

知识介绍

化学产品过程开发实验平台

——公斤实验室的建设和应用

吴志辉, 钱宇, 江燕斌

(华南理工大学化工学院, 广东 广州 510640)

摘要:以化工产品设计和过程开发为导向,建立了一个化工产品过程开发实验平台——化工产品公斤实验室 Kilo-lab。该公斤规模试验装置可进行反应、结晶、分离、提纯等系列产品的开发过程,研究了流程装置集成和柔性生产系统的规律和特征,为小批量、多品种、高附加值化学产品快速响应市场的变化和需求,以及过程开发的工业化放大提供理论和实验依据。

关键词:公斤实验室;产品设计;微型工厂;过程开发;系统集成

中图分类号:TQ051

文献标识码:A

文章编号:0253-4320(2005)03-0066-03

Implementation and application of a kilo-lab for chemical products design and process development

WU Zhi-hui, QIAN Yu, JIANG Yan-bin

(School of Chemical Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: A laboratory platform for process development of chemical products, namely a kilo-lab, is established to integrate design for the chemical product and process development, which consists of mini operation units of reactors, a crystallizer, distillation columns, and dryers on a liter scale, to produce chemical products on a kilogram scale. The integration of process operations and product quality control is investigated. And the kilo-lab could provide a theoretical and experimental basis for chemical products of high added value in a small batch, to response to various needs for fine chemical products on the market promptly, as well as for an industrialized scale-up in the process development.

Key words: kilo-lab; product design; mini-plant; process development; system integration

近年来,随着精细化工、生物化工的蓬勃发展,化学工程研究越来越关注小批量、高附加值的专用化学品和生物医药产品的流程开发,以适应这些产品库存低、质量高、市场反应快、生产灵活以及产品更新周期短的发展方向,建设和实施化工产品公斤实验室(Kilo-lab)的实验平台有助于这一方向的研究工作。Kilo-lab是由一系列各具功能的操作单元根据产品研发要求装配起来的实验室装备,既可以进行一定量的产品合成和分离提纯,又可以进行流程设计和放大等工程问题的研究,实现小批量的生产,因而又被称为Mini-plant。笔者建设了一套Kilo-lab实验平台,用于产品设计和小批量生产,为迅速发现、研究解决产品开发和制造过程中的关键技术问题,以及大规模工业化生产提供理论依据和实践经验。

1 Kilo-lab 的开发建设

化工产品设计和过程开发可分为若干个阶段:产品所需的性能分析、产品结构和组成的设计、实验室小剂量试验、中试生产、批量生产、商业化生产。产品从实验阶段到投产运营的放大过程涉及对物性、动力学、热力学等方面的复杂的研究。德国Wörz建立一套包含反应、精馏、萃取的小型过程装置,用来研究工业废水处理循环再利用的工程放大问题^[1]。笔者建设的Kilo-lab实验平台是一套以化学反应、分离操作为主,配备化工过程运行自动控制等组件的实验系统。该平台包括反应器、精馏、离心分离、结晶、热交换、负压真空、仪表、控制系统、循环装置,以及在线分析仪器等化工流程中的主要装备。设计的批处理物料量为1~8 kg,产品规模为0.3~

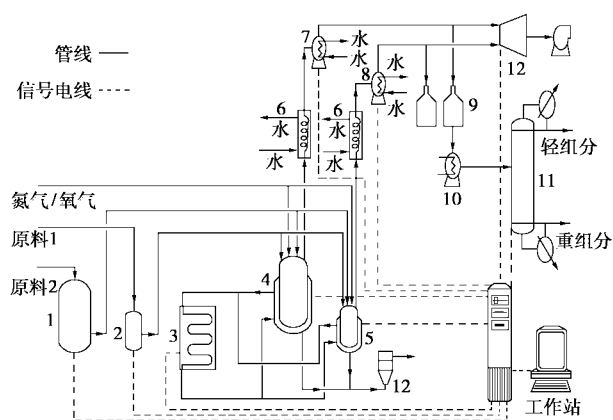
收稿日期:2004-10-10;修回日期:2004-12-10

基金项目:国家自然科学基金(202225620、20376025),教育部跨世纪人才基金(02-12)和广东省千百十人才基金(03-04659)资助项目

作者简介:吴志辉(1977-),男,博士生;钱宇(1957-),男,博士,教授,博士生导师,主要从事化工系统工程和化学产品工程研究,通讯联系人,

020-87112046, ceyuqian@scut.edu.cn。

3.0 kg。该装置由笔者设计,由德国 AP-Miniplant 公司制造。基本流程如图 1 所示。



1,2—进料罐;3—加热、冷却器;4,5—反应釜;6—部分冷凝器;
7,8—冷凝器;9—出料罐;10—预热器;11—精馏塔;12—离心分离器

图 1 Kilo-lab 实验平台的装备组成和流程

1.1 反应装置

反应部分由进料罐、隔膜泵、夹套式搅拌反应器、部分冷凝器、全冷凝器、产品储罐等组成。原料通过隔膜泵从进料罐送至反应器中,反应器由 2 L 和 10 L 的 2 个反应釜并联组成,可进行间歇或半连续反应、结晶等操作。加热、冷却、搅拌等操作由控制系统通过调节传感器完成。反应器内的化学或物理变化检测包括在线测量和取样离线分析,在线测量参数包括进料流量、反应温度、反应压力、换热介质的温度、系统的真空度以及反应器内的溶液酸碱度、固体颗粒度、黏度。

1.2 分离装置

分离部分由离心分离器和 2 个精馏塔组成。反应后生成的晶体或其他固体物料经反应器底部排送到离心分离器进行固液分离操作,而液态物料可送往精馏塔进行萃取或精馏操作。分离装置同样配备了控制和监测传感器,可根据需要组成不同的处理流程,实现个性化研究和少量试验生产。

1.3 测量与监控系统

控制系统分为 2 层,即 PLC 现场控制和远程监控操作站。PLC 控制系统负责调节进料装置、反应器、加热/冷却器、精馏塔的运行,并采用监测、监控及数据采集系统(SCADA)实时采集现场数据,对工艺流程进行实时监视。远程监控操作站处理规程作业表的生成、全线操作、故障监控报警、历史记录和报表等任务。运用工业现场总线 Profibus-DP 建立操作单元与 PLC、传感器之间的通讯。此外,运用 DP-PCI 数据采集卡为数据远程传送提供接口。

1.4 数据信息互交平台

为了实现远程监控和数据信息互交,笔者建立了数据信息互交平台,包括现场工作站、远程监控客户端、专用网络、视频和音频传输、实时数据库、图形用户界面和使用工具(面向对象的数据模型、模拟软件、优化软件等),采用无线电波和光纤专线 2 种方式传送数据,实现了不同数据通讯方式的冗余与互补。通过对数据的远程调用、分析后,现场操作人员反馈分析结果与操作建议,从而实时地对现场装置运行情况进行监控。

2 Kilo-lab 的应用

相比于以追求低成本和高效率为目标的传统化工过程设计,现代的产品设计更以产品功能符合市场最终用户需求为准则。许多精细化学品和功能化学品以间歇生产为主,产量小,甚至以公斤为数量级,然而它们所涉及的生产流程仍可能较为复杂。日本京都大学(Kyoto University) Hasebe 教授运用微小型设备为工业生产提供高效可行的放大方法^[2]。芬兰赫尔辛基大学(University of Helsinki)和芬兰油气公司合作,利用 Mini-plant 结合计算机仿真模拟,有效地解决了 NexOctane 工艺在工业放大过程中不明确的参数,通过小型的过程操作来验证操作设备模型的有效性^[3]。

2.1 依据 Kilo-lab 推进以产品设计为中心的过程开发

近年来,随着化工产品工程概念的提出和深入研究,以产品为导向的过程合成从单一经济目标发展为考虑产品性能、安全、环境等多目标方案规划和决策。Kilo-lab 是连接化学实验室的试管实验研究和中试工厂试运行的桥梁。针对这一跨尺度过程,Kilo-lab 中的 Mini-plant 装置有助于探讨流程中涉及的反应物系介观结构和产品性能的关系模型,反应与催化性能、流动与传递性能规律,反应器、分离装置、过程耦合及强化、过程放大过程中的规律,得出有意义的实验数据。

由于 Kilo-lab 是以产量在公斤级、具有高附加值的化学品为研究对象,规模不大,所以过程运行中的能量消耗不是主要的因素;其次,Kilo-lab 的操作以间歇生产为主,根据不同的产品配方对现有设备进行重组,可以生产不同品种和不同系列的产品;再次,Kilo-lab 具备高准确度的参数操作功能,如温度误差 $\pm 1^\circ\text{C}$,压力误差 $\pm 1\text{Pa}$ 。对于产品微观结构的控制,过程操作参数和加工途径往往起关键的作用,

因此,准确调控过程操作参数为决定最终产品性能提供了必要的保障。德国巴斯夫(BASF)公司把 Mini-plant 试验作为产品研发阶段的检验方法,在加速产品过程开发方面取得了良好的效果^[4]。

2.2 流程装置运行集成

化工产品开发要解决的问题应该最终满足产品和过程工程的集成。Grossmann 认为产品的开发需要结合市场的需求、过程研发和产品的生产周期评价等商务决策因素^[5]。笔者强调了化工产品开发途径的科学化及系统化,通过对产品过程开发的系统集成探索过程工艺参数调控对产品性能的影响,将性能指标同产品组分、微结构相关联,然后关联到过程流程和操作条件,分别建立产品模型和过程模型,而研究的关键就在于这两类模型的集成^[6-9]。

系统集成主要包括数据采集、信息传输和集成控制技术,协调系统内各单元工作,完成物料传输、物质变化、能量传递等多个过程。结合工艺流程的特点,合理装配设备,使得流程内各操作单元之间、操作单元内各部件之间能够协调配合;从物质的变化来说,把原料转变为产品是一个化学或物理的动态变化过程,对物料动态控制是确保产品质量的基础技术;在小型流程生产装置中实现操作过程的自动化,收集、交换、共享全过程信息,从系统集成的方面考虑信息控制和建模、仿真;借助各种专业分析应用工具,使系统共享一致的全局信息,以保证 Mini-plant 的运行性能。目前笔者在此 Mini-plant 上进行数据采集和校正、动态规划、优化操作、过程参数调优、异常状况的监控、反应过程的稳定性、分离操作的动态特性分析等研究课题。Mini-plant 实验平台上操作系统集成研究的框架如图 2 所示。

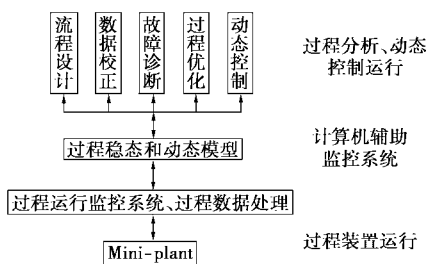


图 2 Mini-plant 实验平台上操作系统集成研究的框架

2.3 应用案例

目前在这套 Mini-plant 上进行过程开发的产品有对羟基苯甲酸酯(尼泊金酯)等。该产品是在常压、不同温度的反应条件下,以醇系列(甲醇、乙醇、丙醇、丁醇)与对羟基苯甲酸(尼泊金)为原料进行反

应合成的。

尼泊金酯是一种安全有效的酯型防腐剂和抑菌剂,广泛用于食品、化妆品及医药等行业。对霉菌、酵母及细菌有很好的抗菌作用,适用于弱酸或弱碱性食品。依据化学实验室试验结果,笔者在该套 Mini-plant 装置上研究该产品合成体系的反应转化率,反应动力学、热力学分析,反应过程工艺条件,操作和控制策略等因素的集成。该流程目的在于针对系统集成技术,研究进料、合成、换热、结晶分离等操作单元之间的协调工作,并对过程操作设计理论进行研究;运用计算机集成过程运行的研究成果,探索产品在反应中的温度变化动态曲线、结晶进程等过程的规律。从产品性能和纯度看,工艺流程开发和工艺条件的控制等许多问题是在化学实验室实验中无法实现的。

另一个产品流程试验体系是用环己烯合成乙酸过程,研究了操作条件如 pH 值、浓度对产品晶体生成和产品结构性能的影响。

3 结语及展望

化工产品设计和过程开发是化学产品工程的重要研究内容。对化工产品结构和性质的关系进行微观层次上的模型模拟和定量分析,经过筛选得出可行的方案;而在宏观层面上,建立 Mini-plant 实验平台,对方案进行针对性的试验,加快产品生产工艺设计开发过程。模块化装配能够方便地调整新产品的开发路线,发现和解决产品开发和制造中的关键技术问题,缩短产品开发周期,使化学工程研究快速响应化学品生产中提出的技术难题,以满足市场对各种化学品的需求。

参考文献

- [1] Wörz O. [J]. *Comp & Chem Eng*, 1995, 34(3): 261 - 268.
- [2] Hasebe S. [J]. *Comp & Chem Eng*, 2004, 29(1): 57 - 64.
- [3] Lievo P, Almark M, Purola V M, *et al*. Miniplant-effective tool in process development and design [A]. In: Kraslawski A, Turunen I. ESCAPE-13 [C]. Amsterdam: Elsevier, 2003. 761 - 766.
- [4] Heimann F. Process intensification through the combined use of process simulation and miniplant technology [A]. In: Kraslawski A, Turunen I. ESCAPE-13 [C]. Amsterdam: Elsevier, 2003. 155 - 160.
- [5] Grossman I E. [J]. *Comp & Chem Eng*, 2004, 29(1): 29 - 39.
- [6] 钱宇, 潘占铮, 江燕斌, 等. [J]. *化工进展*, 2003, 22(3): 217 - 223.
- [7] 钱宇, 李秀喜, 程华农. [J]. *化工学报*, 2003, 54(4): 557 - 563.
- [8] Pan J Z, Zhang I. J., Qian Y. [J]. *Chinese J Chem Eng*, 2004, 12(6): 1 - 10.
- [9] Zhao J, Viswanathan S, Zhao C H, *et al*. [J]. *Comp & Chem Eng*, 2000, 24(2 - 7): 1529 - 1533. ■