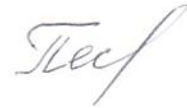


На правах рукописи



ПЕСКОВ Николай Павлович

**МЕТОД АВТОМАТИЗИРОВАННОГО КОНТРОЛЯ КОНЦЕНТРАЦИИ
ДИЭТАНОЛАМИНА С ПРИМЕНЕНИЕМ ОПТИЧЕСКОГО СЕНСОРА
ПРИ РЕКТИФИКАЦИИ ЭТАНОЛАМИНОВ**

Специальность 05.11.13 – «Приборы и методы контроля природной среды,
веществ, материалов и изделий»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Дзержинск – 2018

Работа выполнена на кафедре «Автоматизация, транспортные и информационные системы» Держинского политехнического института Нижегородского государственного технического университета имени Р.Е. Алексеева (ДПИ НГТУ)

Научный руководитель: Зубков Илья Львович, к.т.н., с.н.с. научно-исследовательской части кафедры «Автоматизация, транспортные и информационные системы» ДПИ НГТУ

Официальные оппоненты: Кузелев Николай Ревокатович, д.т.н., профессор, советник генерального директора АО «Энергомонтаж Интернэшнл», г. Москва

Белинская Наталия Сергеевна,
к.т.н., доцент Инженерной школы природных ресурсов ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск

Ведущая организация: Закрытое акционерное общество «Научно-исследовательский институт интроскопии МНПО «СПЕКТР», г. Москва

Защита диссертации состоится «31» мая 2018 года в 15 часов 00 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.165.01 в НГТУ им. Р.Е. Алексеева по адресу: г.Нижний Новгород, ул. Минина, д. 24.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные гербовой печатью, просим направить по адресу: 603950, г.Нижний Новгород, ул. Минина, д. 24.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НГТУ им. Р.Е. Алексеева и на сайте <http://vak.ed.gov.ru>.

Автореферат разослан «___» _____ 20__ г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.165.01



Ю.Г. Белов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Контроль параметров технологического процесса – необходимое условие выпуска продукции высокого качества и важнейшая функция управления процессом при ректификации этаноламинов, в частности, с обеспечением требуемой степени разделения компонентов исходной смеси. Важной и актуальной задачей является оперативный контроль концентрации диэтанолamina (показателя качества продукта) в автоматизированном режиме.

Этаноламины являются базовым сырьем и входят в состав рецептур готовых продуктов во многих отраслях народного хозяйства: от нефте- и газоперерабатывающей, цементной и металлургической, до косметической, фармацевтической и сельскохозяйственной.

Проблемам контроля состава этаноламинов и оптимального управления ректификацией посвящены работы Зенкевича И.Г., Маслова Л.П., Кучменко Т.А., Кафарова В.В., Анисимова И.В., Бодрова В.И., Покровского В.Б., Александрова И.А. и др. Разработкой оптических методов контроля состава газовых сред занимались Александров С.Е., Сажин С.Г., Кечкина Н.И., Задворнов С.А., Соколовский А.А. и др.

В промышленности этаноламины получают в результате взаимодействия окиси этилена и аммиака. Получаемая смесь содержит три компонента: моноэтанолamin (МЭА), диэтанолamin (ДЭА) и триэтанолamin (ТЭА), каждый из которых имеет свою область применения. Разделение трехкомпонентной смеси путем ректификации производится в двух колоннах насадочного типа. Управление работой последней из этих колонн по разделению ДЭА и ТЭА вследствие того, что оба ее выходных потока являются целевыми, требует регулирования состава (содержания ДЭА в бинарной смеси) как дистиллята, так и кубовой жидкости. Применение базовых регуляторов состава дистиллята и кубовой жидкости (температуры верха и низа колонны) из-за наличия перекрестных связей по управляющим воздействиям этих регуляторов приводит к их неустойчивой работе. На данной стадии удается получить чистый ДЭА (97%) и технический ТЭА (85%). Для получения чистого ТЭА (99%) необходима перегонка в дополнительной ректификационной колонне, что связано с колоссальными энергетическими затратами. Проблема управления качеством этаноламинов заключается также в том, что ректификационная установка постоянно находится под воздействием возмущений в виде изменения количества и состава сырья. В этих условиях ее работа характеризуется длительными переходными процессами со значительными колебаниями выхода и качества этаноламинов. Существующие методы контроля возмущающего воздействия по составу питающей смеси этаноламинов (электрохимические, газожидкостной хроматографии) недостаточно оперативны, дороги и не поддаются

автоматизации. Ранее проведенные исследования показали перспективность применения для решения данной проблемы оптических химических сенсоров (ОХС), что особенно актуально, учитывая возможности их применения в составе автоматизированных систем управления, работающих во взрыво- пожароопасных условиях.

Таким образом, ввиду важнейшего народнохозяйственного значения этаноламинов и необходимости их получения на уровне мировых стандартов качества, проблема обеспечения качества получаемой продукции имеет большое значение для данной отрасли и разработка метода автоматизированного контроля концентрации диэтаноламина в составе бинарной смеси этаноламинов с применением оптического сенсора при ректификации является актуальной задачей.

Объектами исследований являются технологический процесс производства этаноламинов на стадии ректификации смеси ди- и триэтаноламина; оптический сенсор с чувствительным покрытием в виде функционального полимера Д-924-Ст, представляющего собой акридиновый краситель, иммобилизованный на полистиролсульфонате натрия.

Предметом исследований являются математические модели ректификации этаноламинов, методы и алгоритмы управления качеством готовой продукции, а также закономерности функционирования оптического химического сенсора контроля концентрации диэтаноламина.

Целью диссертационной работы является разработка метода активного контроля концентрации диэтаноламина в автоматизированном режиме при ректификации бинарной смеси ди- и триэтаноламина с применением оптического сенсора для повышения качества производимой продукции.

Поставленная в работе цель достигнута за счет **решения следующих задач:**

1. Определение регулируемых параметров, управляющих и возмущающих воздействий технологического процесса ректификации этаноламинов.

2. Разработка алгоритма по повышению разделяющей способности колонны ректификации (с получением чистых ДЭА и ТЭА) на основе анализа существующих методов управления непрерывной ректификацией и способов определения состава этаноламинов.

3. Разработка математической модели ректификации бинарной смеси ДЭА-ТЭА и проведение параметрической идентификации для проверки работы системы автоматизированного контроля концентрации диэтаноламина.

4. Оптимизация разработанного ОХС (покрытие Д-924-Ст) для определения концентрации диэтаноламина в бинарной смеси ДЭА-ТЭА в газовой фазе.

5. Разработка комбинированной системы автоматизированного аналитического контроля концентрации ДЭА с применением оптического сенсора и компенсатора возмущающих воздействий для обеспечения требуемой степени разделения компонентов.

6. Разработка аппаратно-программного комплекса системы автоматизированного контроля концентрации диэтанолamina при ректификации бинарной смеси ди- и триэтанолamina.

Научная новизна диссертационной работы:

1. Разработана аналитическая математическая модель непрерывного процесса ректификации этанолaminов в колонне насадочного типа на основе уравнений материально-энергетического баланса с учетом объемного коэффициента массопередачи и параметров равновесного состояния парожидкостной смеси этанолaminов, позволяющая научно обоснованно подойти к выбору алгоритмов управления процессом.

2. Определены параметры модели ректификационного разделения смеси ДЭА и ТЭА путем обработки опытных данных промышленной эксплуатации ректификационной колонны, что позволило адаптировать полученную модель к реальным условиям работы.

3. Предложен способ определения концентрации диэтанолamina методом градуировочного графика с использованием оптического сенсора (покрытие Д-924-Ст), обеспечивающий автоматизированный контроль технологических сред в реальном времени.

4. Разработан алгоритм работы компенсатора внешних возмущающих воздействий, при использовании которого повышается точность и стабильность регулирования технологического процесса ректификации, даже в случае образования азеотропных смесей. На разработанный алгоритм получен патент на изобретение.

5. Разработан алгоритм расчета расхода дистиллята для регулирования состава дистиллята и кубовой жидкости с использованием управления на базе нечеткой логики.

Методы исследования. В диссертации научные исследования основаны на методах системного анализа, статистической обработки данных, теории управления, математического моделирования, идентификации, имитационного моделирования на ЭВМ, теории эксперимента. Экспериментальные исследования проводились на прошедших поверку средствах измерения с применением поверочной газовой смеси.

Практическая значимость работы. Основные результаты диссертационного исследования, имеющие практическую значимость, заключаются в следующем:

1. Оптимизирована конструкция ОХС с использованием покрытия Д-924-Ст для контроля концентрации диэтанолamina в процессе ректификации бинарной смеси ДЭА-ТЭА с определением оптимальных характеристик сенсора: толщина пленки чувствительного покрытия на уровне 0,52 мкм и рабочая температура 45-50 °С.

2. Разработан набор программ для проведения модельных исследований процесса ректификации смеси ди- и триэтанолamina.

3. Разработан набор прикладных программ для визуализации процессов контроля и управления в ректификационной колонне.

4. На базе микропроцессорного контроллера разработана и внедрена распределенная система управления технологическим процессом производства этаноламинов на ООО «Синтез ОКА» (г. Дзержинск), что позволило повысить качество производимой продукции, уменьшить себестоимость чистых компонентов смеси за счет исключения операции доочистки полученных продуктов.

5. Диссертационные материалы используются в учебном процессе в рамках дисциплины «Автоматизация технологических процессов и производств», «Моделирование систем управления», «Приборы и средства измерений» кафедры «Автоматизация, транспортные и информационные системы» Дзержинского политехнического института (филиала) Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования (ФГБОУ ВО) «Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева» (ДПИ НГТУ). Акты внедрения прилагаются к диссертации.

Достоверность результатов настоящей работы подтверждена данными по составу смеси ди- и триэтаноламинов, полученными при математическом и имитационном моделировании процесса ректификации смеси ди- и триэтанолamina, совпадением результатов теоретических и экспериментальных исследований, а также опытной эксплуатацией разработанных алгоритмов и систем управления с использованием стандартизированных методик и аттестованного оборудования.

Апробация работы. Основные научные результаты докладывались и обсуждались на Международных молодежных научно-технических конференциях «Будущее технической науки», Нижний Новгород, 2009 г., 2010 г., 2011 г., 2012 г.; на Международных научно-технических конференциях «Информационные системы и технологии», Нижний Новгород, 2010 г., 2011 г., 2012 г.; на Всероссийской научно-технической конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике, Москва, 2011 г.; на Международной научно-практической конференции «Perspektywiczne opracowania są nauką i technikami - 2011», Польша, 2011 г.; на Международной научной конференции «Актуальные вопросы современной техники и технологии», Липецк, 2012 г.; на Международных научных конференциях «Математические методы в технике и технологиях», Саратов, 2012 г., Нижний Новгород, 2013 г.; на Международной научно-практической конференции «Dny vedy-2012», Прага, 2012 г.; на Международной научно-практической конференции «Образование и

наука на XXI век», Белгород, 2012 г.; на 18-й Нижегородской сессии молодых ученых, Нижний Новгород, 2013 г.

На защиту выносятся следующие основные положения:

1. Активный метод автоматизированного контроля концентрации ДЭА в процессе ректификации бинарной смеси ди- и триэтанолamina, обеспечивающий повышение разделительной способности колонны с получением чистых компонентов смеси без дополнительной операции доочистки получаемых продуктов.

2. Математическая модель насадочной ректификационной колонны для разделения бинарной смеси ДЭА-ТЭА с адаптацией к реальным условиям работы, позволяющая прогнозировать состав целевой продукции в зависимости от условий проведения процесса.

3. Оптический сенсор, основанный на измерении ослабления светового потока, происходящего вследствие избирательного поглощения света чувствительным покрытием Д-924-Ст, обеспечивающий измерение концентрации ДЭА в бинарной смеси при ректификации этанолaminов с минимальным запаздыванием в непрерывном режиме, в реальном времени.

4. Алгоритмическое и программно-техническое обеспечение комбинированной системы автоматизированного аналитического контроля концентрации ДЭА с применением оптического сенсора и блока оптимальной обработки информативных сигналов, позволяющих получить в одной ректификационной колонне чистые ДЭА и ТЭА.

Публикации. По результатам научных исследований опубликованы 23 печатные работы, из которых 4 - в изданиях, рекомендованных ВАК РФ для публикации материалов кандидатских и докторских диссертаций, монография, материалы международных и всероссийских научно-технических конференций, получен 1 патент на изобретение.

Связь работы с научными программами. Работа выполнена в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» по теме: «Разработка мобильной мультисенсорной системы мониторинга атмосферного воздуха (его приземного слоя) для качественного и количественного обнаружения газов основных приоритетных загрязнителей атмосферного воздуха (ОПЗАВ)» при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации. Соглашение № 14.577.21.0144 от 28.11.14. Уникальный идентификатор проекта RFMEEF157714X0144.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы, включающего 128 наименований, двух приложений. Работа изложена на 166 страницах машинописного текста, содержит 64 рисунка и 20 таблиц.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулирована цель и основные задачи исследования, определена научная новизна и практическая ценность полученных результатов, обоснована их достоверность, сформулированы основные положения, выносимые на защиту, перечислены научные конференции, на которых докладывались и обсуждались результаты работы.

В первой главе рассмотрена технология производства этаноламинов и ее аппаратное оформление, что позволило построить функциональную модель процесса получения этаноламинов по методологии IDEF 0 (рисунок 1).

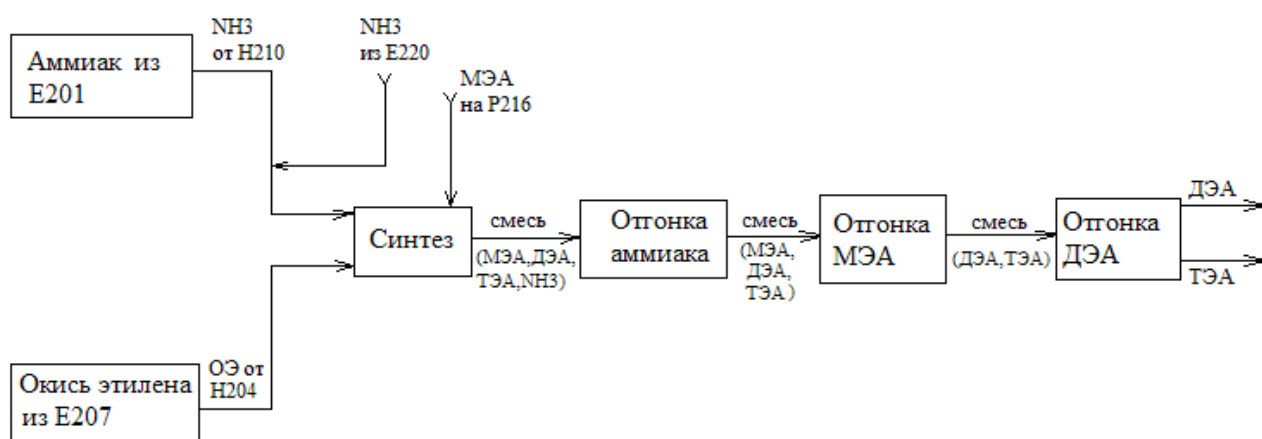


Рисунок 1 - Схема производства этаноламинов

Проведен анализ технологического регламента, предусматривающего выпуск продуктов, отвечающих требованиям качества согласно таблицам 1, 2.

Таблица 1 - Диэтаноламин ((НОСН₂СН₂)₂NH)

| Наименование показателя | Значение | | |
|---|--|---------|-------------|
| | Сорт высший | Марка А | Марка Б |
| 1. Внешний вид | Вязкая прозрачная жидкость от бесцветного до желтого цвета, без механических включений | | |
| 2. Массовая доля диэтанолamina, %, не менее | 99 | 97 | 85 |
| 3. Массовая доля примесей (вода, моноэтаноламин, триэтаноламин, неидентифицированные примеси), %, не более: | 1 | - | - |
| 4. Плотность при 20 ⁰ С, в пределах, г/см ³ | - | - | 1,090-1,110 |

Таблица 2 - Триэтаноламин ((НОСН₂СН₂)₃N)

| Наименование показателя | Значение | | |
|---|--|-------------|----------------|
| | Марка А | Марка Б | Марка В |
| 1. Внешний вид | Прозрачная жидкость от бесцветного до темно-коричневого цвета. Допускается зеленоватый оттенок | | |
| 2. Массовая доля триэтанолamina, %, не менее | 95 | 85 | 80 |
| 3. Массовая доля воды, % не более | 0,5 | 1 | не нормируется |
| 4. Плотность при 20 ⁰ С, г/см ³ | 1,120-1,135 | 1,090-1,130 | |

Определены процессы и факторы, влияющие на качественные показатели получаемой продукции. Проведен анализ технологического процесса ректификации как объекта управления. Получена структурная схема объекта управления. Проведен обзор систем автоматизированного управления процессом ректификации. Поставлена проблема обеспечения требований по качеству получаемых продуктов и оперативного контроля состава питающего потока.

На основе проведенного анализа сформулирована цель работы, поставлены соответствующие задачи исследования и дано их обоснование.

Во второй главе представлены результаты разработки математической модели процесса ректификации бинарной смеси ди- и триэтанолamina для исследования и прогнозирования поведения реального объекта управления в целях обеспечения и стабилизации заданных значений показателей качества выходных потоков.

Математическая модель процесса представляет собой систему уравнений, описывающую распределение концентрации диэтанолamina в потоках пара и жидкости по высоте колонны [1]. Для построения модели вся насадочная часть колонны высотой H разбивается на бесконечно малые элементы величиной dh и для каждого такого элемента записывается основное уравнение массопередачи (для жидкой и паровой фаз, для укрепляющей и исчерпывающей частей колонны), в результате чего рассчитываются мольные доли диэтанолamina в жидкой и паровой фазах на каждом элементарно малом участке насадки. Блок-схема модели представлена на рисунке 2. Система полученных уравнений решается итерационным методом. Порядок расчета - снизу вверх. Результатом расчета являются значения выходных технологических параметров процесса X_w (состав кубовой жидкости) и X_d (состав дистиллята).

Для практического использования разработанной математической модели определены ее параметры (объемный коэффициент массопередачи K_{OMP} и три коэффициента формализованной зависимости (b_0, b_1, b_2) , описывающей парожидкостное равновесие в системе диэтанолamin-триэтанолamin) путем использования опытных данных промышленной эксплуатации ректификационной колонны разделения смеси ДЭА и ТЭА в различных режимах [2]. Комплект данных включал значения всех входных и выходных технологических параметров.

Сумма квадратов расхождений между расчетными (по модели) и экспериментальными значениями выходных параметров по всем опытам рассматривалась как критерий оптимальности при выборе значений параметров математической модели:

$$Q = \sum (X_d^p - X_d^3)^2 + \sum (X_w^p - X_w^3)^2 .$$

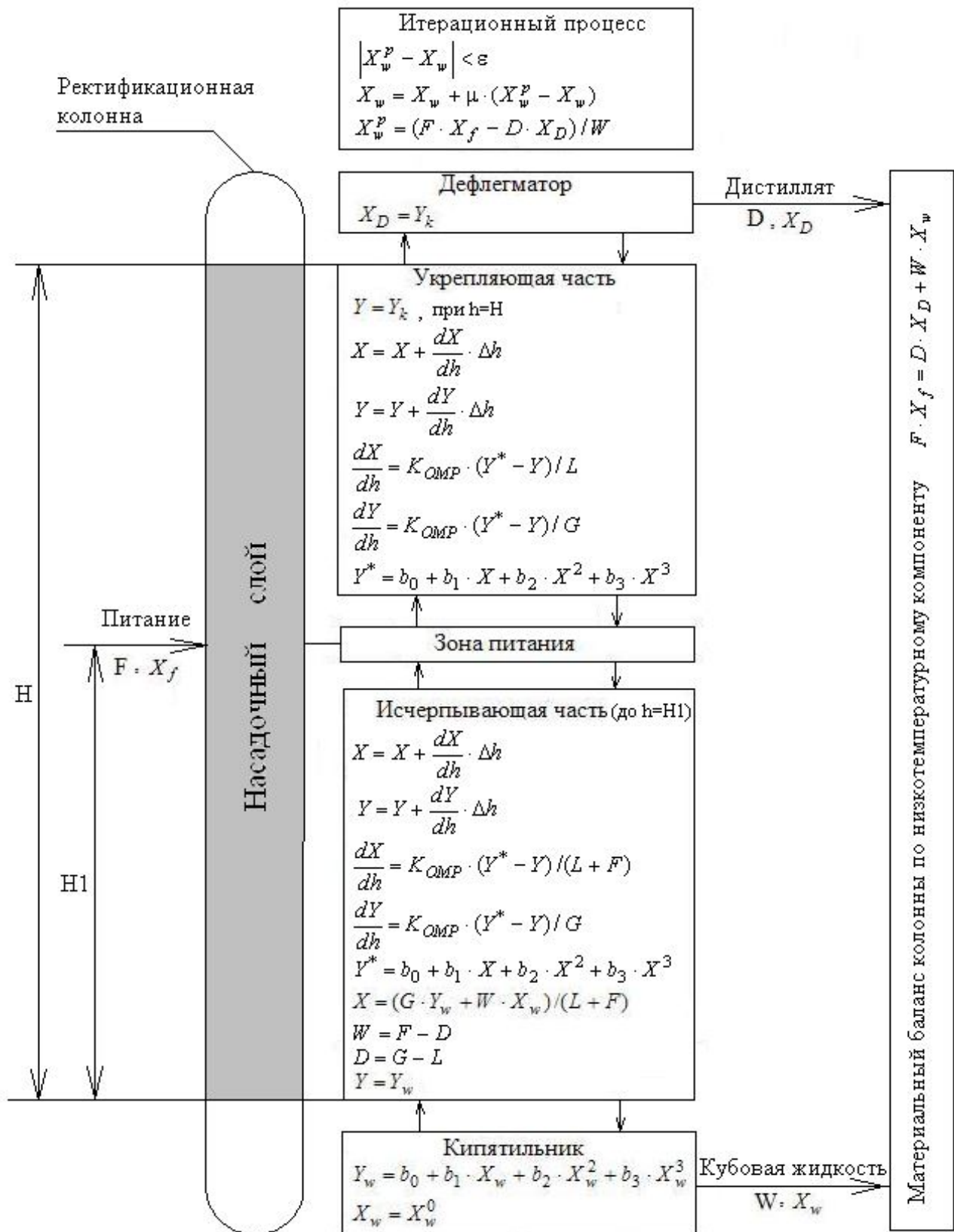


Рисунок 2 - Блок-схема модели процесса ректификации смеси ди- и триэаноламина:

H -высота насадки колонны, $H1$ -высота ввода питания в колонну, F -расход питания, x -содержание ДЭА в жидкой фазе, y -содержание ДЭА в паровой фазе, D -расход дистиллята, W -расход кубовой жидкости, G -расход пара, L -расход флегмы, K_{OMP} -объемный коэффициент массопередачи, b_0, b_1, b_2 -коэффициенты формализованной зависимости, ϵ -погрешность расчета

Оптимальный выбор пяти параметров математической модели выполнялся путем минимизации критерия оптимальности Q методом Розенброка с учетом ограничений на расчетные величины выходных технологических параметров.

Результаты определения параметров модели для процесса ректификации в насадочной колонне представлены в таблице 3.

Таблица 3 - Результаты определения параметров модели для процесса ректификации

| Приближение | Параметры модели для процесса ректификации | | | | | Q |
|-------------|--|--------|--------|---------|--------|--------|
| | K_{OMP} | b_0 | b_1 | b_2 | b_3 | |
| Стартовое | 0,5078 | 0,1003 | 4,3613 | -7,4548 | 4,1831 | 0,9479 |
| Финальное | 9,4597 | 0,6432 | 2,2979 | -4,0003 | 2,1043 | 0,0006 |

Для установления адекватности разработанной математической модели с найденными значениями ее параметров выполнено сравнение дисперсий расхождения опытных и расчетных данных, полученных при обучении и тестировании адекватности модели.

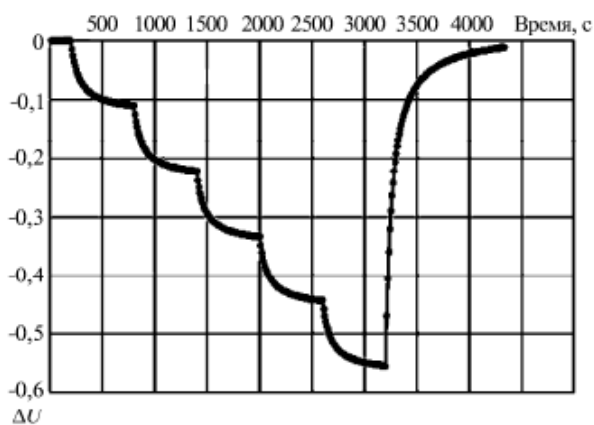
Дисперсия определяется по формуле $S^2 = \frac{Q}{f}$, где Q – сумма квадратов расхождений опытных и расчетных данных; f - число степеней свободы дисперсии. Дисперсионное отношение $F=1.67$ оказалось меньше критического, что свидетельствует об адекватности математической модели по критерию Фишера.

В третьей главе рассматриваются вопросы адаптации датчика (сенсора) аммиака, разработанного в рамках федеральной целевой программы (уникальный идентификатор проекта RFMEEF157714X0144), для определения концентрации диэтанолamina в смеси ДЭА-ТЭА в газовой фазе с целью расширения возможности автоматизации производственных процессов.

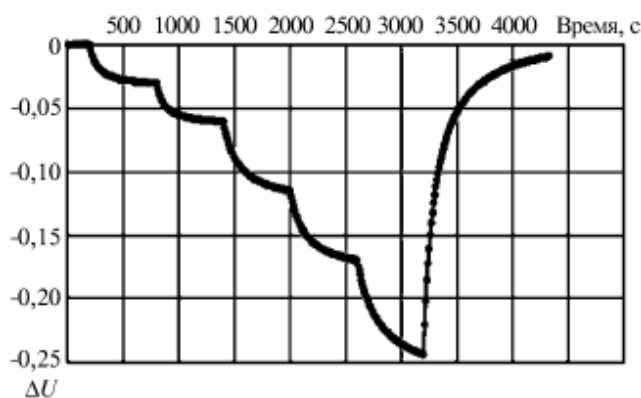
Для определения концентрации ДЭА производится процедура пробоподготовки, для чего выполняется газификация смеси ДЭА - ТЭА в объеме искусственного воздуха, после чего полученная газовая смесь направляется в камеру сенсора, где и определяется концентрация ДЭА в смеси. Это позволяет определить соотношение ДЭА/ТЭА в смеси, поступающей на вход колонны, скорректировав в результате параметры ее работы.

В качестве датчика концентрации ДЭА и ТЭА используется оптический сенсор с нанесенным активным чувствительным покрытием типа Д-924-Ст. Данное покрытие представляет собой функциональный полимер, созданный на основе полистиролсульфонат натрия, модифицированного катионами акридинового красителя. Покрытие Д-924-Ст показало высокую эффективность при определении аммиака, поэтому основной задачей исследования стало определение его характеристик при детектировании ди- и триэтаноламинов [3].

Для определения кинетических кривых были созданы газовые смеси с концентрацией 1000 мг/м^3 ДЭА и ТЭА. Подачей доз этой смеси, объемом 10 мл в камеру сенсора, объемом 50 мл, в последней постепенно возрастала концентрация ДЭА (или ТЭА), что и регистрировалось сенсором. В результате проведения таких напусков (выполнялось 5 напусков) и последующей продувки сенсорной камеры искусственным воздухом были получены соответствующие кинетические кривые по ДЭА и ТЭА, показанные, соответственно, на рисунках 3,а и 3,б.



а



б

Рисунок 3 – Кинетические кривые, полученные при напуске ДЭА (а) и ТЭА (б) в камеру сенсора

На основе анализа полученных кинетических кривых были получены статические зависимости сенсора при различной толщине чувствительного покрытия (ЧП) (рисунок 4), которые представляют собой зависимости выходного сигнала сенсора от концентрации ДЭА и ТЭА, для различных толщин ЧП при температуре $+25^\circ\text{C}$. На рисунке 5 представлена зависимость чувствительности сенсора к ДЭА и ТЭА от температуры.

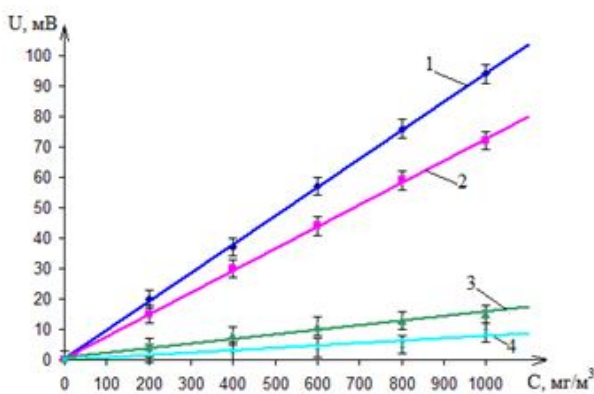


Рисунок 4 – Статические характеристики сенсора:

- 1 – определение ДЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм;
- 2 – определение ДЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм;
- 3 – определение ТЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм;
- 4 – определение ТЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм

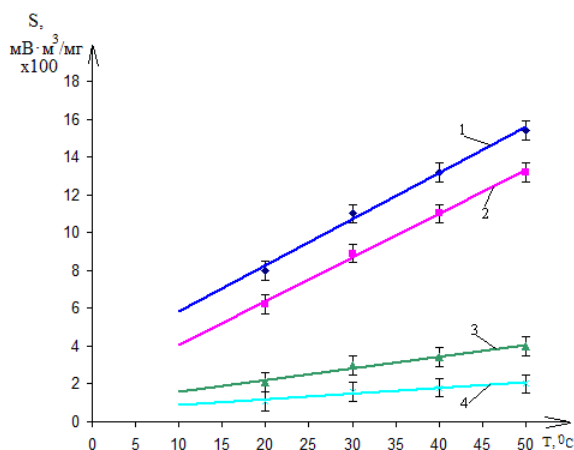


Рисунок 5 – Зависимость чувствительности сенсора к ДЭА и ТЭА от температуры:

- 1 – определение ДЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм;
- 2 – определение ДЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм;
- 3 – определение ТЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм;
- 4 – определение ТЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм

Зависимости показывают, что сенсоры с любой толщиной ЧП имеют существенно большую чувствительность к ДЭА, чем к ТЭА, а также то, что с ростом температуры чувствительность сенсоров (также с любой толщиной ЧП) растет. При этом с ростом толщины пленки ЧП реакция сенсора (т.е. его чувствительность) также возрастает.

На рисунке 6,а показаны зависимости постоянной времени сенсоров для ДЭА и ТЭА по переднему фронту для различных по толщине чувствительных покрытий от температуры. На рисунке 6,б показаны аналогичные зависимости по заднему фронту переходной характеристики сенсора.

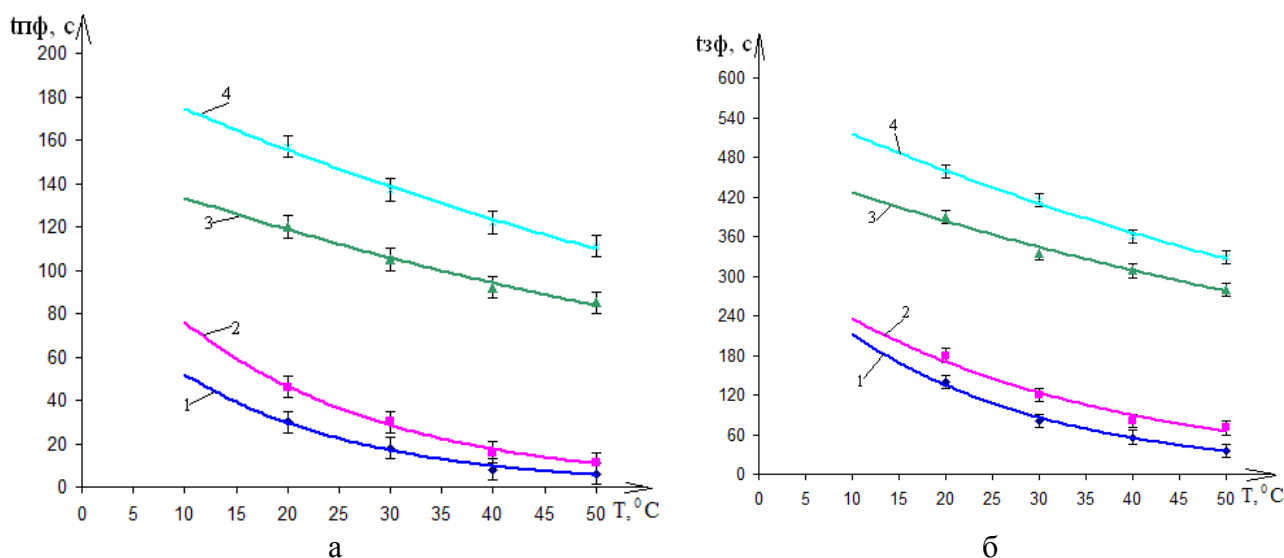


Рисунок 6 – Динамические характеристики сенсора: а) передний фронт, б) задний фронт, 1 – определение ДЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм; 2 - определение ДЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм; 3 - определение ТЭА, толщина ЧП – 0,52 мкм; 4 - определение ТЭА, толщина ЧП – 0,86 мкм

Как можно видеть, с повышением температуры быстродействие сенсора повышается, но с увеличением толщины пленки ЧП оно уменьшается, причем в значительно большей степени при детектировании ТЭА по сравнению с ДЭА. Кроме того, постоянные времени сенсора по переднему фронту в несколько раз (примерно втрое) меньше, чем по заднему.

При работе в технологическом процессе сенсор будет испытывать воздействие паров ДЭА и ТЭА не по отдельности, а совместно. Поэтому была проведена серия экспериментов по изучению влияния на выходной сигнал сенсора смеси ДЭА и ТЭА. Результаты экспериментов представлены на рисунке 7.

Для определения стабильности сенсорных характеристик рассматриваемого ЧП проводилась серия циклов «напуск–продувка» смеси ДЭА-ТЭА с соотношением компонентов 1/1 при различных температурах. Определялась реакция сенсора, его чувствительность и изменение этой чувствительности от цикла к циклу. Результат исследования представлен на рисунке 8. Показано относительное изменение чувствительности (по модулю) - $|\Delta S|$ от температуры. Из полученной зависимости следует,

что значительная деградация сенсорных свойств ЧП начинается примерно с 60 - 65°C. При температуре около 90°C деградация принимает катастрофический характер.

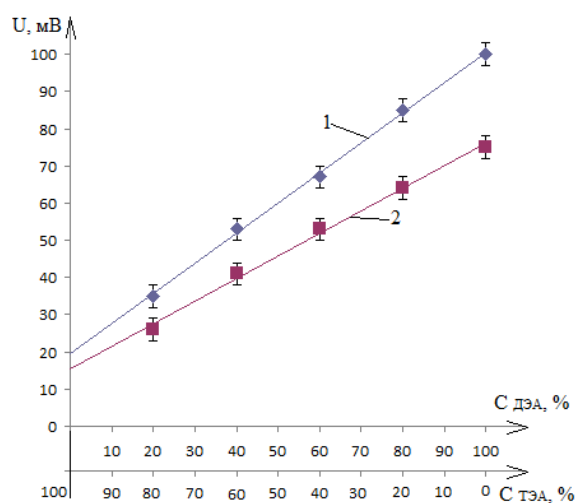


Рисунок 7 – Статические характеристики сенсора для бинарной смеси с различным соотношением ДЭА и ТЭА:

1 – толщина ЧП – 0,86 мкм; 2 - толщина ЧП – 0,52 мкм

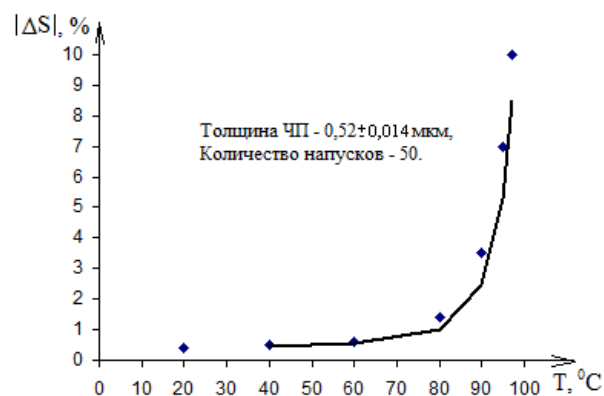


Рисунок 8 – Стабильность сенсорных свойств ЧП при различных рабочих температурах сенсора

Таким образом, для реализации сенсора в рассматриваемом технологическом процессе, определены оптимальные характеристики сенсора, а именно: толщина пленки чувствительного покрытия на уровне 0,52 мкм, рабочая температура около 45 - 50°C. В этом случае при достаточной чувствительности сенсор будет иметь хорошую динамику и высокую долговременную стабильность.

В четвертой главе разработаны методы обеспечения качества двух целевых продуктов в процессе ректификации с возможностью полного разделения компонентов питающей смеси.

Цель управления состоит в обеспечении заданного значения мольной доли ДЭА в дистилляте и в кубовой жидкости. Количественно эту цель можно выразить в виде условий:

$$X_d = X_d^{зад}; X_w = X_w^{зад},$$

где X_d – мольная доля ДЭА в дистилляте, кмоль/кмоль; $X_d^{зад}$ – регламентное значение мольной доли ДЭА в дистилляте, кмоль/кмоль; X_w – мольная доля ДЭА в кубовой жидкости, кмоль/кмоль; $X_w^{зад}$ – регламентное значение мольной доли ДЭА в кубовой жидкости, кмоль/кмоль.

Для получения целевых продуктов высокой чистоты при значительных и частых возмущающих воздействиях по расходу и составу питания предложено использование комбинированной системы управления [4]. В работе комбинированной системы управления

сочетаются два принципа управления – по отклонению регулируемых величин и по возмущающим воздействиям, вызывающим эти отклонения.

Требуемые для реализации принципа управления по возмущению математические модели получены с использованием балансовых уравнений, описывающих работу ректификационной колонны [5]:

$$D = (X_f - X_w) \cdot F / (X_d - X_w); \quad L = \alpha \cdot D; \quad G = (\alpha + 1) \cdot D,$$

где D – расход дистиллята, кмоль/ч; X_f – мольная доля низкотемпературного компонента в потоке питания, кмоль/кмоль; X_w – мольная доля низкотемпературного компонента в кубовой жидкости, кмоль/кмоль; F – расход питания, кмоль/ч; X_d – мольная доля низкотемпературного компонента в дистилляте, кмоль/кмоль; L – расход флегмы, кмоль/ч; G – производительность кипятильника колонны, кмоль/ч; α – флегмовое число.

Найденные значения D и G выдаются в системе управления как задания регуляторам расхода дистиллята и производительности кипятильника, обеспечивая требуемые значения X_d и X_w при фактических значениях возмущающих воздействий F и X_f .

Функциональная схема комбинированной системы управления процессом ректификационного разделения смеси ДЭА и ТЭА представлена на рисунке 9.

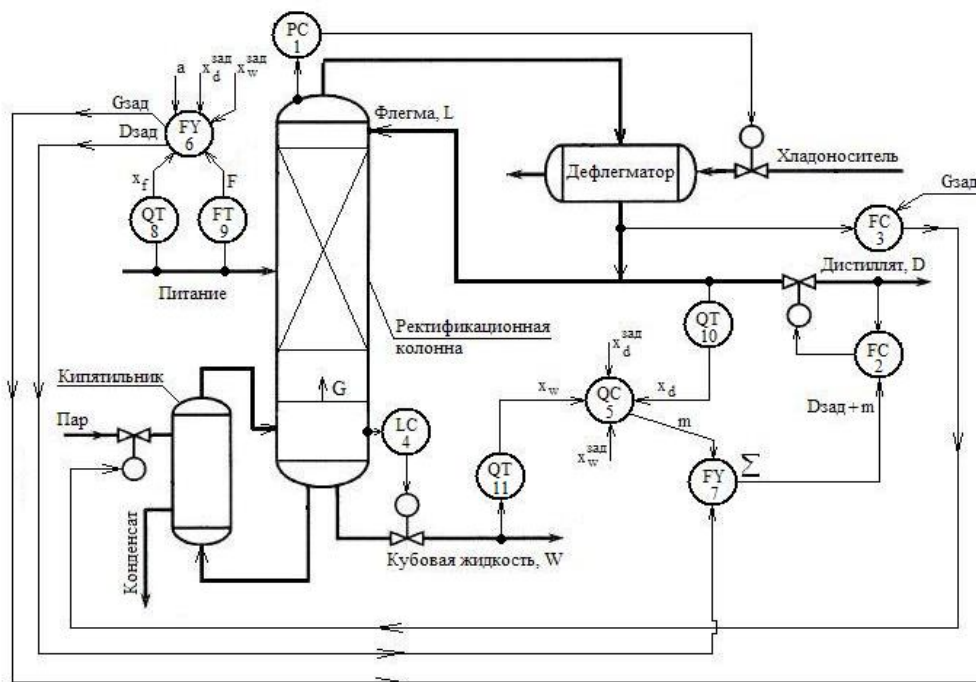


Рисунок 9 - Функциональная схема комбинированной системы управления качеством ДЭА и ТЭА в процессе ректификации:

1-регулятор давления в колонне; 2-регулятор расхода дистиллята; 3-регулятор производительности кипятильника колонны; 4-регулятор уровня кубовой жидкости; 5-нечеткий регулятор состава дистиллята и кубовой жидкости; 6-компенсатор возмущающих воздействий; 7-сумматор; 8,10,11-анализаторы состава; 9-расходомер

Регулятор поз.5 для регулирования двух параметров X_d и X_w использует только одно управляющее воздействие, поэтому для решения этой задачи был предложен нечеткий регулятор. Алгоритм работы нечеткого регулятора состоит в считывании информации с датчиков состава дистиллята поз.10 и состава кубовой жидкости поз.11, определении отклонений θ_1 и θ_2 от заданных уставок текущих значений показателей состава X_d и X_w , а также производных от этих отклонений путем численного дифференцирования. Для четырех входных переменных θ_i ($i=1, 2, 3, 4$) определяются их относительные значения $U_i = (\theta_i - \theta_i^{min}) / (\theta_i^{max} - \theta_i^{min})$ ($i=1, 2, 3, 4$), затем по относительным значениям переменных U_i определяются функции принадлежности (рисунок 10).

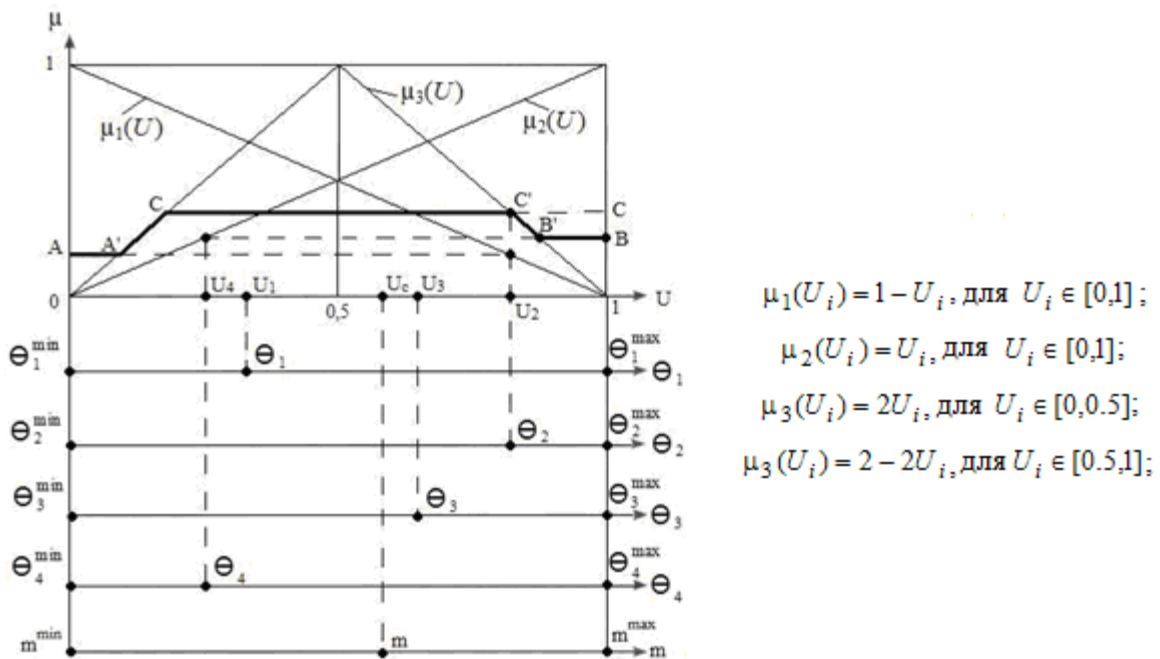


Рисунок 10 - Функции принадлежности для трех термов и результирующая фигура для определения величины управляющего воздействия

Значения функций принадлежности определяют параметры результирующей фигуры (которая в свою очередь определяет величину управляющего воздействия):

$$A = \min[\mu_1(U_1), \mu_1(U_2), \mu_1(U_3), \mu_1(U_4)]; \quad B = \min[\mu_2(U_1), \mu_2(U_2), \mu_2(U_3), \mu_2(U_4)];$$

$$C = \min[\mu_3(U_1), \mu_3(U_2), \mu_3(U_3), \mu_3(U_4)].$$

Результирующая фигура (образованная осью U и ломанной $AA'CC'B'B'$) и ее параметры для частного случая значений входных переменных нечеткого регулятора представлены на рисунке 10.

Относительное (по отношению к диапазону изменения $U_c = (m - m_{min}) / (m_{max} - m_{min})$) значение управляющего воздействия U_c определяется как координата центра тяжести результирующей фигуры. Величина U_c используется для определения управляющего воздействия m :

$$m = U_c \cdot (m_{\max} - m_{\min}) + m_{\min},$$

где m_{\max} и m_{\min} – параметры диапазона изменения величины управляющего воздействия.

Результаты моделирования работы комбинированной системы управления процессом ректификации смеси ДЭА и ТЭА на базе нечеткой логики при заданных значениях показателей состава дистиллята и кубовой жидкости $X_d^{\text{зад}} = 0,98$ кмоль/кмоль и $X_w^{\text{зад}} = 0,03$ кмоль/кмоль в случае ступенчатого изменения состава потока питания с $X_f = 0,6$ кмоль/кмоль до $X_f = 0,7$ кмоль/кмоль представлены на рисунке 11 в форме переходной характеристики.

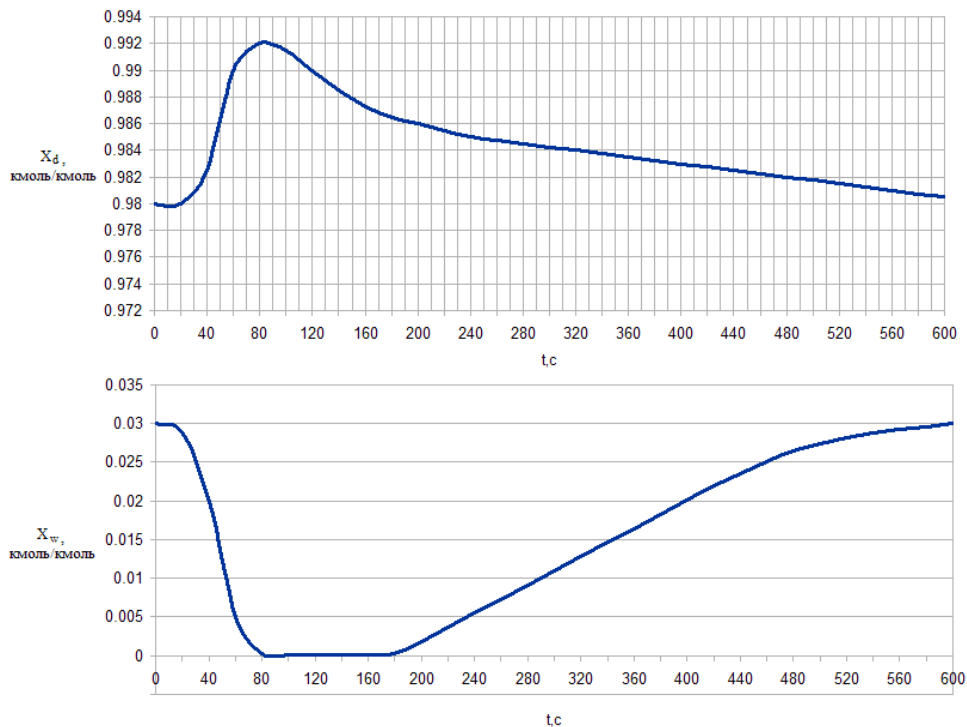


Рисунок 11 - Результаты моделирования работы комбинированной системы управления при ступенчатом возмущающем воздействии

Анализ переходного процесса позволяет сделать вывод о работоспособности системы управления: объект переведен из начального состояния в заданное конечное. Продолжительность переходного процесса, связанного со стабилизацией состава выходных потоков колонны ректификации X_d и X_w при существующих значениях динамических параметров ректификационной колонны как объекта управления: $K_o = 0,9$; $T_o = 320$ с и $\tau_o = 23$ с (коэффициент передачи, постоянная времени и запаздывание соответственно), составляет 560 с. Перерегулирование для величины X_d составило 0,012 кмоль/кмоль, а для величины X_w составило 0,03 кмоль/кмоль. Продолжительность переходного процесса, составляющая 560 с, имеет достаточно приемлемое значение, поскольку постоянная времени объекта управления $T_o=320$ с.

Разработанная система комбинированного управления показала свою работоспособность в производственных условиях. Результаты испытаний занесены в

таблицу 4. При изменении контролируемых внешних возмущающих воздействий (F, x_f) ректификационная колонна не утрачивает своей способности к полному разделению смеси ($x_w=0$ кмоль/кмоль, $x_d=1$ кмоль/кмоль).

Таблица 4 - Тестирование работы комбинированной системы управления процессом ректификации этаноламинов с полным разделением компонентов питающей смеси

| Опытные данные | | | | | | | Расчет по модели | | |
|----------------------|----------------------------------|-------------------|---------------------|-------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------|
| F , расход питания | X_f , содержание ДЭА в питании | G , расход пара | L , расход флегмы | D , расход дистиллята | W , расход кубовой жидкости | X_w , содержание ДЭА в кубе | X_d , содержание ДЭА в дистилляте | X_w , содержание ДЭА в кубе | X_d , содержание ДЭА в дистилляте |
| Кмоль/ч | Мол. доля | Кмоль/ч | Кмоль/ч | Кмоль/ч | Кмоль/ч | Мол. доля | Мол. доля | Мол. доля | Мол. доля |
| 16,846 | 0,628 | 18,176 | 10,573 | 10,573 | 7,758 | 0,01 | 0,99 | 0,00013 | 0,994 |
| 15,443 | 0,584 | 14,592 | 9,012 | 9,012 | 8,147 | 0,01 | 1,00 | 0,0001 | 1,00 |
| 15,432 | 0,672 | 17,237 | 10,375 | 10,375 | 6,813 | 0,01 | 0,99 | 0,00011 | 0,993 |
| 16,228 | 0,642 | 17,732 | 10,414 | 10,414 | 7,362 | 0,01 | 0,99 | 0,00012 | 0,994 |
| 14,398 | 0,655 | 15,040 | 9,429 | 9,429 | 6,878 | 0,015 | 0,99 | 0,01 | 0,996 |

В пятой главе представлены результаты разработки аппаратно-программного комплекса системы автоматизированного контроля ректификации смеси ди- и триэаноламина. Структура комплекса технических средств представлена на рисунке 12. В ходе проведенных исследований была разработана онлайн-система автоматизированного контроля разделения этаноламинов путем визуализации технологического процесса на базе SCADA системы WinCC (рисунок 13).

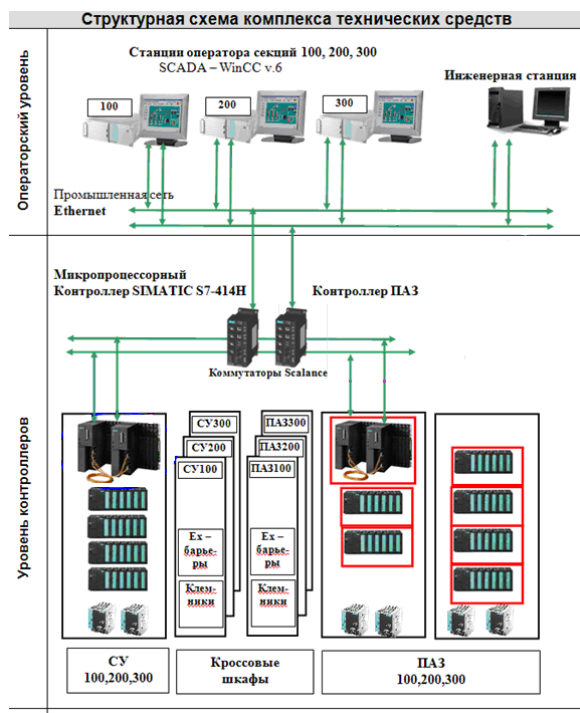


Рисунок 12 - Структура комплекса технических средств

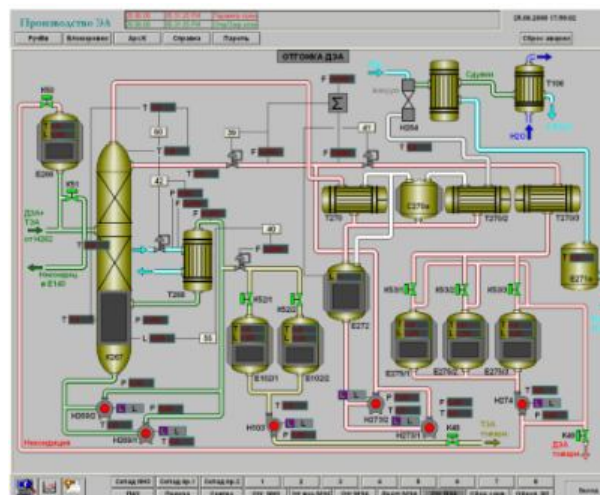


Рисунок 13 - Визуализация системы автоматизированного контроля

Коммуникации системы позволяют управлять сенсорами в полностью автоматизированном режиме, на большом удалении от места сбора и обработки данных. Работающая в автоматическом режиме система позволяет выполнять циклы измерений с высокой скоростью и исключить ошибки, связанные с человеческим фактором.

Разработанная система автоматизированного контроля разделения этаноламинов внедрена на ООО «Синтез Ока» (г. Дзержинск Нижегородской области).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании проведенных исследований получены следующие результаты:

1. На основе анализа методов управления ректификацией бинарных смесей и способов контроля концентрации диэтанолamina предложен метод автоматизированного контроля концентрации ДЭА в процессе ректификации в непрерывном режиме с обеспечением высокой чистоты получаемой продукции с исключением стадий ее доочистки.

2. Проведено математическое моделирование процесса ректификации смеси ди- и триэтанолamina с идентификацией параметров модели. Доказана адекватность модели и показана возможность ее применения в качестве виртуального анализатора качества и тренажера для обучения персонала.

3. Предложен способ определения концентрации диэтанолamina с применением оптического сенсора. Определены оптимальные характеристики оптического сенсора (чувствительное покрытие Д-924-Ст) для контроля концентрации диэтанолamina: толщина чувствительного покрытия 0,52 мкм и рабочая температура 45–50°C, обеспечивающие хорошую временную стабильность, чувствительность и обратимость сенсорных характеристик.

4. Получены градуировочные зависимости для определения массовой концентрации диэтанолamina и триэтанолamina, а также массовой доли диэтанолamina (0–100%) в составе бинарной смеси диэтанолamin-триэтанолamin.

5. Разработан алгоритм работы компенсатора внешних возмущающих воздействий, при использовании которого повышается точность и стабильность регулирования технологического процесса ректификации [5].

6. Разработан алгоритм расчета расхода дистиллята для регулирования состава дистиллята и кубовой жидкости с использованием управления на базе нечеткой логики и подтверждена его эффективность.

7. Разработан аппаратно программный комплекс, положенный в основу системы автоматизированного контроля концентрации ДЭА в технологическом процессе ректификации.

8. На базе микропроцессорного контроллера разработана и внедрена распределенная система управления ректификацией этаноламинов. Разработано программное обеспечение микропроцессорного контроллера и станции оператора.

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ

В рецензируемых журналах из списка ВАК

1. Песков, Н.П. Система оптимального управления ректификацией этаноламинов с использованием математической модели процесса / Н.П. Песков // Современные проблемы науки и образования. – 2011. - №6: [Электронный ресурс]. URL: <https://science-education.ru/ru/article/view?id=5076> (дата обращения: 03.02.2016).

2. Песков, Н.П. Идентификация параметров модели технологического процесса ректификации этаноламинов / Н.П. Песков, Э.М. Мончарж, А.А. Попов // Автоматизация в промышленности. – 2015. - №4. - С.32-40.

3. Зубков, И.Л. Оптический химический сенсор контроля концентрации диэтанолamina / И.Л. Зубков, Н.П. Песков / Контроль. Диагностика. – 2018. - №3. - С.48-51.

4. Песков, Н.П. Комбинированная система управления процессом ректификации смеси ди- и триэтанолamina / Н.П. Песков, Э.М. Мончарж, С.В. Токарев // Вестник Воронежского государственного университета. Серия: Системный анализ и информационные технологии. – 2016. - №4. - С.49-55.

Патент на изобретение

5. Песков, Н.П. Устройство автоматического управления процессом ректификации с полным разделением компонентов питающей смеси / Н.П. Песков, Э.М. Мончарж // Патент РФ на изобретение № 2621331. Заявка 2015155631 от 24.12.2015. Оpubл. 02.06.2017, бюл. №16.

Монография

6. Песков, Н.П. Оптимизация системы управления процессом ректификации этаноламинов / Н.П. Песков. – монография. - Lambert Academic Publishing. – 2012. - 145 с.

Подписано в печать 27.03.2018 г.

Формат 60 x 84 ¹/₁₆. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Уч.-изд. л. 1,0. Тираж 100 экз. Заказ 4830

Типография «Конкорд»

606010, г. Дзержинск, пр-т Дзержинского, 14 А.