reactive distillation column[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2007, 85(9):1268-1280.
- [14] Kaymak D B, Yilmaz Denizhan, Gurer A Z. Effect of relative volatilities on inferential temperature control of reactive distillation columns[J]. Ind Eng Chem Res, 2011, 50(13):8138-8152.
- [15] Devrim B Kaymak, William L Luyben. Quantitative comparison of dynamic controllability between a reactive distillation column and a conventional multi-unit process[J]. Computers and Chemical Engineering, 2008, 32:1456-1470.
- [16] Luyben W L. Plantwide dynamic simulator in chemical processing and control[M]. New York: CRC Press, 2002. ■