

双反应段反应精馏塔合成棕榈酸异丙酯动态特性的研究

吴晨露*, 熊小然, 胡文泽, 苑 杨

(北京化工大学信息科学与技术学院, 北京 100029)

摘要: 双反应段反应精馏塔内部复杂的物质和能量耦合在提升稳态性能的同时可能会导致动态性能降低。以合成棕榈酸异丙酯的吸热反应为例, 借助商业软件 Aspen Dynamic 研究双反应段反应精馏塔稳态性能与动态性能之间的关系。结果表明, 与稳态性能最优的过程设计相比, 合理选取顶部反应段塔板数以及减少底部反应段塔板数能够提高系统的热力学效率并增加传质推动力, 从而实现稳态设计与动态控制之间的折衷。

关键词: 反应精馏; 双反应段; 塔板数; 棕榈酸异丙酯; 动态可控性

中图分类号: TQ021.8; TP29

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2016)10-0180-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2016.10.045

Dynamic property of a reactive distillation column with two reaction sections for synthesis of isopropyl palmitate

WU Chen-lu*, XIONG Xiao-ran, HU Wen-ze, YUAN Yang

(College of Information Science and Technology, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: In the process of a reactive distillation column with two reaction sections, the dynamic controllability could probably be deteriorated due to the improvement of steady-state performance with internal mass and energy integration. In order to find out the connection between steady-state design and dynamic controllability, an illustrative example, the synthesis of isopropyl palmitate, is chosen. Compared to the basic model, if the number of stages of top and bottom reaction sections is deliberately chosen, the system will have better capability of improving thermodynamic efficiency and enhancing mass transfer driving force. Therefore, a compromise between steady-state design and dynamic controllability is further achieved.

Key words: reactive distillation; two reaction sections; number of stages; isopropyl palmitate; dynamic controllability

反应精馏塔(RDC)因其巨大的节能潜力和经济优势,近年来成为学者们研究的热点。传统的反应精馏塔在分离反应物为次轻和次重组分,产物为最轻和最重组分的四元反应物系(亦称为最易分离的反应物系)时能够显著降低设备投资成本与能量消耗,而产物为次轻和次重组分的四元反应物系(亦称为最难分离的反应物系)时,由于其不能有效增强反应操作与分离操作之间的内部物质和能量耦合,节能潜力很难得到充分发挥^[1-4]。

为了解决这个问题, Tung 等^[5]提出了一种双反应段反应精馏塔(RDC-TRS),并将2个反应段分别放置在塔顶和塔底。Chen 等^[6]首次将 RDC-TRS 应用于棕榈酸(PA)与异丙醇(IP)生成棕榈酸异丙酯(IPP)和水(W)的反应体系。虽然以上研究证明了 RDC-TRS 的可行性,然而, RDC-TRS 过程设计与设计和过程动态与操作之间复杂的关系是至今没有被研究的领域。

本文中以合成棕榈酸异丙酯(主要作为添加剂和增溶剂,广泛运用于制药与化妆品行业中)为例,针对 RDC-TRS 设计了一种两点温度控制策略。在稳态优化设计基础上,通过仿真研究底部反应段塔板数($B-N_{RX}$)以及顶部反应段塔板数($T-N_{RX}$)对动态操作的影响,进而探究 RDC-TRS 稳态性能与动态性能的关系,为 RDC-TRS 稳态设计与动态控制之间的折衷提供依据。

1 双反应段反应精馏塔模型

1.1 合成棕榈酸异丙酯的稳态描述

棕榈酸异丙酯由棕榈酸和异丙醇在双反应段反应精馏塔中经过酯化反应产生,反应为吸热反应,化学反应方程式如下:



图1给出了 RDC-TRS 的示意图及稳态运行数据。产物 IPP 和 W 均从第八块塔板采出,侧线目标

产物 IPP 的摩尔分数设定为 49.7%。由图 1 可以看出,该塔被分为 3 个部分,从上到下分别为顶部反应段、中间分离段和底部反应段,用 T-N_{RX}/N_M/B-N_{RX} 分别代表相应部分的塔板数。基本塔的结构为 4/9/2。系统的物化条件以及稳态操作条件取自文献[6]。

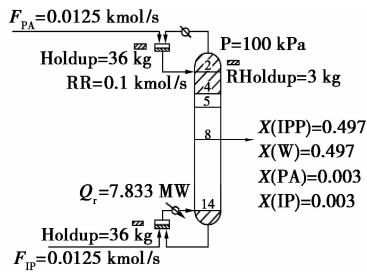


图 1 RDC-TRS 稳态模拟系统

1.2 控制系统的设计

合成 IPP 的过程有 6 个控制自由度:2 股进料流量(F_{IP} 、 F_{PA})、侧线出料流量(F_{SD})、冷凝器热负荷(Q_C)、再沸器热负荷(Q_R)以及回流量(R)。图 2 为针对 RDC-TRS 的控制结构。其中, F_{PA} 采用流量控制, Q_C 、 R 以及 F_{SD} 分别控制塔压、塔顶回流罐液位以及塔釜液位, F_{IP} 和 Q_R 分别控制相应的灵敏板温度。在该控制结构中,液位控制器($K_C = 2$)、流量控制器($K_C = 0.5$, $T_I = 0.3$ min)根据经验值进行设定,而温度控制器采用 Tyreus-Luyben 整定方法,具体结果如表 1 所示。

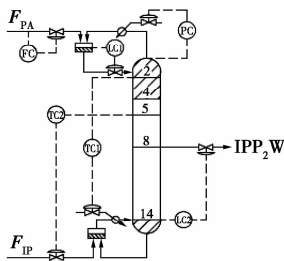


图 2 RDC-TRS 控制结构

表 1 温度控制器参数

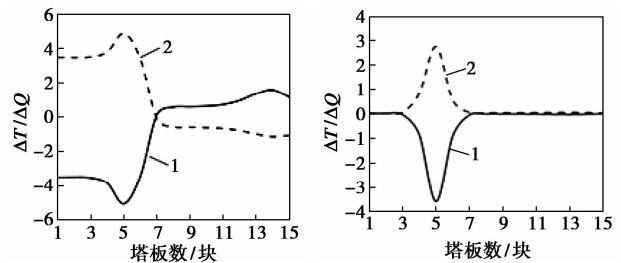
控制回路	K_C	T_I/min
$T_2 - Q_R$	3.12	30.36
$T_5 - F_{IP}$	0.80	67.32

在一定的塔压下,反应精馏塔中塔板的温度能准确地反映出关键组分在塔内的浓度分布^[7]。当塔的操作受到干扰时,灵敏板上温度变化较大,对扰动比较敏感,且温度传感器与浓度传感器相比便宜得多,因此常常选取灵敏板温度作为间接质量指

标^[8]。灵敏板的选取方法如下:在稳态模拟系统中,分别将 F_{IP} 和 Q_R 引入设计值的 $\pm 0.1\%$ 变化作为扰动,计算出各塔板温度变化量与扰动变化量的开环增益,结果如图 3 所示。由分析可得操纵变量 F_{IP} 控制第五块塔板温度(T_5), Q_R 控制第二块塔板温度(T_2)。表 2 为该反应体系的相对增益矩阵(RGA)。由于 $T_5 - F_{IP}$ 、 $T_2 - Q_R$ 通道相对增益距离较近,因此控制系统之间的相互影响较弱,该配对方式具有合理性。

表 2 相对增益矩阵

被控变量	操作变量	
	Q_R	F_{IP}
T_2	1.018	-0.018
T_5	-0.018	1.018



(a) 再沸器热负荷 $\pm 0.1\%$

(b) IP 进料流量 $\pm 0.1\%$

1—+0.1%; 2—-0.1%

图 3 灵敏板选取

2 底部反应段塔板数对 RDC-TRS 动态特性的影响

到目前为止,关于 RDC-TRS 过程动态与操作之间的相互关系以及稳态设计和动态控制的折衷与平衡的研究尚没有相关的文献公开发表。但是这两者的相互作用是 RDC-TRS 发展过程中的一个关键问题,因此需要对机理模型更为全面地了解。

在基本塔 4/9/2 的基础上,不改变总塔板数,分别取 B-N_{RX} 为 1、2、3 块塔板,采用 Aspen Dynamics 软件对上述不同的结构分别进行闭环仿真研究。RDC-TRS 的设计控制方案如表 3 所示。当闭环控制系统平稳运行 1 h 时,分别加入 +10% IP 流量扰动、5% IP 组分扰动以及 5% PA 组分扰动,测试闭环系统的动态响应情况。在合成 IPP 反应精馏系统中,由于 IPP 为目标产物以及 Q_R 是衡量稳态性能的重要指标,因此主要通过分析侧线产物 IPP 摩尔分数(X_{IPP})以及 Q_R 来研究 B-N_{RX} 对 RDC-TRS 动态特性的影响以及稳态性能与动态性能的关系。

表 3 改变 B-N_{RX} 的设计控制方案

设计策略	塔结构	灵敏板配对
基本塔	4/9/2	T_2-Q_R T_5-F_{IP}
改变 B-N _{RX}	4/8/3	T_2-Q_R T_5-F_{IP}
		T_2-Q_R T_5-F_{IP}
	4/10/1	T_2-Q_R T_5-F_{IP}

2.1 进料流量干扰性能分析

IP 进料流量增大 10% 的动态响应如图 4 所示。虽然 B-N_{RX} = 2 时系统稳态性能最优, B-N_{RX} 为 1 或 3 时 Q_R 略有增大, 但从动态性能的角度分析, B-N_{RX} 分别为 3、2、1 块时超调量显著递减且动态响应曲线分别稳定于 7.5、7、6 h。因此, 随着 B-N_{RX} 的减少, 系统的超调量逐渐减小且动态响应速度更快, 提高了系统的动态性能。

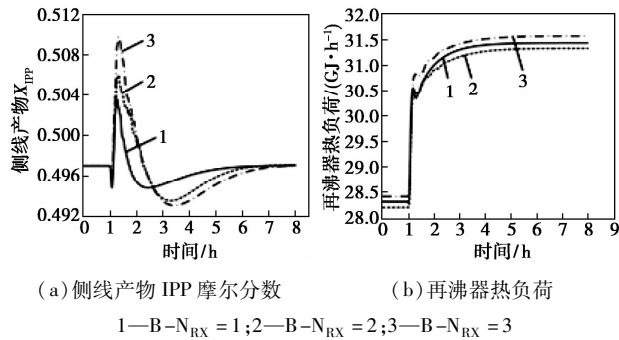


图 4 PA 进料流量 +10% 扰动

2.2 进料组分干扰性能分析

图 5 和图 6 分别显示了顶部 PA 进料组分以及底部 IP 进料组分出现 5% 扰动的动态响应。当 B-N_{RX} 分别为 3、2、1 块时, 图 5 与图 6 动态响应曲线稳定于设定值的时间分别为 8、7、6 h 以及 9、8、6.5 h。虽然改变 B-N_{RX} 后 Q_R 相对于稳态最优设计有所增大, 但随着 B-N_{RX} 减少, 响应曲线超调量显著减小, 调节时间更短, 抗干扰能力明显得到了改善。这与

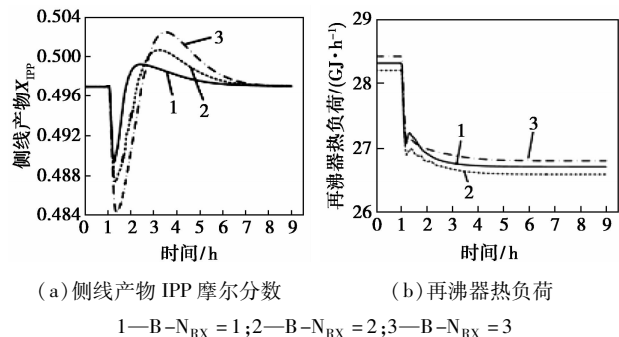


图 5 PA 进料组分 5% 扰动

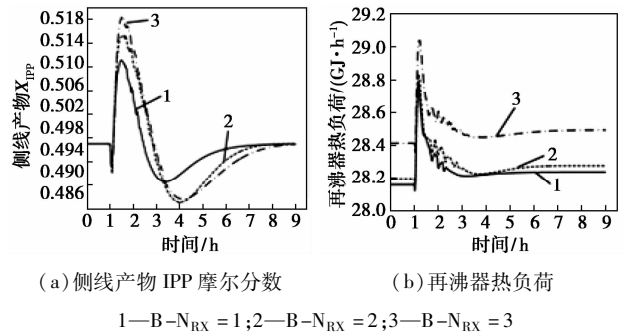


图 6 IP 进料组分 5% 扰动

IP 进料流量扰动具有一致的分析结果。充分说明了面对流量扰动和组分扰动, 减少 B-N_{RX} 有利于改善 RDC-TRS 动态特性。

3 顶部反应段塔板数对 RDC-TRS 动态特性的影响

在基本塔 4/9/2 的基础上, 不改变总塔板数, 分别对 T-N_{RX} 为 3、4、5、6 块塔板的结构进行闭环仿真研究。RDC-TRS 的设计控制方案如表 4 所示。

表 4 改变 T-N_{RX} 的设计控制方案

设计策略	塔结构	灵敏板配对
基本塔	4/9/2	T_2-Q_R T_5-F_{IP}
改变 T-N _{RX}	3/10/2	T_2-Q_R T_4-F_{IP}
	5/8/2	T_2-Q_R T_6-F_{IP}
	6/7/2	T_2-Q_R T_6-F_{IP}

3.1 进料流量干扰性能分析

图 7 显示了 IP 出现 +10% 进料流量扰动时 X_{IP} 和 Q_R 的闭环响应曲线。由 RDC-TRS 动态响应结果可以看出, T-N_{RX} 对其动态性能产生了很大的影响。当 T-N_{RX} 分别为 3、4、5 块时, 随反应段塔板数

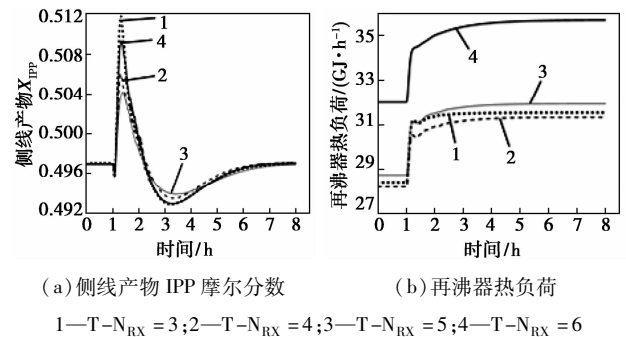
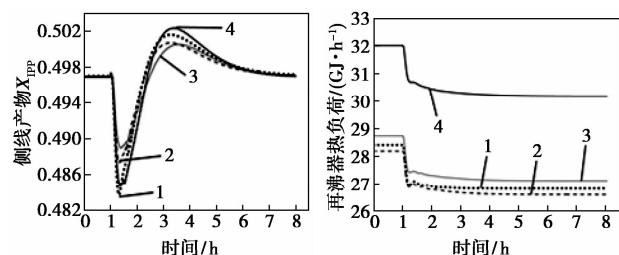


图 7 PA 进料流量 +10% 扰动

的增多,超调量减小,调节时间变短,系统的鲁棒性逐渐变强。然而,不同于底部反应段的规律,当 $T-N_{RX}$ 为6块时, Q_R 相对于稳态最优设计结构增大了14.98%,且超调量增大,调节时间变长,鲁棒性变弱。

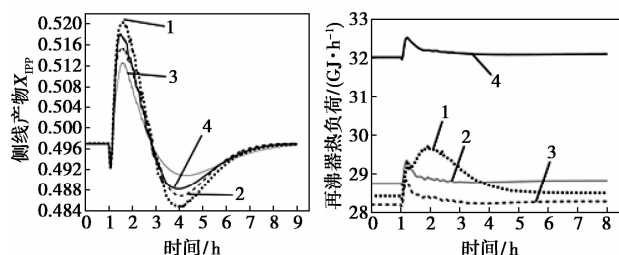
3.2 进料组分干扰性能分析

PA 进料组分以及 IP 进料组分出现 5% 扰动的动态响应如图 8 和图 9 所示。类似于进料流量扰动的动态响应规律,随着 $T-N_{RX}$ 的增大,系统超调量减小,调节时间变短,抗干扰能力逐渐变强;但当 $T-N_{RX}$ 增大到一定值时,系统的动态性能随着 $T-N_{RX}$ 的增大而逐渐恶化。因此,对于吸热反应而言, $T-N_{RX}$ 存在一个最优值。



(a) 侧线产物 IPP 摩尔分数 (b) 再沸器热负荷
1— $T-N_{RX}=3$; 2— $T-N_{RX}=4$; 3— $T-N_{RX}=5$; 4— $T-N_{RX}=6$

图 8 PA 进料组分 5% 扰动



(a) 侧线产物 IPP 摩尔分数 (b) 再沸器热负荷
1— $T-N_{RX}=3$; 2— $T-N_{RX}=4$; 3— $T-N_{RX}=5$; 4— $T-N_{RX}=6$

图 9 IP 进料组分 5% 扰动

反应操作和分离操作的相互作用以及二者之间的动态性能差异是影响系统动态特性的重要因素。在分离最难分离的反应体系时,RDC-TR 会存在塔顶或塔底的逆耦合。Huang 等^[9]发现强化内部热耦合能够改善过程的动态特性并且降低过程操作的难度。在 RDC-TRS 中,对于吸热反应而言,反应段主要集中在塔顶,有利于提高系统热力学效率,减少 $B-N_{RX}$ 能够增加系统的传质推动力。同时, $T-N_{RX}$ 的增加相当于增加反应区间,进而增加产物浓度,降低分离难度,改善系统动态特性。然而,当 $T-N_{RX}$ 增大到一定值时,由于反应平衡常数的限制使反应转化率不会继续提高,故此时增大 $T-N_{RX}$ 会减少分离

段塔板数(N_M),加大分离难度,进而恶化动态可控性和操作性。因此,减少 $B-N_{RX}$ 以及合理选取 $T-N_{RX}$ 可以提高系统的动态性能。

4 结论

为了探究反应段塔板数对新型的反应精馏塔 RDC-TRS 动态特性的影响。本文中以合成 IPP 为例,对 RDC-TRS 设计了一种两点温度间接控制方案。通过采用 Aspen Dynamic 商业软件分别对系统进行闭环仿真,证明了随着 $T-N_{RX}$ 和 $B-N_{RX}$ 的变化,RDC-TRS 动态可控性和抗干扰能力呈规律性变化;在吸热反应中,减少 $B-N_{RX}$ 以及选取最佳 $T-N_{RX}$ 有利于改善 RDC-TRS 动态特性。类似的,笔者对乳酸和甲醇酯化反应生成乳酸甲酯和水的反应体系进行了闭环仿真研究,并得到了和本研究类似的结果。故本仿真模拟结论对实现 RDC-TRS 稳态设计与动态控制的折衷以及对精馏系统的实际操作和设计具有指导意义。

参考文献

- [1] Luyben W L, Yu C C. Reactive distillation design and control[M]. New Jersey: John Wiley & Sons Inc, 2008.
- [2] Kim B K, Han M. Dynamics and control of reactive distillation under multiple steady states based on a nonlinear wave theory[J]. Ind Eng Chem Res, 2012, 51(50): 16393 - 16409.
- [3] Chiang S F, Kuo C L, Yu C C, et al. Design alternatives for the amyl acetate process: coupled reactor/column and reactive distillation [J]. Ind Eng Chem Res, 2002, 41(13): 3233 - 3246.
- [4] Kaymak D B, Luyben W L. Quantitative comparison of dynamic controllability between a reactive distillation column and a conventional multi-unit process [J]. Comput Chem Eng, 2008, 32(7): 1456 - 1297.
- [5] Tung S T, Yu C C. Effects of relative volatility ranking to the design of reactive distillation[J]. AIChE J, 2007, 53(5): 1278 - 1297.
- [6] Chen H, Huang K, Liu W, et al. Enhancing mass and energy integration by external recycle in reactive distillation columns [J]. Aiche Journal, 2013, 59(6): 2015 - 2032.
- [7] Wang S J, Wong D S H, Yu S W. Design and control of transesterification reactive distillation with thermal coupling [J]. Computer & Engineering, 2008, 32(12): 3030 - 3037.
- [8] Kaymak D B, Luyben W L. Comparison of two types of two-temperature control structures for reactive distillation columns [J]. Ind Eng Chem Res, 2005.
- [9] Huang K, Nakaiwa M, Tsutsumi A. Towards further internal heat integration in design of reactive distillation columns—Part II. The process dynamics and operation [J]. Chemical Engineering Science, 2006, 61(16): 5377 - 5392. ■