

УДК 66.012-52:001:661

**ВОПРОСЫ МАСШТАБИРОВАНИЯ
В ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССАХ**

В.Ф. Раков, В.М. Погибко, И.Л. Сидак

Научно-технологический центр «Реактивэлектрон» НАН Украины

e-mail: donmashinery@meta.ua

На конференции «СППР-2009» в докладе авторов «СППР для исследования процессов фильтрации в химических технологиях» обсуждались возможности автоматизированных систем научных исследований (далее – АСНИ) в химии [1].

Моделирование химико-технологических процессов и результаты исследований используются при проектировании и реконструкции химических производств широкого ассортимента, к которым принадлежат технологии производства специальных химических реактивов и материалов, в частности, для конденсаторной и пьезокерамики [2].

Масштабированием в процессе химико-технологических разработок принято называть стадии укрупнения процесса, сопровождающиеся ростом производства целевого продукта. Эти стадии следующие: лабораторная установка, малая техническая, пилотная, производственная. Использование масштабирования процессов в АСНИ для вышеуказанных производств позволяет в отдельных случаях исключать промежуточные стадии и сразу переходить от лабораторной установки к производственной, экономя значительные средства и время. Наглядно такой переход показан на рис.1.

Лабораторная установка**Промышленная установка**

Рис.1 Масштабирование процесса химической кинетики растворения металлов и сплавов

Массовая кристаллизация из растворов является одним из наиболее распространенных процессов химической технологии. Схема автоматизированного аппаратурно-программного комплекса - модуля АСНИ осаждения-кристаллизации, предназначенного для проведения лабораторных исследований процессов массовой периодической изогидрической кристаллизации, автоматического сбора и обработки экспериментальных данных, расчета параметров математической модели и оптимизации технологических параметров процесса, представлена на рис.2.

На нижнем уровне осуществляется управление, регистрация и предварительная обработка экспериментальных данных (программа DAN). На верхнем уровне осуществляется масштабирование процесса и расчет гидродинамической обстановки в

експериментальном аппарате, физически моделирующим гидродинамику промышленного аппарата (программа GIDRA), идентификация параметров математической модели процесса (программа IDENT), решение прямой кинетической задачи и расчет гранулометрического состава кристаллов (программа CRIST), оптимизация технологических параметров (OPTIM) и аппроксимация управляющих, входных и расчетных данных (программа APROX).

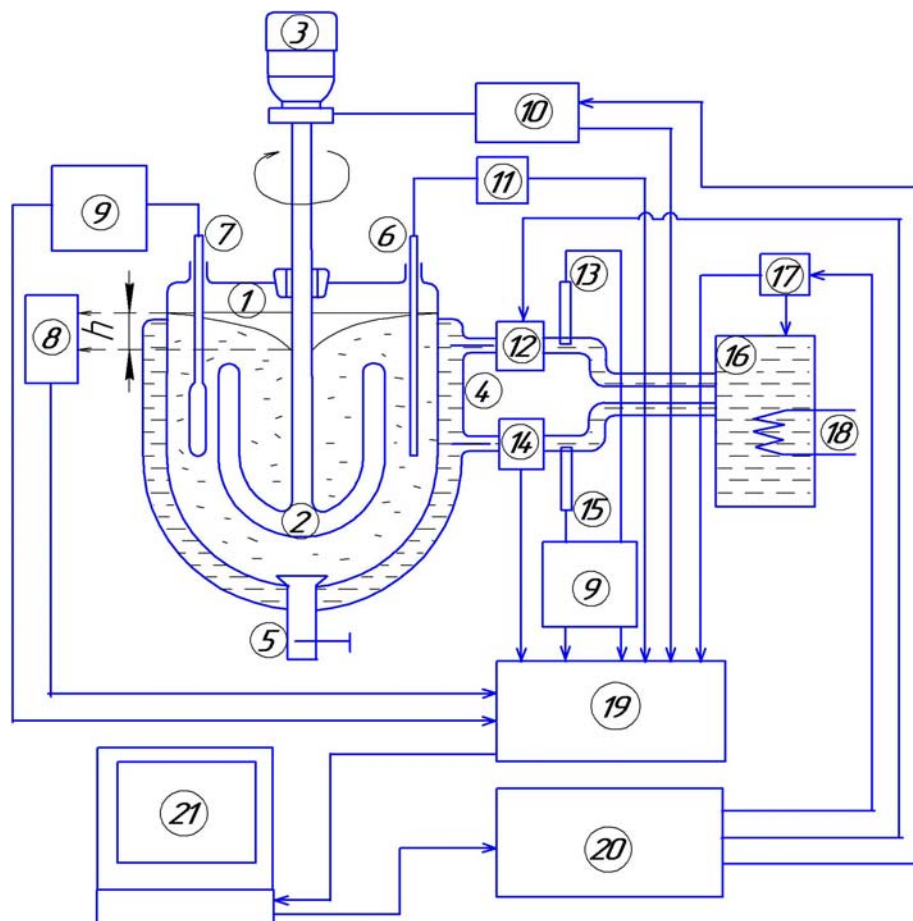


Рис.2 Схема автоматизированного модуля технологического комплекса кристаллизации

Состав модуля АСНИ осаждения-кристаллизации: 1 - стеклянный ёмкостной реактор; 2 - якорная мешалка; 3 – электродвигатель мешалки; 4 - рубашка охлаждения реактора; 5 - сливной клапан; 6 – ионселективные электроды; 7 - термопара для измерения температуры кристаллизующегося раствора; 8 - устройство для измерения глубины воронки на поверхности перемешиваемого раствора; 9 - блок преобразования сигналов термосопротивлений; 10 – регулятор скорости электродвигателя мешалки; 11 – универсальный ионометр; 12 – электромагнитный клапан регулировки расхода хладагента; 13 - термопара для измерения температуры хладагента на входе в рубашку реактора; 14 - расходомер; 15 - термопара для измерения температуры хладагента на выходе из рубашки реактора; 16 - термостат; 17- регулятор термостата; 18 - система охлаждения термостата; 19 - аналого-цифровой преобразователь; 20 - цифро-аналоговый преобразователь; 21 – персональный компьютер.

Одной из основных задач, которую необходимо решить при создании АСНИ-кристаллизации, является масштабирование процесса кристаллизации, обеспечивающее получение продукционных кристаллов с одинаковым гранулометрическим составом как в лабораторном, так и в промышленном кристаллизаторах. Для этого необходимо обес-

печить условие гидродинамического подобия для лабораторного и промышленного реакторов [3]. Гидродинамическая обстановка, реализуемая в лабораторном реакторе, поддерживается постоянной за счет регулирования глубины воронки h перемешиваемого раствора путем изменения оборотов мешалки. Глубина воронки на поверхности жидкости в экспериментальном аппарате однозначно связана с гидродинамическим режимом в моделируемом промышленном аппарате и по ее величине можно судить о воспроизведении в экспериментальной установке гидродинамики промышленного аппарата при условии геометрического подобия аппаратов.

Математическая модель содержит выражения материального и теплового баланса, скорости гомогенной и гетерогенной нуклеации, скорости роста кристаллов, уравнения скорости массовыделения и эволюции поверхности кристаллизующегося вещества [4].

Математическая модель кристаллизации определяется структурой информационных потоков, получаемых в АСНИ, и информацией, получаемой из справочно-информационных источников. В эксперименте измеряются текущие концентрации кристаллизующегося вещества в растворе $X(\tau)$, температура раствора $T(\tau)$, температура хладагента на входе $T_{хв}(\tau)$ и на выходе $T_{хв}(\tau)$, теплоемкость кристаллического вещества C_s и теплоемкость раствора C_p . Все эти величины описываются аппроксимационными уравнениями.

Для подготовки АСНИ-кристаллизации к проведению исследования процесса массовой периодической изогидрической кристаллизации в компьютер предварительно вносятся следующие исходные данные:

Параметры промышленного аппарата: - внутренний диаметр аппарата (м); - внешний диаметр мешалки аппарата (м); - скорость вращения мешалки (об/сек); - высота заполнения аппарата (м); - теплоемкость аппарата (Дж/кг К); - вес аппарата (кг); - поверхность теплообмена аппарата (м²); - коэффициент теплопередачи (Дж/м²*К сек); Технологические параметры процесса: - начальная концентрация раствора (% т); - конечная концентрация раствора (% т); - температура начала кристаллизации (К); - температура конца кристаллизации (К); - начальный вес раствора в промышленном аппарате (кг); - расход хладагента (кг/сек); - температура хладагента (К); - теплоемкость хладагента (Дж/кг К)	Параметры лабораторного аппарата: - внутренний радиус экспериментального аппарата Физико-химические параметры системы: - теплота кристаллизации (Дж/кг); - молекулярная масса соли (кг/моль); - молекулярная масса растворителя (кг/моль); - температура плавления соли (К); - плотность кристаллов соли (кг/м³); - объемный коэффициент формы кристаллов; - поверхностный коэффициент формы кристаллов.
---	---

После ввода исходных данных задается период опроса датчиков (не менее 1 с).

На основании исходных данных в программе GIDRA в качестве первого приближения принимается гипотеза о линейной скорости массовыделения и рассчитывается термограмма захлаживания раствора и время процесса кристаллизации. Полученная кривая захлаживания раствора-термограмма аппроксимируется степенным полиномом (APROX) и является управляющей функцией для проведения лабораторного эксперимента. Кроме того, в программе осуществляется расчет глубины воронки поверхности раствора в лабораторном аппарате.

Регулировка температуры хладагента осуществляется следующим образом. На измерительный канал поступает сигнал от датчика 13 температуры хладагента на входе

в рубашку 4 лабораторного реактора 1. Одновременно рассчитываются значения температуры по уравнению термограммы захлаживания и переводятся в двоичные коды. Осуществляется сравнение этих двух сигналов и в случае, когда температура на входе в рубашку аппарата ниже рассчитанной по термограмме, подается команда на регулятор термостата 17 и включается нагреватель термостата. Измерительные каналы 7 и 15 осуществляют регистрацию температуры кристаллизующегося раствора и температуру хладагента на выходе из рубашки лабораторного аппарата соответственно. Значения параметров регистрируемые в ходе эксперимента заносятся в файлы данных.

После окончания эксперимента полученные данные поступают в программу IDENT для идентификации параметров математической модели. На основании полученных значений параметров математической модели производится расчет процесса кристаллизации в программе CRIST. Сравнение расчетных и экспериментальных данных позволяет сделать заключение об адекватности модели процесса. Программа CRIST позволяет рассчитать значения технологических параметров, время процесса и гранулометрический состав продукционных кристаллов в достаточно широком интервале варьирования регулируемых технологических параметров, что необходимо для исследования устойчивости технологической системы.

Следующим этапом является оптимизация технологических параметров процесса кристаллизации. Она осуществляется с помощью программы OPTIM. После оптимизации технологических параметров процесса расчетные значения технологических параметров записываются в файл и передаются для повторного проведения лабораторного эксперимента. Результаты эксперимента сравниваются с результатами, рассчитанными по программе OPTIM, и в случае неадекватности осуществляется коррекция параметров математической модели в программе IDENT и затем производится оптимизация по скорректированным параметрам модели. Процесс повторяется, пока расхождение расчетных параметров и результатов эксперимента не превышают требуемую величину (от 1 до 5%).

Выводы. Разработанный метод включает в себя методику масштабирования процесса для емкостных кристаллизаторов. Математическая модель и соответствующее программное обеспечение позволяет сократить объем экспериментальных исследований для получения необходимой информации и обеспечить ее достоверность. Метод позволяет получать распределение во времени массы выпавших кристаллов, их гранулометрический состав, концентрацию растворенного вещества и термограмму захлаживания раствора и позволяет проводить идентификацию кинетических параметров модели с использованием данных активного эксперимента. Решены прямая и обратная кинетические задачи

Литература

1. Раков В.Ф., Погибко В.М., Сидак И.Л., Дергачев А.М. // СППР для исследования процессов фильтрации в химических технологиях. Системы поддержки принятия решений. Теория и практика. «СППР 2009». V дистанционная научно-практическая конференция, сб. науч. трудов, Киев, июнь 2009, с. 224-227
2. Дергачев А.М., Раков В.Ф. Создание малотоннажных производств специальных химических реактивов // Интеллектуальная собственность. Информационно-методический сборник, Донецк: 2009. – с. 262-265
3. Кублановский Ю.М. Получение кристаллов заданного гранулометрического состава кристаллизацией из растворов на примере технологии нитратов натрия и калия особой чистоты: дисс. канд. хим. наук. М.: ИТХТ им Ломоносова, 1985. – 199с.
4. Отчет о научно-исследовательской работе «Разработать и создать автоматизированную систему научных исследований при разработке технологий производства неорганических химических реактивов». Исп. Ожерельев И.Д., Погибко В.М. № гос. рег. 0187.0065635, 1989-1990г.г., Донецк, ВНИИ «Реактивэлектрон», 152 с.