

Vođenje destilacijske kolone s razdjelnom stijenkom za četiri proizvoda

G. Lukač, J. Jazbec, F. Crnković i I. Dejanović*

DOI: 10.15255/KUI.2018.019

KUI-46/2018

Prispjelo 17. travnja 2018.

Prihvaćeno 19. lipnja 2018.

Ovo djelo je dano na korištenje pod
Creative Commons Attribution 4.0
International License



Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Marulićev trg 19, 10 000 Zagreb

Sažetak

U ovom radu istražuju se mogućnosti vođenja kompleksne konfiguracije destilacijske kolone s razdjelnim stijenkama (KRS) za četiri proizvoda. Simulacijski su ispitane dvije izvedbe sustava za vođenje. Na temelju statičkog modela destilacijske kolone razvijene su dinamičke simulacije tih dviju izvedba, a njihov učinak testiran je uvođenjem poremećaja u sustav. Rezultati pokazuju da je za uspješno vođenje i postizanje zahtijevane kvalitete proizvoda potrebna vrlo čvrsta regulacija temperaturnih profila unutar kolone, ali i da je to moguće postići konvencionalnim metodama vođenja, odnosno primjenom regulacije PID.

Ključne riječi

Kolona s razdjelnom stijenkom, vođenje, PID regulacija

1. Uvod

Destilacija, najzastupljenija i energetski najintenzivnija tehnika separacije, znatan je udio u ukupno utrošenoj energiji u procesnoj industriji, trošeći gotovo 40 % od ukupne energije u procesnoj industriji.¹ Takvu potrošnju energije ujedno prate i znatne emisije ugljikova(IV) oksida i ostalih stakleničkih plinova u okoliš. Zahtjevi za smanjenjem emisija ugljikova(IV) oksida nametnuti legislativom čine sve veći financijski pritisak na energetski intenzivne industrije prerade nafte, plina i kemikalija, navodeći industriju da razmotri implementaciju naprednih destilacijskih, tj. nekonvencionalnih tehnologija. U tom pogledu, jedna od obećavajućih tehnologija je kolona s razdjelnom stijenkom (KRS) koja, što je potvrđeno u praksi, zahtijeva manje energije, manje kapitalnih ulaganja i zauzima manje prostora u usporedbi s ekvivalentnim nizovima konvencionalnih destilacijskih kolona. U slučaju složenijih KRS-ova za četiri proizvoda, kojima se efektivno zamjenjuje niz od tri konvencionalne kolone, uštede energije i kapitala mogu doseći i 50 %.²

Dosad objavljena literatura i radovi pokazali su da su takve konfiguracije izvedive sa stajališta dostupnih metoda projektiranja, hidrauličkih svojstava i konstrukcije,³ bilo kao nove izvedbe, bilo kao nadogradnja postojećih, već instaliranih kapaciteta.⁴ Međutim problemi vezani uz vođenje takvih kolona, ponajprije povezani s činjenicom da još uvijek ne postoje industrijski dokazani načini regulacije protoka pare sa svake strane razdjelne stijenke, mogu se smatrati primarnim razlozima za izostanak

odlučnijeg koraka industrije prema praktičnoj implementaciji. Neki od radova koji predlažu praktična rješenja za regulaciju parnog reza su rad *Strandberga*,⁵ koji prikazuje uspješna ispitivanja na pilot-izvedbi Kaibelove kolone, uporabom unutarnjih ventila pokretanih električnim motorima, kao i nedavni rad *Kanga i sur.*,⁶ koji prikazuje jedno od mogućih rješenja za primjenu u industrijskom mjerilu, regulirajući pad tlaka i time raspodjelu protoka pare pomoću razine kapljevine na posebnoj plitici unutar kolone.

Objavljen je znatan broj radova na temu vođenja KRS-ova za tri proizvoda, međutim još uvijek nema dovoljno znanja o vođenju složenijih konfiguracija za četiri ili više proizvoda. Nekoliko istraživačkih radova bavi se vođenjem najjednostavnije izvedbe kolone za četiri proizvoda koja ima jednu razdjelnu stijenku, tzv. Kaibelovom kolonom, čija jednostavnija izvedba i operabilnost rezultira nižom energetskom djelotvornosti u usporedbi s Petlyukovim konfiguracijama. Rad *Dwivedija i sur.*⁷ prikazuje izvediv sustav za vođenje potpuno toplinski integriranog niza za četiri proizvoda. Prikazani rad može se predstaviti kao pristup koji primjenjuje sve stupnjeve slobode kao vođene varijable, pa tako i sve kapljevite i parne rezove. Kod projektiranja sustava za vođenje destilacijske kolone ključna je stvar da svaka jednostavna kolona za dva proizvoda treba regulaciju temperature u barem jednoj točki da se izbjegne tzv. klizanje (eng. *drift*) koncentracijskog profila.⁸ To vrijedi također i za svaku sekciju unutar destilacijske kolone. Nedavni rad *Yuana i sur.*⁹ pokazuje da čak i jednostavni sustav za vođenje s četiri stabilizacijska temperaturna regulacijska kruga može

* Autor za dopisivanje: doc. dr. sc. Igor Dejanović
e-pošta: ideja@fkit.hr

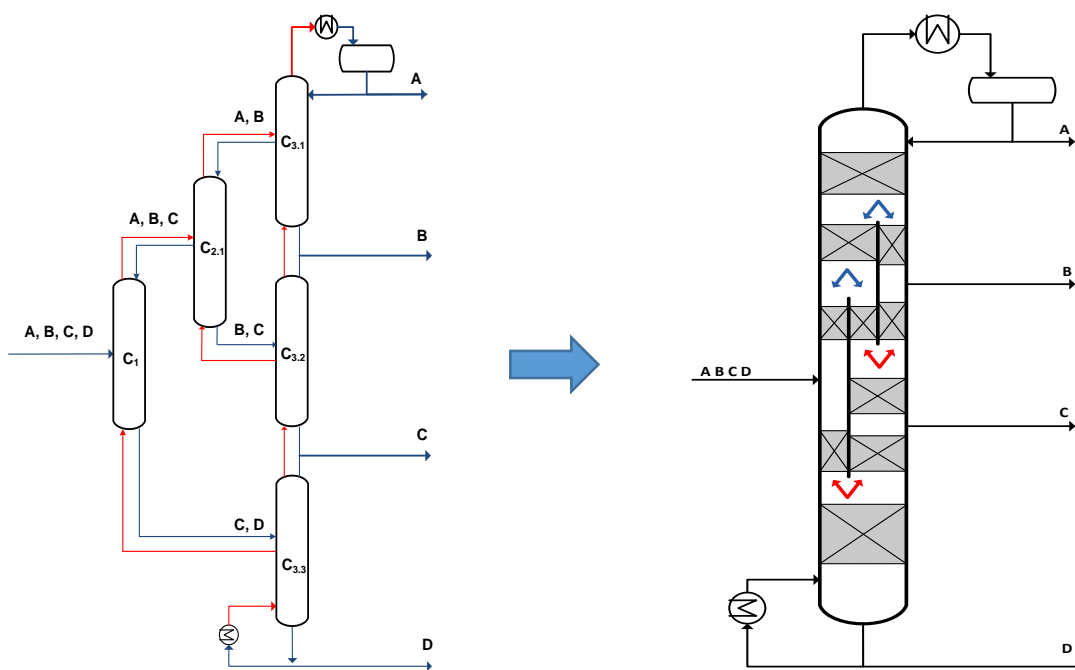
djelotvorno suzbiti razne poremećaje za KRS za tri proizvoda.

U ovom radu predstavljeni su rezultati dinamičke simulacije dva razvijena sustava za vođenje KRS-a za četiri proizvoda, u tzv. konfiguraciji 2-2-4.⁴ Glavni cilj bio je ustanoviti, na primjeru sirovine i proizvoda iz realnog procesa, je li moguće stabilno voditi tako kompleksnu konfiguraciju KRS-a, primjenjujući pritom samo lako mjerljive veličine i primjenjujući samo stupnjeve slobode koji se mogu regulirati u praktičnom okruženju.

2. Eksperimentalni dio

Konfiguracija 2-2-4 zasniva se na modificiranom Petlyukovom nizu za razdvajanje višekomponentne smjese. Konceptcija Petlyukovog niza je da se, za razliku od konvencionalnog, u svakom koraku provodi najlakša

separacija, odnosno separacija ključnih komponenata najveće razlike relativne hlapljivosti. Iako je takva konfiguracija složenija i zahtijeva više kolona, tj. sekcija u odnosu na konvencionalni niz, njome se ostvaruju znatne energetske uštede, a i sve su kolone međusobno potpuno toplinski integrirane, što znači da su izravno povezane parnim i kapljevitim tokovima preko kojih se prenosi potrebna energija za separaciju. Te činjenice omogućuju da se u cijeloj konfiguraciji upotrebljava samo jedan isparivač i kondenzator te, što je još bitnije, da sve kolone iz takvog niza budu smještene unutar jednog plašta ugradnjom pregrada – razdjelnih stijenki. Konkretna separacijski zadatak na kojem se temelji to istraživanje dozvoljava modifikaciju Petlyukove strukture tako da se jedna od kolona može izostaviti bez utjecaja na ukupnu energetska učinkovitost, što zauzvrat pojednostavljuje unutarnju konfiguraciju rezultirajuće KRS. Rezultirajuća struktura takvog KRS-a dana je na slici 1.



Slika 1 – Prikaz konfiguracije Petlyukovog niza i rezultirajućeg unutarnjeg rasporeda KRS-a

Fig. 1 – Representation of Petlyuk sequence and resulting internal section layout of DWC

Konfiguracija KRS-a 2-2-4 odabrana je zbog njezine relativne jednostavnosti – od svih potpuno toplinski integriranih kolona s razdjelnom stijenkom za četiri proizvoda, unutarnja struktura joj je najjednostavnija, s relativno kratkim dijelom plašta s tri paralelne sekcije, i sa samo dva parna i dva kapljevinska reza, što ju čini najvjerojatnijim izborom za praktičnu upotrebu. Za simulaciju i procjenu učinka razvijenih regulacijskih sustava primijenjen je softverski paket Aspen HYSYS V9. Da bi regulacijski sustav bio ocijenjen kao zadovoljavajući, nakon

uvođenja reguliranih poremećaja mora uspješno održati kvalitetu proizvoda unutar zadanih specifikacija. Konstantne nominalne vrijednosti parnih rezova postignute su u fazi projektiranja, odgovarajućim mjestima postavljanja razdjelnih stijenki, kao i odabirom punila u svakoj pojedinoj sekciji, unatoč tome što postoji stalna težnja u istraživanjima za upotrebom aktivnog parnog reza.

Pojna smjesa i specifikacije proizvoda temelje se na realnom industrijskom procesu – frakcionaciji reformiranog benzina, koji rabi konvencionalni, indirektni niz

destilacijskih kolona za potrebnu separaciju. Realna sirovina ima velik broj različitih komponenti u relativno malim udjelima, pa je sirovina upotrijebljena u simulaciji pojednostavljena na 15 najzastupljenijih komponenti, prikazanih u tablici 1.

Tablica 1 – Sastav ulazne sirovine

Table 1 – Inlet feed composition

Komponente Components	Maseni udio Mass fraction
<i>n</i> -butan	0,0189
<i>i</i> -pentan	0,0641
<i>n</i> -pentan	0,0450
2-metilpentan	0,0801
<i>n</i> -heksan	0,0430
benzen	0,0860
3-metilheksan	0,0199
toluen	0,2472
etilbenzen	0,0350
<i>p</i> -ksilen	0,0420
<i>m</i> -ksilen	0,1221
<i>o</i> -ksilen	0,0550
1,4-etilbenzen	0,0470
1,3,5-metilbenzen	0,0771
<i>n</i> -butan	0,0189

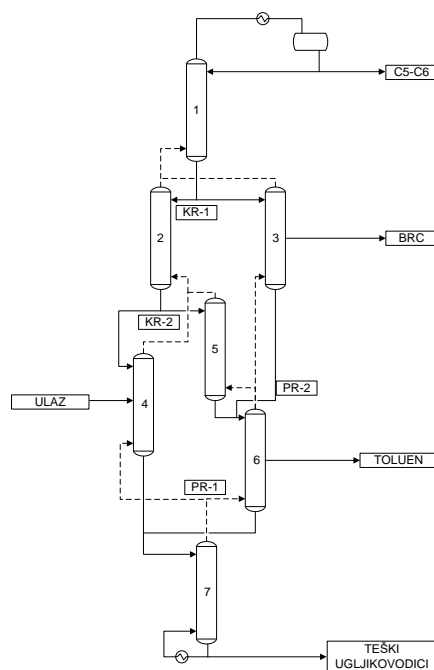
Specifikacije proizvoda koje moraju biti zadovoljene su sljedeće:

- vršni proizvod (laki ugljikovodici) – maks. 1,5 mas % benzena,
- gornji bočni proizvod (benzen koncentrat (BRC)) – 65,0 – 70,0 mas % benzena,
- donji bočni proizvod (frakcija bogata toluenom) – min. 98,0 mas % toluena,
- proizvod dna (etilbenzen i teži ugljikovodici) – maks. 0,1 mas % toluena.

Sa svrhom ispitivanja praktične izvedivosti vođenja takve konfiguracije kolone, primijenjeni su isključivo sustavi za vođenje temeljeni na regulatorima PID te se regulacija sastava ostvaruje isključivo preko temperatura u određenim dijelovima kolone. Drugo bitno ograničenje je u tome što parni rezovi nisu regulirani, već ovise isključivo o padu tlaka s pojedine strane razdjelne stijenke, što u

slučaju promjene procesnih parametara može dovesti do njihovih laganih varijacija uslijed različitih opterećenja pojedine sekcije kapljevinom. Poremećaj koji se uvodi u sustav je kontrolirana skokovična promjena udjela benzena u sastavu ulazne struje, odnosno 10 % promjene udjela benzena u ulaznoj struji. Benzen u ulaznoj struji i općenito u cijelom separacijskom slučaju jedna je od ključnih komponenata, te se može očekivati da njegova ulazna količina znatno utječe na količinu i kvalitetu izlaznih proizvoda.

Za dobivanje inicijalnih parametara stacionarnog modela simulacije primijenjena je analiza V_{\min} .¹⁰ Modeliranje i simulacija unutarnjeg rasporeda sekcija provedena je primjenom termodinamički ekvivalentnog niza od sedam kolona. Takav niz prikladan je za dinamičko simuliranje jer su parni i kapljevinski rezovi prikazani kao zasebne materijalne struje te ih je na taj način vrlo lako mjeriti, kvantificirati i regulirati pomoću kombinacije regulacijskih ventila. Upotrijebljen niz kolona prikazan je na slici 2.



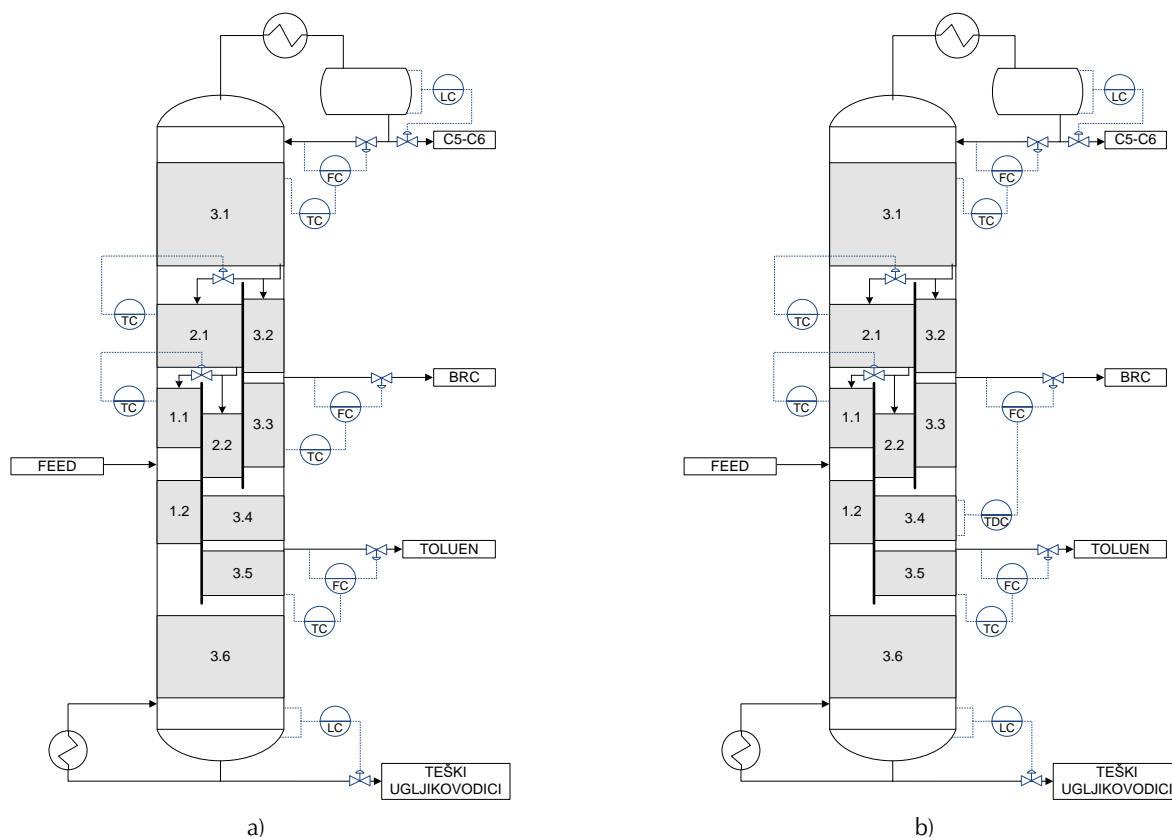
Slika 2 – Niz kolona upotrijebljen za dinamičku simulaciju, termodinamički identičan KRS-u

Fig. 2 – Sequence of columns used for dynamic simulation, thermodynamically identical to DWC

Prilikom pretvorbe statičkog modela u dinamički potrebno je izvršiti dimenzioniranje opreme, što uključuje punila kolone, promjer pojedinih sekcija, regulacijske ventile te veličinu vršnih posuda i donjeg, usisnog dijela kolone. Tip punila odabire se ovisno o dostupnim geometrijskim podacima punila te specifikacijama pada tlaka u ključnim točkama, za osiguravanje odgovarajuće raspodjele parne

faze s dvije strane zida, što je ključno za dobar rad kolone. Regulacijski ventili dimenzioniraju se na temelju vrijednosti očekivanog protoka i razlike tlakova dobivenih u statičkom modelu. Za odgovarajuće smirivanje procesa posude su

dimenzionirane na temelju vremena zadržavanja 10 min. Kod odgovarajućeg dimenzioniranja opreme dobiveni protoci i tlakovi u promatranim točkama u koloni ne razlikuju se znatno između dinamičkog i statičkog modela.



Slika 3 – Shematski prikaz prve (a) i druge (b) odabrane strukture za vođenje

Fig. 3 – Schematic display of the first (a) and second (b) control structure chosen

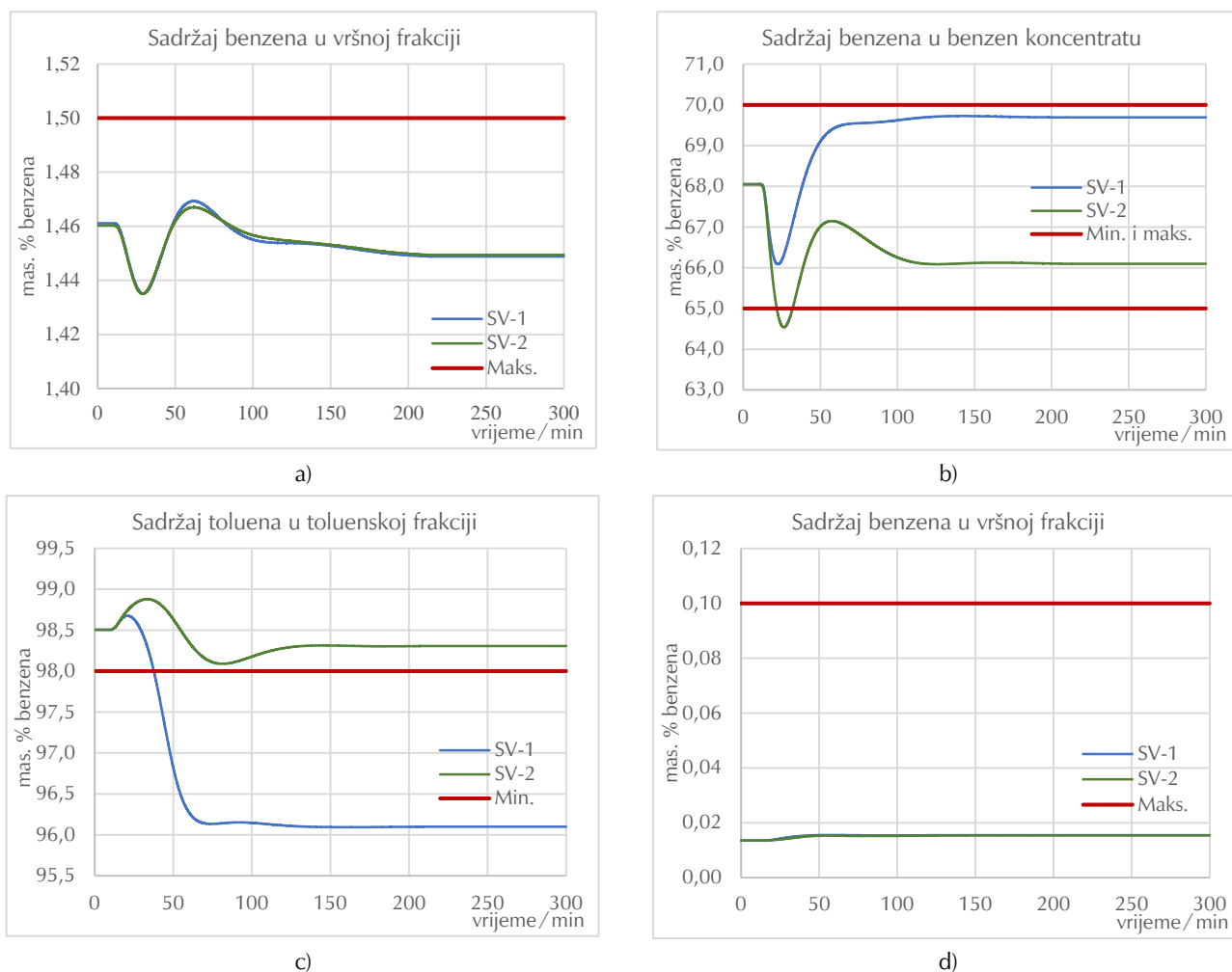
Odabir sustava za vođenje

U prvom sustavu za vođenje, prikazanom na slici 3a, sastav proizvoda regulira se posredno regulacijom temperatura na odabranim ravnotežnim stupnjevima unutar sekcija koje čine glavni frakcionator. Temperature se reguliraju podešavanjem protoka kolone, odnosno protoka dvaju bočnih produkata. Za brži odziv temperaturni krugovi su u kaskadnoj regulaciji s krugovima za regulaciju protoka. Rad sekcija koje predstavljaju predfrakcionator (1.1 i 1.2, odnosno 2.1 i 2.2 na slikama 3a i 3b) također se regulira putem temperatura na odabranim ravnotežnim stupnjevima, što se ostvaruje podešavanjem protoka kapljevine s gornjih sekcija, tj. varirajući vrijednost kapljevinskih rezova. Za odabir ravnotežnih stupnjeva na kojima se vodi temperatura napravljena je studija osjetljivosti u stacionarnom stanju, te su ispitivane promjene temperature duž cijele kolone prilikom varijacija sastava ulazne smjese. Osim tih regulacijskih krugova, za stabilan rad kolone nužno je da je tlak konstantan, odnosno čvrsto reguliran podešavanjem toplinske dužnosti kondenzatora te da se reguliraju razine kapljevine u

sabirniku pretoka i dnu kolone. Toplinska dužnost isparivača podešava se tako da održava konstantni omjer protoka sirovine i pretoka.

Drugi sustav za vođenje, prikazan na slici 3b, na isti način regulira tlak, razine, toplinsku dužnost isparivača i temperaturni profil predfrakcionatora. Razlika je u načinu regulacije temperaturnog profila sekcija glavnog frakcionatora. U ovom slučaju primjenjuje se jedna fiksna temperaturna točka i temperaturni diferencijal između dva ravnotežna stupnja unutar jedne od sekcija, pri čemu je fiksna temperaturna točka regulirana podešavanjem protoka izlazne toluenske struje, dok je temperaturni diferencijal reguliran podešavanjem protoka frakcije koncentrata benzena (BRC).

U oba slučaja svaki od parnih rezova simuliran je pomoću dva ventila s fiksnim stupnjem otvorenosti, što dopušta male varijacije uslijed pada tlaka u pojedinoj sekciji uzrokovanog različitim opterećenjem kapljevnom, što je posljedica regulacije kapljevinskih rezova.



Slika 4 – Dinamički odziv sadržaja ključnih komponenta svih produkata za oba sustava za vođenje (SSV)

Fig. 4 – Dynamic response of key product components for both control systems (SV)

3. Rezultati i rasprava

Grafički prikaz rezultata simulacijskog ispitivanja dani su na slikama 4a – d. Skokomična promjena ulaznog sastava uvedena je u desetoj minuti izvođenja simulacije te je odziv bilježen do 300. minute simulacije. Rezultati su prikazani kao vremenska ovisnost sadržaja ključne komponente svakog od četiriju proizvoda za svaki primijenjeni sustav za vođenje (SV). Na grafovima su prikazane i granične vrijednosti sadržaja koji zadovoljava specifikaciju. Na dinamičkim odzivima vidljivo je da prvi sustav za vođenje ne daje zadovoljavajuće rezultate u svim slučajevima, tj. ne održava zahtijevanu kvalitetu svih proizvoda. Kvaliteta toluenske frakcije vrlo brzo nakon uvođenja poremećaja pada znatno ispod zahtijevane vrijednosti od 98 mas. % toluena. Istodobno, sadržaj benzena u BRC-u raste gotovo do gornje granične vrijednosti. Takvi rezultati navode na zaključak da postoji nesrazmjer između protoka izvlačenja bočnih frakcija. Mora se uzeti u obzir činjenica da protoci bočnih proizvoda utječu ne samo na sastav tog proizvoda već i na

sastav onih iznad i ispod – npr. smanjenjem protoka BRC-a, sadržaj benzena u njemu raste, ali isto tako raste i sadržaj nečistoća u toku toluena i obrnuto. U konkretnom slučaju može se zaključiti da je protok BRC-a premalen, te se zbog toga u toku toluenske frakcije nađu i lakši ugljikovodici koji trebaju izaći putem BRC-a, koji u toluenskoj frakciji predstavljaju onečišćenje. Budući da protocima bočnih produkata upravljaju temperaturni krugovi čije se temperature nalaze na odabranim ravnotežnim stupnjevima unutar sekcija glavnog frakcionatora, očito je da takva regulacija ne može suzbiti uneseni poremećaj.

Uvidom u segment temperaturnog profila kolone kod mjesta izdvajanja bočnih produkata, koji je prikazan na slici 5, vidljivo je da se temperature na ravnotežnim stupnjevima više razlikuju u odnosu na početno stacionarno stanje što je taj pojedini ravnotežni stupanj udaljeniji od reguliranog ravnotežnog stupnja. Posebno područje koje je pritom prepoznato kao najutjecajnije je sekcija 3.4, čiji temperaturni profil pokazuje znatnu korelaciju s čistoćom toluena, a ujedno i s izvlačenjem benzen koncentrata. Upravo ta činjenica se iskoristila za

formiranje drugog sustava za vođenje, u kojem se razlika temperatura unutar spomenute sekcije podešava protokom BRC-a.

Ovim sustavom za vođenje dobiveni su znatno bolji rezultati. Svi proizvodi su nakon uvođenja poremećaja i smirivanja procesa unutar zadanih specifikacija. Udio benzena u BRC-u ostaje unutar zadanih granica, kao i sadržaj toluena u toluenskoj frakciji, što čini znatnu razliku u odnosu na dinamički odziv prvog sustava za vođenje. U oba slučaja, sastav vršne frakcije je zadovoljavajuće reguliran. Iako je sastav frakcije dna, odnosno sadržaj toluena u njoj cijelo vrijeme daleko ispod maksimalne granične vrijednosti, zbog vrlo malog udjela toluena i samim time vrlo malog utjecaja na ravnotežnu temperaturu u stupnjevima donjih sekcija, regulacija temperature u jednoj točki ne pruža zadovoljavajuću kvalitetu vođenja. To u konačnici ipak nema utjecaja na sastav, ali ima na energetsku učinkovitost, koja bi se mogla povećati kad bi se svaka od frakcija mogla dovesti na razinu blizu graničnih vrijednosti. Što se tiče vremena odziva, potpuno smirivanje procesa kod oba sustava ostvaruje se za nešto više od 3 sata, što je zadovoljavajuća vrijednost s obzirom na veličinu i tromost takvih proizvodnih jedinica i omogućuje da se vrijeme proizvodnje produkata izvan granica specifikacija svede na najmanju moguću mjeru.

4. Zaključak

Cilj ovog rada bio je na temelju podataka iz realnog industrijskog procesa simulacijski ispitati mogućnosti vođenja složenih destilacijskih kolona s razdjelnim stijenka primjenom lako mjerljive veličine i konvencionalne metode vođenja. Odabrana su dva sustava za vođenje te su ispitane njihove performanse u smislu održavanja kvalitete produkata i vremena odziva. Iz rezultata se može zaključiti da je za postizanje tražene kvalitete potrebno održavati odgovarajući koncentracijski, odnosno temperaturni profil unutar svih sekcija u koloni. Vođenje upotrijebljene konfiguracije kolone ne daje zadovoljavajuće rezultate ako se temperatura vodi isključivo na temelju temperatura u pojedinim točkama kolone. Rezultati ukazuju da temperaturni, a samim time i koncentracijski profil može pokazati znatno odstupanje između dviju vođenih točaka te da je s raspoloživim stupnjevima slobode u nekim slučajevima potrebno regulirati i temperaturni diferencijal unutar odgovarajuće sekcije ili segmenta destilacijske kolone. Svi prikazani rezultati dobiveni su bez regulacije parnog reza, iz čega je moguće zaključiti da je vođenje takve konfiguracije kolone moguće i bez njegove upotrebe kao stupnja slobode, što predstavlja velik značaj s aspekta potencijalne praktične implementacije takve konfiguracije u industrijskom okruženju. Provjerenom industrijskom metodom za

efikasno mjerenje i reguliranje parnog reza otvorila bi se mogućnost postizanja optimalne energetske učinkovitosti tijekom svih poremećaja i načina rada.

Popis kratica i simbola

List of abbreviations and symbols

KRS/DWC	– kolona s razdjelnom stijenkom – dividing-wall column
BRC	– benzen koncentrat – benzene rich cut
LC	– regulacija razine – level control
FC	– regulacija protoka – flowrate control
TC	– regulacija temperature – temperature control

Literatura

References

1. J. L. Humphrey, G. E. Keller II, Separation Process Technology, McGraw-Hill, New York, 1997.
2. I. J. Halvorsen, I. Dejanović, S. Skogestad, Ž. Olujić, Internal configurations for a multi-product dividing wall column, Chem. Eng. Res. Des. **91** (2013) 1954–1965, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2013.07.005>.
3. I. Dejanović, I. J. Halvorsen, S. Skogestad, H. Jansen, Ž. Olujić, Hydraulic design, technical challenges and comparison of alternative configurations of a four-product dividing wall column, Chem. Eng. Process. **84** (2014) 71–81, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2014.03.009>.
4. H. Jansen, I. Dejanović, T. Rietfort, Ž. Olujić, Dividing Wall Column as Energy Saving Retrofit Technology, Chem. Ing. Tech. **88** (2016) 200–207, doi: <https://doi.org/10.1002/cite.201500117>.
5. J. Strandberg, Optimal operation of dividing wall columns, PhD Thesis 2011:117, NTNU, Trondheim, 2011.
6. K. J. Kang, G. R. Harvianto, M. Lee, Hydraulic Driven Active Vapor Distributor for Enhancing Operability of a Dividing Wall Column, Ind. Eng. Chem. Res. **56** (22) (2017) 6493–6498, doi: <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b01023>.
7. D. Dwivedi, I. J. Halvorsen, S. Skogestad, Control structure selection for four-product Petlyuk column, Chem. Eng. Process. **67** (2013) 49–59, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2012.07.013>.
8. S. Skogestad, The Dos and Don'ts of Distillation Column Control, Chem. Eng. Res. Des. **85** (2007) 13–23, doi: <https://doi.org/10.1205/cherd06133>.
9. Y. Yuan, K. Huang, H. Chen, L. Zhang, S. Wang, Asymmetrical Temperature Control of a BTX Dividing-Wall Distillation Column, Chem. Eng. Res. Des. **123** (2017) 84–98, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.04.023>.
10. I. J. Halvorsen, S. Skogestad, Minimum energy consumption in multicomponent distillation. 3: More than three products and generalized Petlyuk arrangements, Ind. Eng. Chem. Res. **42** (2003) 616–629, doi: <https://doi.org/10.1021/ie0108651>.

SUMMARY

Control System Design for Four-product Dividing Wall Column

*Goran Lukač, Josip Jazbec, Filip Crnković, and Igor Dejanović**

In this paper, controllability of a complex, multipartition dividing-wall column (DWC) configuration for four products is examined. Two control system configurations have been tested by simulation and their performance evaluated by introduction of controlled disturbances into the model. Results suggest that, in order to obtain required product quality, it is necessary to have very tight temperature and composition profile control, but also that this is achievable by using simple means of control, *i.e.*, PID controllers.

Keywords

Dividing wall column, control, PID controller

*University of Zagreb
Faculty of Chemical Engineering and Technology
Marulićev trg 19
10 000 Zagreb, Croatia*

Received April 17, 2018
Accepted June 19, 2018

