

# 苯氯化反应精馏双目标控制系统设计

黄 燕, 薄翠梅\*

(南京工业大学电气工程与控制科学学院, 江苏 南京 211816)

**摘要:** 针对苯氯化反应精馏过程高纯度、高转化率控制要求, 分析与氯化苯纯度和苯转化率相关的变量匹配关系, 设计了2种双目标控制结构。CS-1 是以反应段温差、灵敏板温度为被控变量的温度控制方案, 通过增加流量扰动前馈补偿回路提高系统动态性能; CS-2 采用了以塔釜氯化苯含量、进料比软测量模型输出为被控变量的成分控制方案。最后采用 Aspen Dynamic 建立动态流程模拟系统, 验证控制方案的有效性。模拟结果表明, 2 种控制方案能有效抑制进料流量或成分扰动带来的进料苯转化率和产品氯化苯纯度变化。

**关键词:** 苯氯化; 反应精馏; 双目标控制; 软测量; Aspen Dynamic

**中图分类号:** TP273

**文献标志码:** A

**文章编号:** 0253-4320(2016)05-0166-05

**DOI:** 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2016.05.042

## Design of bi-objective control system for benzene chlorination distillation

HUANG Yan, BO Cui-mei\*

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

**Abstract:** In order to meet the control requirements of high purity and high conversion for the distillation process of benzene chloride, the relationship between the variables related to the purity of chlorobenzene and the conversion of benzene is analyzed. Two kinds of bi-objective control structures are proposed. The CS-1 is a temperature control structure which sets the temperature difference of reaction zone and the temperature of sensitive stage as controlled variables. It improves the system's dynamic performance by introduction of a feed forward compensation loop for feed rate disturbance. The CS-2 is a composition control structure which sets the chlorinated benzene content in the bottom and the output of the feed ratio soft sensing model as controlled variables. Dynamic models of the control schemes are established in Aspen Dynamic to verify the effectiveness. The simulation results show that the two structures can effectively inhibit the changes of purity and conversion which result from feed rate and concentration disturbances.

**Key words:** benzene chloride; reactive distillation; bi-objective control; software measurement; Aspen Dynamic

反应精馏将化工生产中的反应过程和精馏过程集成在1个设备中, 通过设备整合, 可以有效降低建设费用, 减少生产成本<sup>[1]</sup>。与传统工艺相比, 由于反应与分离的耦合作用, 反应精馏过程的控制难度变大且系统的可操作性降低<sup>[2]</sup>。

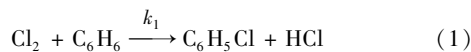
随着资源的日益紧缺, 针对产品纯度的单目标控制渐渐不能满足生产需求, 针对纯度、转化率的多变量控制成为近年来的研究热点。Sneesby等<sup>[3]</sup>以ETBE反应精馏为例提出了3种多目标控制模式。Khaledi等<sup>[4]</sup>针对与转化率、纯度相关变量的研究, 实现了转化率、纯度的多变量模型预测控制。Kim等<sup>[5]</sup>对包括温度控制和PPC控制在内的4种多变量控制方案进行了对比分析。目前大多研究都集中在多元可逆反应, 连串反应精馏过程的多变量控制方法研究较少<sup>[6]</sup>。

本文中针对苯氯化连串反应精馏过程, 研究不同变量配对方式对转化率和纯度的影响, 设计了2种双目标控制方案, 并在不同扰动下对控制方案进行对比分析。

## 1 苯氯化反应精馏集成工艺

### 1.1 苯氯化反应精馏过程

苯氯化反应精馏是以氯化苯为主要产品的反应精馏过程, 反应过程如式(1)、式(2)所示:



反应为连串放热反应, 沸腾状况下苯氯化反应的本征动力学模型速率方程可以写成式(3)、式(4)的形式<sup>[7]</sup>:

$$r_1 = 2.895 \times 10^9 \exp(-75.01/RT) C_B^1 C_F^{0.5} C_A^1 \quad (3)$$

$$r_2 = 8.686 \times 10^9 \exp(-82.99/RT) C_{CB}^1 C_F^{0.5} C_A^1 \quad (4)$$

式中,  $C$  为组分浓度;  $R$  为气体常数;  $T$  为温度。活度系数模型 NRTL-RK 用来描述整个反应过程,并在 Aspen Plus 中建立反应精馏过程的稳态模型。

## 1.2 苯氯化反应精馏最优工艺结构

采用文献[8]中最小生产成本稳态优化设计方法可得到反应精馏集成结构与稳态操作条件。如图1所示,其中反应精馏塔由16块塔板组成,1~2块塔板为精馏段,2~7块塔板为反应段,7~16块塔板为提馏段。稳态操作条件下,塔底氯化苯质量分数为96.4%,苯进料转化率大于92%。

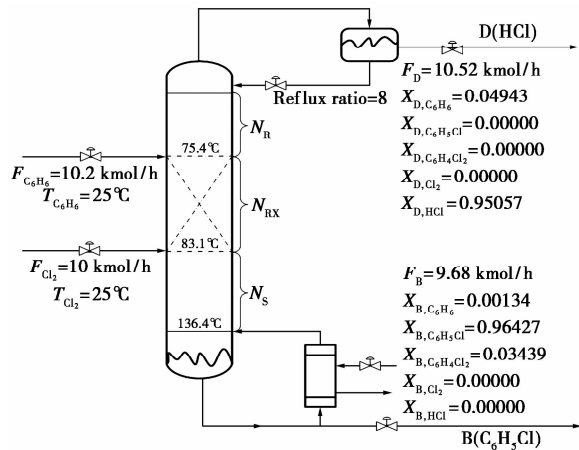


图1 苯氯化反应精馏结构及稳态操作条件

## 2 苯氯化反应精馏动态特性分析

以苯氯化反应精馏最优的稳态设计结构为被控对象,控制目标为:①反应段进料苯的转化率 > 92%;②产品氯化苯的质量分数 > 96%。操作变量和被控变量的合理配对,对控制系统的动态性能至关重要。因此,在设计控制方案前,要确定灵敏板位置、转化率与反应段温差以及苯氯进料比与反应段温差之间关系。

### 2.1 灵敏板位置确定

对于二元组分精馏过程中,灵敏板温度可以间接反映产品成分变化<sup>[9]</sup>。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<sup>[10]</sup>。如图2所示,增加1%的再沸器加热量,将各塔板温度增量与加热量变化量之间的比值组成的稳态增益矩阵进行奇异值分解,分解后得到左奇异向量  $U$  中最大的元素落在第13块塔板处。因此选取第13块塔板为灵敏板。

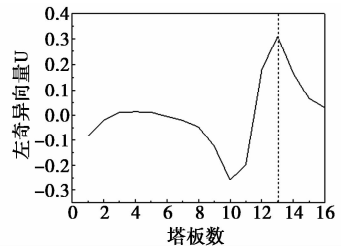


图2 再沸器加热量与塔板温度灵敏度分析

### 2.2 转化率与反应段温差对应关系

Sneesby 等<sup>[11]</sup>在研究 ETBE 反应精馏时发现,原料转化率与反应段温差有着良好的线性关系。苯氯化反应精馏过程中反应段温差改变时,进料苯转化率变化情况如图3所示。可以看到2变量间呈现出近似线性关系,反应段温差可以作为被控变量用于转化率控制回路。

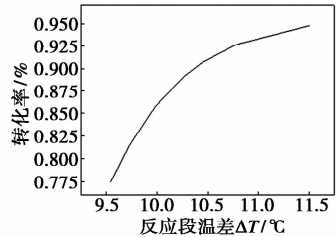


图3 反应段温差与转化率关系

### 2.3 进料比与反应段温差关系

进料、回流和产品采出量的改变都会引起反应段温差的波动<sup>[12]</sup>。在苯氯化反应精馏过程中,苯和氯气2股进料摩尔流量比与反应段温差的关系如图4所示,进料摩尔流量比与反应段温差的关系是一条平滑下行曲线,因此可以通过改变苯氯进料比调节反应段温差。

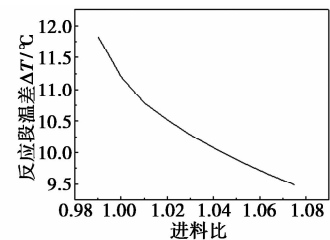


图4 苯氯进料比与反应段温差关系

## 3 反应段温差与灵敏板温度控制

根据被控变量与操作变量之间关系,设计了以温度为间接变量的双目标控制方案 CS-1。为保证反应精馏塔操作稳定,需将液位、压力基本控制回路添加到控制方案中,具体如表1所示。

表 1 基本控制回路描述

被控变量	控制目标	操作变量
塔顶压力/MPa	101.325	塔顶采出
再沸器液位/m	1.12	塔底采出
冷凝器液位/m	0.32	塔顶回流

### 3.1 反应段温差控制回路

如图 5 所示,温差控制结构是一个进料变比值串级控制回路。通过减法器测得反应段温差后送入温差控制器 TC2,后者根据测得温差与设定值的偏差调节苯和氯气 2 流股的进料比设定值使反应段温差恢复稳态。流量控制器 FC 通过调节氯气进料阀门开度来改变进料比。

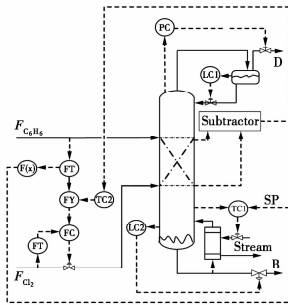


图 5 CS-1 控制结构

### 3.2 带流量前馈补偿的灵敏板温度控制回路

物料苯进料作为生产负荷主动量经常受到外界影响,使得物料性质和流量大小发生变化,从而影响塔的稳定性<sup>[13-14]</sup>。在 CS-1 中,反应段温差和灵敏板温度同为塔内温度变量,2 控制回路间存在耦合现象,导致控制效果变差。在发生流量扰动时,可以通过流量前馈补偿减小反应段温差与灵敏板温度控制回路之间的关联性。

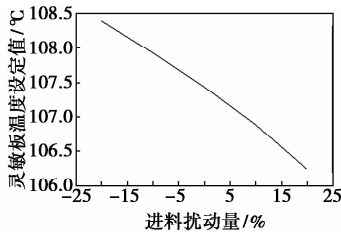


图 6 苯进料扰动量与灵敏板温度设定值关系

由图 6 可知苯进料摩尔流量变化值与灵敏板温度近似线性关系,通过拟合得到氯化苯纯度不变时苯进料摩尔流量与灵敏板温度的关系:

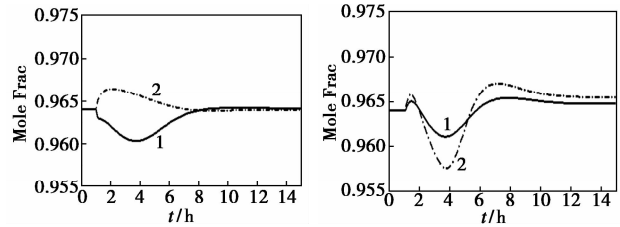
$$F(x) = -0.0478(x - 10.2)/10.2 + 107.435 \quad (5)$$

如图 5 所示,灵敏板温度控制回路中,TC1 通过

控制再沸器加热量调节灵敏板温度。当发生流量扰动时,运算器  $F(x)$  根据流量变化得到灵敏板温度修正值,然后将信号送入 TC1 改变灵敏板温度设定值。

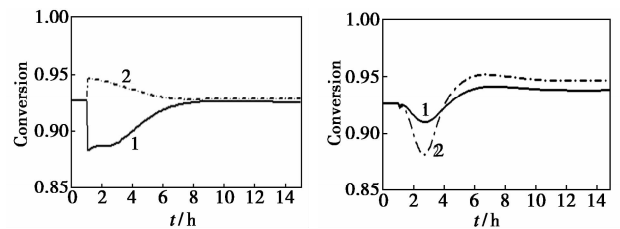
### 3.3 控制方案动态性能仿真分析

在 Aspen Dynamic 中建立 CS-1 的动态模拟系统,对控制方案进行仿真验证。在系统平稳运行 1 h 后,分别添加  $+/-10\%$  的苯进料流量扰动和  $-5\% \sim 10\%$  的苯进料成分扰动,仿真结果如图 7 所示。



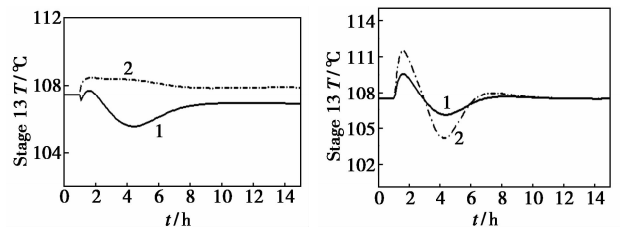
1— +10% 流量扰动; 2— -10% 流量扰动  
1— -5% 成分扰动; 2— -10% 成分扰动

(a) 氯化苯摩尔分数变化曲线



1— +10% 流量扰动; 2— -10% 流量扰动  
1— -5% 成分扰动; 2— -10% 成分扰动

(b) 进料苯转化率变化曲线



1— +10% 流量扰动; 2— -10% 流量扰动  
1— -5% 成分扰动; 2— -10% 成分扰动

(c) 灵敏板温度变化曲线

图 7 流量和成分扰动下 CS-1 动态响应

从图 7 可知,当发生流量扰动时,灵敏板温度发生偏移,产品氯化苯的摩尔分数和进料苯转化率在 8 h 内恢复到稳态设定值,CS-1 取得了较好的控制效果。当发生进料成分扰动时,流量前馈补偿回路无法响应成分引起的进料变化,恢复稳定后灵敏板温度与稳态设定值相同,而耦合现象的存在导致产品氯化苯摩尔分数和苯转化率在恢复稳态后与设定值之间仍有较大余差。

## 4 成分-进料比软测量控制方案

由于前馈流量补偿控制回路的存在,CS-1 在流量扰动下取得了较好的控制效果,而发生进料成分扰动时,CS-1 将不能满足控制要求。为使苯氯化反应精馏过程在不同扰动下都能满足控制目标,设计了以塔釜氯化苯含量、进料比软测量模型输出为被控变量的成分控制方案 CS-2。

CS-2 采用与 CS-1 中相同的压力、液位基本控制结构,另使用再沸器加热量直接控制塔釜氯化苯成分来调节产品氯化苯纯度,通过调节进料流股中苯和氯气的进料比来保证苯转化率不变。

### 4.1 基于进料比软测量的转化率控制回路

在反应精馏过程中,进料比对产物选择性和进料转化率有很大影响,保持进料比不变对反应精馏过程中进料转化率稳定有着重要作用<sup>[15]</sup>。设苯和氯气所在流股摩尔流量比为  $R$ ,进料流股中苯和氯气的摩尔流量比为  $R'$ ,则进料比控制原理如图 8 所示。

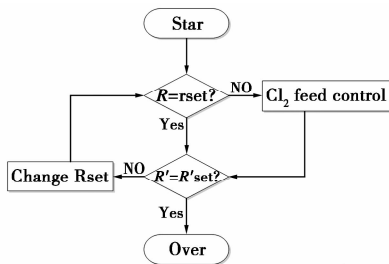


图 8 苯氯进料比控制原理图

$$R = F_{C_6H_6} / F_{Cl_2} \quad (6)$$

$$R' = f_{C_6H_6} / f_{Cl_2} = (F_{C_6H_6} \times X_{C_6H_6}) / (F_{Cl_2} \times X_{Cl_2}) \quad (7)$$

式中,  $F$  为流股摩尔流量;  $f$  为流股中单一组分摩尔流量;  $X$  为组分摩尔分数。

仅发生流量扰动时  $R = R'$ , 使用氯气流量调节器调整氯气进料量使  $R = R_{set}$  就可以保证苯和氯气进料摩尔流量比  $R'$  不变。当进料组分发生扰动时, 需要改变  $R_{set}$  来保证苯和氯气的进料摩尔流量比  $R' = R'_{set}$ 。当上游工况多变时, 会导致组分扰动变化频繁, 直接在进料位置对  $R'$  测量比较困难, 本文中通过软测量建模得到反应精馏塔塔顶塔釜采出与苯和氯气摩尔进料流量比  $R'$  之间关系。

根据苯氯化反应方程式, 得到苯和氯气进料摩尔流量与塔顶塔底产物摩尔流量的关系:

$$f_{C_6H_6} = F_B \times (X_{C_6H_4Cl_2} + X_{C_6H_5Cl} + X_{C_6H_6}) + F_D \times (X_{C_6H_4Cl_2} + X_{C_6H_5Cl} + X_{C_6H_6}) \quad (8)$$

$$f_{Cl_2} = F_B \times (X_{HCl} + X_{Cl_2}) + F_D \times (X_{HCl} + X_{Cl_2}) \quad (9)$$

根据式(8)、式(9), 通过测量塔顶、塔底采出摩尔流量, 分析采样时刻塔顶和塔底产物的摩尔分数, 反推出进料中苯和氯气摩尔流量, 计算结果带入式(7), 从而求出苯和氯气的进料比  $R'$ 。

由图 9 中可知, 进料比调节回路实质上是一个串级回路, 副回路 FC 调节氯气进料来克服苯进料流量扰动, 保证 2 股进料流量比不变。当苯进料成分改变时, 苯和氯气进料比软测量模型的输出偏离主控制器 RC 设定值, RC 通过输出信号调整控制器 FC 设定值, 使进料比软测量模型输出恢复到稳态值。通过维持 2 进料流股中苯和氯气的进料配比不变, 保证苯转化率稳定。

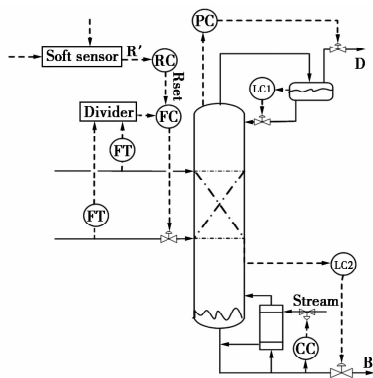


图 9 CS-2 控制结构

### 4.2 控制方案动态性能仿真分析

在 Aspen Dynamic 中建立 CS-2 的动态模拟系统, 稳定运行 1 h 后, 分别加入  $+/-10\%$  的苯进料流量扰动和  $-5\%/-10\%$  的苯进料成分扰动, 在 2 种扰动模式下 CS-2 的动态响应如图 10 所示。

由图 10 中可知, 当进料流量或成分发生改变时, 由于没有施加温度控制, 灵敏板温度偏离稳态设定值。而进料苯的转化率在 4 h 内恢复稳态设定值, 产品氯化苯的摩尔分数 10 h 内恢复稳态, 转化率控制回路的响应速度比成分控制回路要快。CS-2 在流量和成分扰动下均实现了产品纯度与转化率的双目标控制。

### 4.3 CS-1、CS-2 对比分析

从 CS-2 动态响应曲线可知, 转化率控制回路比成分控制回路响应速度快, 降低了 2 控制回路间的关联性, 使 CS-2 在流量和成分扰动下都实现了纯度与转化率的双目标控制。CS-1 中反应段温差与灵敏板温度都在塔内, 耦合性较强, 在对反应段温差控制的同时打破了灵敏板温度与塔底产品浓度的初始关系。增加流量前馈温度补偿回路后, CS-1

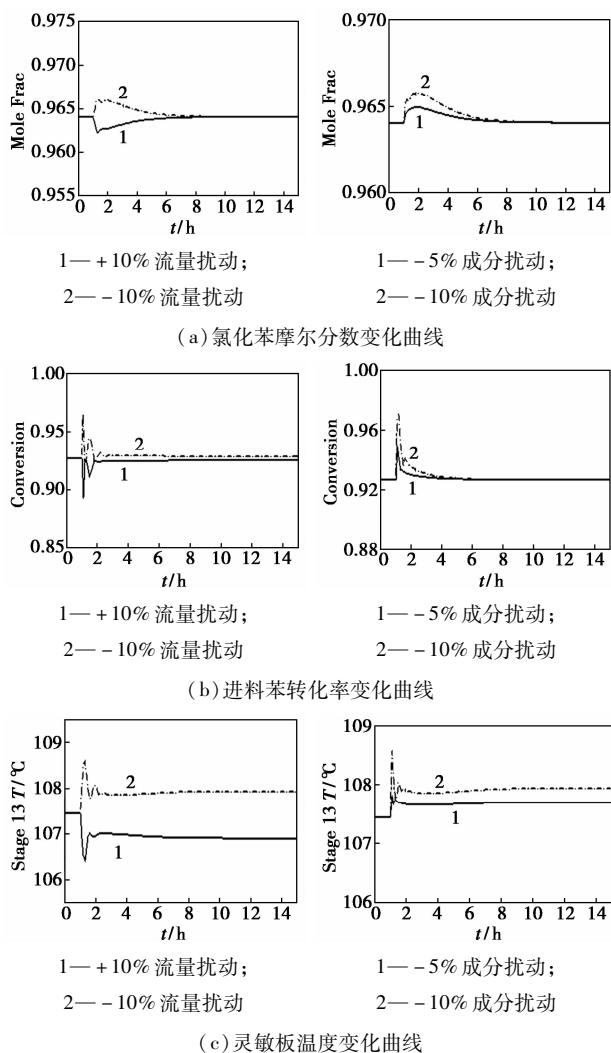


图10 流量和成分扰动下CS-2动态响应

可以有效抑制流量带来的成分和转化率扰动。相对于CS-1,CS-2在发生扰动时偏差恢复快,稳态余差小,整体性能优于CS-1。

## 5 结论

针对苯氯化反应精馏系统的苯转化率和氯化苯浓度2个性能指标设计了CS-1、CS-2 2种双目标控制方案,并在Aspen Dynamic中进行了动态控制仿真。仿真结果表明,CS-1和CS-2都能有效抑制流量扰动带来的苯转化率和氯化苯纯度变化,且CS-2在流量和成分扰动下都有效实现了转化率和浓度的双目标控制。

因此,在进料扰动多变、产品质量及原料转化率指标要求严格的生产过程中,CS-2较CS-1有明显优势;但由于产品成分检测装置复杂、成本较高,当进料变化主要由进料流量引起的生产过程中,采用增加温度补偿回路的控制结构CS-1可以有效降低

生产成本。

## 参考文献

- [1] Kaymak D B, Luyben W L. Quantitative comparison of reactive distillation with conventional multiunit reactor/column/recycle systems for different chemical equilibrium constants [J]. *Ind Eng Chem Res*, 2004, 43(10): 2493-2507.
- [2] Hung Shih-Bo, Lee Ming-Jer. Control of different reactive distillation configurations [J]. *AIChE Journal*, 2006, 52(4): 1423-1440.
- [3] Sneesby M G, Tadé M O, Datta Ravindra, *et al.* ETBE synthesis via reactive distillation. 2. Dynamic Simulation and Control Aspects [J]. *Ind Eng Chem Res*, 1997, 36(5): 1870-1881.
- [4] Khaledi R, Young B R. Modeling and model predictive control of composition and conversion in an ETBE reactive distillation column [J]. *Ind Eng Chem Res*, 2005, 44(9): 3134-3145.
- [5] Kim Bo-kyung, Han Myungwan. Dynamics and control of reactive distillation under multiple steadystates based on a nonlinear wave theory [J]. *Ind Eng Chem Res*, 2012, 51(50): 16393-16409.
- [6] Bo Cuimei, Zhang Ridong. Comparison of two types of control structures for benzene chlorine reactive distillation systems [J]. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 2014, 22(7): 837-841.
- [7] 盛泽璋, 李山, 崔咪芬. 沸腾状况下苯氯化反应宏观动力学研究 [J]. *南京化工大学学报*, 1997, 19(9): 8-13.
- [8] Bo Cuimei, Tang Jihai, Bai Yangjin, *et al.* The design and control of distillation column with side reactors for chlorobenzene production [J]. *Chin J Chem Eng*, 2012, 20(6): 1113-1120.
- [9] 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.
- [10] 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.
- [11] Sneesby M G, Tade M O, Smith T N. Two-point control of reactive distillation column for composition and conversion [J]. *Journal of Process Control*, 1999, 9(1): 19-31.
- [12] Sneesby M G, Tade M O, Smith T N. A Multi-objective control scheme for ETBE reactive distillation column [J]. *Chemical Engineering Research & Design*, 2000, 78(A2): 283-292.
- [13] Hung Shih-Bo, Chen Jyun-Hong, Lin Yu-Der. Control of plantwide reactive distillation processes: Hydrolysis, transesterification and two stage esterification [J]. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 2010, 41(4): 382-402.
- [14] Huang Shih-Ger, Kuo Chien-Lin, Hung Shih-Bo. Temperature control of heterogeneous reactive distillation [J]. *AIChE Journal*, 2004, 50(9): 2203-2216.
- [15] 骆献辉, 褚小立, 袁洪福, 等. MTBE装置醇烯比测定技术现状与进展 [J]. *石油化工自动化*, 2006, (3): 8-12. ■