



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 106892843 A

(43) 申请公布日 2017.06.27

(21) 申请号 201510947424.3

(22) 申请日 2015.12.17

(71) 申请人 英尼奥斯欧洲股份公司

地址 瑞士沃州

(72) 发明人 M.S. 守谢 T.R. 麦克唐奈

J.R. 库奇

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 周李军 徐厚才

(51) Int. Cl.

C07C 255/08(2006.01)

C07C 253/34(2006.01)

权利要求书3页 说明书8页 附图4页

(54) 发明名称

回收塔控制

(57) 摘要

一种萃取蒸馏方法,其包括向至少一个蒸馏塔提供包括丙烯腈和乙腈的混合物;将包括丙烯腈和乙腈的所述混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供塔顶流和侧流。所述方法包括使用添加到蒸馏塔的含水溶剂流以及蒸馏塔的温度来控制塔顶流杂质和侧流杂质。

1. 一种萃取蒸馏方法,其包含:  
提供包括丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个蒸馏塔;  
将包括丙烯腈和乙腈的所述混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和  
将所述丙烯腈-水共沸物与所述乙腈分离以提供塔顶流和侧流,  
其中在所述塔顶流中保持约0.05重量%或更少的乙腈,和在所述侧流中保持约0.5重量%或更少的丙烯腈。
2. 权利要求1的方法,其中在所述塔顶流中的乙腈重量%和在所述侧流中的丙烯腈重量%基于至蒸馏塔的含水溶剂流和蒸馏塔温度来控制。
3. 权利要求2的方法,其中所述蒸馏塔的温度在所述塔的中部区段处测量。
4. 权利要求1的方法,其中包括丙烯腈和乙腈的所述混合物在进入所述蒸馏塔之前具有约162 ℉ (72.2℃)-约175 ℉ (79.4℃)的温度。
5. 权利要求1的方法,其中所述含水溶剂在进入所述蒸馏塔之前具有约102 ℉ (38.8℃)-约128 ℉ (53.3℃)的温度。
6. 权利要求1的方法,其中所述塔顶流发送至滗析器,和所述滗析器的容量保持在滗析器日平均容量的约50%-约70%。
7. 权利要求1的方法,其中来自所述滗析器的有机流为包括丙烯腈和乙腈的所述混合物体积的约6-约11%。
8. 权利要求1的方法,其中所述蒸馏塔具有约16psid或更少的压降。
9. 权利要求1的方法,其中以MSCFH/加仑计的所述侧流流速与以加仑/分钟计的包括丙烯腈和乙腈的混合物的进料速率之比为约0.1-约0.3。
10. 权利要求1的方法,其中噁唑在所述塔顶流中保持约30ppm或更少的浓度。
11. 权利要求1的方法,其中HCN在所述侧流中保持约2重量%或更少的浓度。
12. 权利要求1的方法,其中所述含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:2-约1:1.6。
13. 权利要求1的方法,其中所述侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:1.25-约1:1.7。
14. 权利要求1的方法,其中所述方法提供每加仑提供至所述回收塔的丙烯腈和乙腈混合物约1600btu或更小的能量用量。
15. 一种萃取蒸馏方法,其包含:  
提供包括丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个蒸馏塔;  
将包括丙烯腈和乙腈的所述混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和  
将所述丙烯腈-水共沸物与所述乙腈分离以提供塔顶流和侧流,  
其中使用添加到所述蒸馏塔的含水溶剂流以及所述蒸馏塔的温度来控制塔顶流杂质和侧流杂质。
16. 权利要求15的方法,其中所述塔顶杂质选自乙腈、噁唑和它们的混合物,和所述侧流杂质选自丙烯腈、HCN和它们的混合物。
17. 权利要求16的方法,其中在所述塔顶流中保持约0.05重量%或更少的乙腈,和在所述侧流中保持约1重量%或更少的丙烯腈。
18. 权利要求15的方法,其中在所述塔顶流中的乙腈重量%和在所述侧流中的丙烯腈重

量%基于至蒸馏塔的含水溶剂流和蒸馏塔温度来控制。

19. 权利要求18的方法,其中所述蒸馏塔的温度在所述塔的中部区段处测量。

20. 权利要求15的方法,其中包括丙烯腈和乙腈的所述混合物在进入所述蒸馏塔之前具有约162 ℉ (72.2℃)-约175 ℉ (79.4℃)的温度。

21. 权利要求15的方法,其中所述含水溶剂在进入所述蒸馏塔之前具有约102 ℉ (38.8℃)-约128 ℉ (53.3℃)的温度。

22. 权利要求15的方法,其中所述塔顶流发送至滗析器,和滗析器的容量保持在滗析器日平均容量的约50%-约70%。

23. 权利要求15的方法,其中来自所述滗析器的有机流为包括丙烯腈和乙腈的所述混合物体积的约6-约11%。

24. 权利要求15的方法,其中所述蒸馏塔具有约16psid或更少的压降。

25. 权利要求15的方法,其中以MSCFH/加仑计的所述侧流流速与以美制加仑/分钟计的包括丙烯腈和乙腈的混合物的进料速率之比为约0.1-约0.3。

26. 权利要求15的方法,其中噁唑在所述塔顶流中保持约30ppm或更少的浓度。

27. 权利要求15的方法,其中HCN在所述侧流中保持约2重量%或更少的浓度。

28. 权利要求15的方法,其中所述含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:2-约1:1.6。

29. 权利要求15的方法,其中所述侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:1.25-约1:1.7。

30. 权利要求15的方法,其中所述方法提供每加仑提供至所述回收塔的丙烯腈和乙腈混合物约1600btu或更小的能量用量。

31. 一种萃取蒸馏塔控制方法,其包含:

提供包括丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个蒸馏塔中;

将包括丙烯腈和乙腈的所述混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;

将所述丙烯腈-水共沸物与所述乙腈分离以提供塔顶流和侧流;和

控制在所述塔顶流中乙腈的和在所述侧流中丙烯腈的量,使用高级过程控制器基于模型预测控制来确定对于操作变量的同步控制行动,以便优化至少一组参数同时控制至少一组受控变量,

其中操作变量组包括添加到所述蒸馏塔的含水溶剂的量和蒸馏塔温度,和受控变量组包括在所述塔顶中乙腈的和在所述侧流中丙烯腈的量,

其中所述至少一组受控变量的控制包括控制添加到所述蒸馏塔的含水溶剂的量和所述蒸馏塔的温度。

32. 权利要求31的方法,其中所述受控变量组进一步包括滗析器水平和/或蒸馏塔压降。

33. 权利要求32的方法,其中所述受控变量组进一步包括选自以下的参数:在所述塔顶中噁唑的水平,含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比,所述侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比,和它们的混合物。

34. 权利要求31的方法,其中添加到所述蒸馏塔的含水溶剂的量和蒸馏塔温度提供塔顶流中约0.05重量%或更少的乙腈以及侧流中约1重量%或更少的丙烯腈。

35. 权利要求31的方法,其中将所述塔顶流发送至滗析器,其量保持滗析器水平为所述滗析器日平均容量的约50%-约70%。

36. 权利要求31的方法,其中所述蒸馏塔具有约16psid或更少的压降。

37. 权利要求31的方法,其中包括丙烯腈和乙腈的所述混合物在进入所述蒸馏塔之前具有约162 ℉ (72.2℃)-约175 ℉ (79.4℃)的温度。

38. 权利要求31的方法,其中所述含水溶剂在进入所述蒸馏塔之前具有约102 ℉ (38.8℃)-约128 ℉ (53.3℃)的温度。

39. 权利要求31的方法,其中来自所述滗析器的有机流为包括丙烯腈和乙腈的所述混合物体积的约6-约11%。

40. 权利要求31的方法,其中以MSCFH/加仑计的所述侧流流速与以美制加仑/分钟计的包括丙烯腈和乙腈的混合物的进料速率之比为约0.1-约0.3。

41. 权利要求31的方法,其中所述塔顶流具有约30ppm或更少的噁唑。

42. 权利要求31的方法,其中所述侧流具有约2重量%或更少的HCN。

43. 权利要求31的方法,其中所述含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:2-约1:1.6。

44. 权利要求31的方法,其中所述侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的所述混合物的流速之比为约1:1.25-约1:1.7。

45. 权利要求31的方法,其中所述方法提供每加仑提供至所述回收塔的丙烯腈和乙腈混合物约1600btu或更小的能量用量。

## 回收塔控制

[0001] 提供了从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法。更具体地,所述方法包括将混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物并将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离。

[0002] 背景

用于丙烯腈的回收和净化系统为已知的,参见例如美国专利号4,234,510;3,936,360;3,885,928;3,433,822;和3,399,120。通常,丙烯、氨和空气在具有氨氧化催化剂的蒸气相中反应。蒸汽状的反应器流出物然后通至骤冷系统中,其中反应器流出物直接与含水骤冷液(通常为水)接触。该骤冷去除未反应的氨和重聚合物。骤冷气体然后行进至吸收塔。

[0003] 在吸收器中,气体直接与吸收液(也通常为水)接触。水、丙烯腈、乙腈、HCN和相关的杂质留在吸收器底部的含水溶液中。惰性气体从吸收器顶部去除。然后,含水溶液行进至回收塔。该塔通过萃取蒸馏从所述含水溶液中去除了乙腈。

[0004] 在丙烯腈制造过程中,回收塔在从包含丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈、水和其它不需要的杂质的富水中回收粗丙烯腈中起到关键作用,所述杂质在反应器中的氨氧化过程期间产生。萃取蒸馏的方法用于回收塔以分离丙烯腈和乙腈,其具有非常接近的沸点。溶剂水添加在塔的顶部以促进萃取蒸馏。乙腈和其它重杂质随着溶剂水在塔中强制下降,然而,HCN和丙烯腈-水共沸物从塔顶部回收作为粗丙烯腈。然后,粗丙烯腈在纯化区段进一步处理以回收纯的丙烯腈。塔的底部区段用于回收粗乙腈,通过汽提过程使用回收塔的再沸器中的蒸汽。

[0005] 塔从富水中回收粗丙烯腈的操作性能取决于多个过程参数,例如,添加的溶剂水的量,溶剂水的温度,用于再沸器的蒸汽的量,和富水的温度。所有这些变量对塔的塔顶组合物以及塔负荷具有强烈的影响。过程变量之间的关系的多变量性质造成了适当地控制关键变量并优化它们的问题。传统的控制方法(例如PID控制)引起变量中的显著变动并导致并非最优的塔性能。优化塔性能对节省蒸汽使用量和提高设备处理量是非常重要的。例如,使用过量的溶剂水确实减少杂质的量,例如在回收的粗丙烯腈中噁唑和乙腈的量,但是增加了塔的负荷,因此增加了蒸汽使用量。这减少了塔处理更多富水的能力,其减少了总体设备处理量。另一方面,较少的溶剂水增加了杂质的量以及在粗丙烯腈中乙腈的量。过量的这些杂质最后处于最终产品中,导致不符合丙烯腈产品规格需求。

[0006] 概述

萃取蒸馏方法包括提供包括丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个蒸馏塔中;将包括丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供塔顶流和侧流。所述方法包括在塔顶流中保持约0.05重量%或更少的乙腈和在侧流中保持约0.5重量%或更少的丙烯腈。

[0007] 萃取蒸馏方法包括向至少一个蒸馏塔提供包括丙烯腈和乙腈的混合物;将包括丙烯腈和乙腈的所述混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和将丙烯腈-水共沸混合物与乙腈分离以提供塔顶流和侧流。所述方法包括使用添加到蒸馏塔的含水溶剂流以及蒸馏塔的温度来控制塔顶流杂质和侧流杂质。

[0008] 萃取蒸馏塔控制方法包括提供包括丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个蒸馏塔中;

将包括丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物；将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供塔顶流和侧流；和控制塔顶流中乙腈的量和侧流中丙烯腈的量，使用高级过程控制器基于模型预测控制来确定对于操作变量的同步控制行动以便优化至少一组参数，同时控制至少一组受控变量。在这方面，操作变量组包括添加到蒸馏塔的含水溶剂的量和蒸馏塔温度，和受控变量组包括塔顶中乙腈的量和侧流中丙烯腈的量。至少一组受控变量的控制包括控制添加到所述蒸馏塔的含水溶剂的量和所述蒸馏塔的温度。

#### [0009] 附图简述

所述方法的以上及其他方面、若干方面的特征和优点从以下附图中将更加显而易见。

[0010] 图1提供了回收塔的总体视图。

[0011] 图2说明了回收塔的另一视图。

[0012] 图3说明了包括乙腈浓缩区域的回收塔；和

图4说明了回收塔温度分布。

[0013] 在附图的数个视图由始至终，相应的附图标记表明相应的组件。技术人员应理解，在附图中的元件为简单和清晰起见说明，和无需按比例描绘。例如，在附图的一些元件的尺寸相对于其它元件可放大以帮助改善不同方面的理解。此外，在商业可行方面是有用或必需的通用但易于理解的元件通常不描绘以有利于这些不同方面更不受阻碍的观察。

#### [0014] 详述

以下描述不应理解为限制意义，但是仅为了描述示例性的实施方案的通用原理而进行。本发明的范围应参考权利要求限定。

#### [0015] 回收塔

任何类型的回收塔可与本发明方法结合使用。若干类型的回收塔配置在本文中描述为实施例。

[0016] 从乙腈分离丙烯腈的常规方法显示在图1中。如图1所示，进料流1从丙烯腈吸收器（未显示）发送至第一塔10。进料流1通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水。基本无乙腈的水流2从第二塔20的底部或附近再循环至第一塔10的上部，以便促进通过萃取蒸馏乙腈与丙烯腈和HCN分离。包含来自进料1的丙烯腈、HCN和一部分水的流3从第一塔10的顶部去除。包含水和乙腈的液体流4作为进料从第一塔10的底部发送至第二塔20。蒸汽流5从第二塔20发送至第一塔10以提供在第一塔10中蒸馏所需的热量。蒸汽侧流4v向上移动至第二塔20且包括乙腈。包含乙腈、水和少量丙烯腈和HCN的粗乙腈流6从第二塔20的顶部去除。剩余的水流7基本无丙烯腈、HCN和乙腈且不作为水流2再循环回到第一塔10，其在第二塔20的底部或附近排出第二塔20。

[0017] 用于从粗乙腈分离丙烯腈的另一个常规方法显示在图2中。如图2所示，进料流101从丙烯腈吸收器（未显示）发送至塔110。进料流101通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水。基本无乙腈的底部流102从塔110的底部或附近再循环至塔110的顶部，以促进通过萃取蒸馏从丙烯腈和HCN中分离乙腈。底部流102中未再循环至塔110顶部的部分作为流107排出塔110。包含来自进料流101的丙烯腈、HCN和一部分水的塔顶流103从塔110顶部去除。蒸汽侧流5v向上移动至塔110且含水和乙腈的侧流104（对应于图1中的4v）从塔110去除。

[0018] 回收塔的另一实例显示在图3中。在这方面，设备300包括塔310。塔310包括顶部区段330、中部区段340和底部区段350。单一塔310的中部区段340可配置用以接收进料流

301。在一个方面,塔包括顶部区段和中部区段,且中部区段与顶部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,塔包括中部区段和底部区段,且底部区段与中部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,塔包括顶部区段和底部区段,且底部区段与顶部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,顶部区段、中部区段和底部区段各自为回收塔高度的约25-约40%(切线:切线(tangent to tangent))。

[0019] 如图3所示,包含丙烯腈、HCN和水的塔顶流303从塔310的顶部去除。塔顶流303发送至滗析器501。在这方面,所述方法包括将滗析器容量保持在滗析器日平均容量的约50-约70%。在另一方面,所述方法包括将滗析器容量保持在滗析器日平均容量的约50-约60%,在另一方面,约55-约70%,和在另一方面,约55-约60重量%。在另一方面,来自滗析器的有机流为提供至塔的丙烯腈和乙腈混合物体积的约6-约11%。在另一方面,来自滗析器的有机流为约6-约10%,在另一方面,约8-约10%,和在另一方面,约8.75-约10%。

[0020] 进一步如图3所示,回收塔可包括粗乙腈浓缩区域342。粗乙腈浓缩区域342包括内部垂直挡板344。粗乙腈浓缩区域可包括多个塔板。所述塔板位于塔的不同高度,和各个塔板包括延伸跨越粗乙腈浓缩区域342横截面的水平面。粗乙腈区域342包括上出口,其配置用以允许侧流306流出塔310的粗乙腈浓缩区域342。蒸汽可沿挡板344的任一侧作为流304或蒸气流5v向上流动。底部流302中未再循环至塔310顶部的部分作为流307排出。

[0021] 回收塔可包括顶部区段、中部区段和底部区段。在一个方面,顶部区段、中部区段和底部区段各自为回收塔高度的约25-约40%(切线:切线)。各回收塔部分可进一步分成多个部分。例如,回收塔的中部区段包括顶部部分、中部部分和底部部分。在这方面,顶部部分、中部部分和底部部分各自为所述回收塔中部区段高度的约25-约40%。在另一方面,所述回收塔的顶部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔顶部区段高度的约40-约60%。在另一方面,所述回收塔的底部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔底部区段高度的约40-约60%。

[0022] 在另一方面,回收塔可包括约80-约120个塔板,和在另一方面,约80-约100个塔板。在回收塔中的所述多个塔板包括塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段。在这方面,塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段各自为所述回收塔中塔板总数的约25-约40%。

[0023] 所述回收塔的塔板顶部区段包括塔板的顶部部分和塔板的底部部分,其各自为所述回收塔的塔板顶部区段塔板总数的约40-约60%。塔板的中部区段包括塔板的顶部部分、塔板的中部部分和塔板的底部部分。塔板的顶部部分、塔板的中部部分和塔板的底部部分各自为所述回收塔的塔板中部区段塔板总数的约25-约40%。所述回收塔的塔板的底部区段包括塔板的顶部部分和塔板的底部部分,其各自为所述回收塔的塔板底部区段塔板总数的约40-约60%。

[0024] 回收塔操作

提供至回收塔的进料流通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水(在图1中显示为进料

流1,在图2中显示为进料流101,和在图3中显示为进料流301)。在这方面,提供至回收塔的进料流包括约2-约10重量%的丙烯腈,在另一方面,约3-约7重量%,和在另一方面,约4-约6重量%的丙烯腈。混合物还包括乙腈,其量为约0.1-约0.3重量%的乙腈,和在另一方面,约0.15-约0.25重量%的乙腈。混合物还可包括其它成分,例如,较少量的丙烯醛和/或噁唑。提供至回收塔的进料流具有约162 ℉ (72.2℃)-约175 ℉ (79.4℃)的温度,在另一方面,约165 ℉ (73.8℃)-约167 ℉ (75℃),在另一方面,约165 ℉ (73.8℃)-约166 ℉ (74.4℃),和在另一方面,约166 ℉ (74.4℃)-约167 ℉ (75℃)。

[0025] 含水溶剂,其可为溶剂水,在塔的顶部部分进入回收塔(在图1中显示为为水流2,在图2中显示为水流102和在图3中显示为水流302)。引入至回收塔顶部的溶剂水跨越塔板沿塔向下流动,当其移动至回收塔的底部时冷凝和提取乙腈。当液体下降跨越回收塔中的塔板至塔底时,来自汽提器的热蒸汽和从新鲜蒸汽增加的热量沿塔向上移动通过塔板孔,使得与其上的液体密切接触。在液体和蒸汽运输之间发生传热并趋向于将全部有机物(除了乙腈)向上移动至塔顶。进入回收塔的含水溶剂的温度可为约102 ℉ (38.8℃)-约128 ℉ (53.3℃),在另一方面,约102 ℉ (38.8℃)-约108 ℉ (42.2℃),在另一方面,约116 ℉ (46.6℃)-约128 ℉ (53.3℃),和在另一方面,约105 ℉ (40.5℃)-约106 ℉ (41.1℃)。

[0026] 通过回收塔(在图1中显示为流3,在图2中显示为流103,和在图3中显示为流303)产生的塔顶流可包括来自进料流的丙烯腈、HCN和一部分水。在一个方面,在塔顶流中噁唑的浓度保持在约30ppm或更少,在另一方面,约25ppm或更少,在另一方面,约15ppm或更少,在另一方面,约30-约0.5ppm,在另一方面,约30-约0.5ppm,在另一方面,约25-约0.5ppm,在另一方面,约25-约5ppm,在另一方面,约15-约0.5ppm,和在另一方面,约15-约5ppm。

[0027] 回收塔可提供包括水和乙腈的蒸汽侧流,其基本无丙烯腈和HCN(在图2中显示为流104,和在图3中显示为流304)。在一个方面,以MSCFH计的(MSCFH-百万标准立方英尺/小时(28320m<sup>3</sup>/hr))侧流流量与以美制加仑/分钟(0.0038m<sup>3</sup>/hr)计的塔进料(包括丙烯腈和乙腈的混合物)之比约为0.1-约0.3,在另一方面,约0.1-约0.2125,在另一方面,约0.1-约0.2,在另一方面,约0.2-约0.225,和在另一方面,约0.2-约0.2125。在另一方面,在侧流中HCN保持在约2重量%或更少的浓度,在另一方面,约1重量%或更少,在另一方面,约0.5重量%或更少,在另一方面,约2-约0.1重量%,和在另一方面,约1-约0.1重量%。

[0028] 回收塔还可提供底部流(在图1中显示为底部流2,在图2中显示为底部流102,和在图3中显示为底部流302),其由回收塔的底部部分离开。底部流的至少一部分可再循环回到回收塔的顶部部分。加热回收塔的已知方法包括,例如,蒸汽、蒸汽加热再沸器和/或其它过程流换热。

[0029] 在一个方面,所述方法包括控制流速,以使得含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的混合物流速之比为约1:2-约1:1.6。所述方法可还包括控制流速,以提供约1:1.25-约1:1.7的侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的混合物流速之比。在另一方面,塔具有约16psid(磅/平方英寸差值(110.32kPa))或更少的压降,和在另一方面,约12psid(82.7kPa)或更少。在这方面,psid代表塔的顶部和底部之间的压差。

[0030] 温度控制

图4描述了回收塔操作的温度分布。在图4中描述的合适的温度控制和温度分布对于适合的塔操作来说是重要的。温度分布中的变化,如图4中虚线所示,可受到以下变化的组合



的影响,包括溶剂水和进料温度,溶剂水速率和蒸汽速率。塔压力也会改变分布。

[0031] 在曲线上点“A”以上的变化主要是由于组成和压力的变化。点“A”以上的温度变化不是关键的,但塔顶温度应保持尽可能低以使得去往塔顶的噁唑、乙腈、丙酮和水的量最小化。点“B”以下的温度变化主要是由于塔板的压力变化,因为在该区段中组成大部分为水。

[0032] 回收塔的温度控制包括已知的温度控制系统,其可包括再沸器和换热器。在一个方面,在回收塔底部产生必要的沸腾所需的热负荷可通过在任何常规再沸腾设备内的传热来提供。常规再沸器可包括壳-管式换热器的一些变体。再沸器构造的一些实例包括釜、热虹吸、压力环流、束式加热棒、水平、垂直和下降膜。在一个方面,所述方法包括通过在回收塔的底部或附近去除液体以及在热虹吸式再沸器中交换液体来控制温度。在这方面,来自热虹吸式再沸器的流出物返回至回收塔。新鲜蒸汽可注入以补充或替代回收塔所需的热负荷。在另一方面,所述方法包括通过两个并联的垂直热虹吸再沸器,使用源自涡轮排气的增压蒸汽使回收塔再沸腾。

[0033] 在一个方面,回收塔温度保持如下:

所述回收塔的中部区段的顶部部分保持在约65-约85°C的温度下,和在另一方面,约70-约80°C;

所述回收塔的中部区段的底部部分保持在约100-约120°C,和在另一方面,约105-约115°C;

所述回收塔的顶部区段的顶部部分保持在约55-约80°C,和在另一方面,约60-约75°C;

所述回收塔的顶部区段的顶部部分和底部部分具有约0-约20°C的温差,和在另一方面,约5-约15°C;

所述回收塔的底部区段的底部部分保持在约105-约125°C,和在另一方面,约110-约120°C;和

所述回收塔的底部区段的顶部部分和底部部分具有约0-约15°C的温差,和在另一方面,约7-约13°C。

[0034] 在另一方面,回收塔温度保持如下:

所述回收塔的中部区段的塔板的顶部部分保持在约65-约85°C的温度下,和在另一方面,约70-约80°C;

所述回收塔的中部区段的塔板的底部部分保持在约100-约120°C,和在另一方面,约105-约115°C;

所述回收塔的顶部区段的塔板的顶部部分保持在约55-约80°C,和在另一方面,约60-约75°C;

所述回收塔的顶部区段的塔板的顶部部分和塔板的底部部分具有约0-约20°C的温差,和在另一方面,约5-约15°C;

所述回收塔的底部区段的塔板的底部部分保持在约105-约125°C,和在另一方面,约110-约120°C;和

所述回收塔的底部区段的塔板的顶部部分和塔板的底部部分具有约0-约15°C的温差,和在另一方面,约7-约13°C。

[0035] 在另一方面,回收塔的中部区段的温度控制如下:

在一个方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约35%或

更大；

在另一方面，回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约50%或更大；

在另一方面，回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约75%或更大；

在另一方面，回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约75%；和在另一方面，回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约80%。

[0036] 回收塔的温度控制提供了具有以下组成的塔顶流、底部流和侧流：

塔顶流，其包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少的乙腈，在另一方面，约0.03重量%或更少的乙腈，和在另一方面，约0.01重量%或更少的乙腈；

塔顶流，其包括约70重量%-约90重量%的丙烯腈，和在另一方面，约75-约85重量%的丙烯腈；

底部流，其包括约0-约0.0075重量%的乙腈，在另一方面，约0.0025-约0.007重量%的乙腈，和在另一方面，约0.0025-约0.005重量%的乙腈；和

侧流，其包括约5-约70重量%的乙腈，在另一方面，约5-约50重量%的乙腈，和在另一方面，约6-约12重量%的乙腈。

[0037] 操作回收塔的方法，所述方法包含向回收塔中的控制塔板提供约100-约105°C的温度，然后将进料流引入至回收塔。在这方面，控制塔板位于回收塔的中部区段。所述方法还包括在回收塔顶部区段提供约100°C或更少的温度，然后将进料流引入至回收塔，在另一方面，回收塔的顶部区段为约70-约90°C，然后将进料流引入至回收塔。在这方面，进料流包括有机物。有机物可包括丙烯腈、甲基丙烯腈、乙腈和它们的混合物。

[0038] 在提供所说明的温度之后，所述方法包括将丙烯腈和乙腈的混合物提供至回收塔；将丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物；将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。所述方法提供了包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流，和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0039] 在另一方面，操作回收塔的方法包括在回收塔顶部区段提供约100°C或更少的温度，然后将进料流引入至回收塔。在这方面，回收塔的顶部区段为约70-约90°C，然后将进料流引入至回收塔。

[0040] 在提供所说明的温度之后，所述方法包括将丙烯腈和乙腈的混合物提供至回收塔；将丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物；将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。所述方法提供了包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流，和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0041] 高级过程控制

丙烯腈和乙腈混合物的萃取蒸馏过程的一个目标包括减少塔顶流中和侧流中的杂质。在第一控制方面，杂质水平的控制包括添加到回收塔的水的量和塔温。在另一个控制方面，控制包括汽析器中材料水平或量以及跨回收塔的压降。其它控制可包括塔顶流中噁唑杂质的水平、侧流中HCN的水平、溶剂水与富水流量之比，和侧流与富水流量之比。

[0042] 在一个方面，过程控制包括使用高级过程控制器，其基于模型预测控制来确定操作变量组的同步控制行动，以便优化至少一组参数同时控制至少一组受控变量。在这方面，

操作变量组可包括添加到蒸馏塔的含水溶剂的量,和蒸馏塔温度。受控变量组可包括塔顶中乙腈的量和侧流中丙烯腈的量。受控变量组可还包括滗析器水平和/或蒸馏塔压降。在另一方面,受控变量还包括以下参数,其包括塔顶物中的噁唑水平,含水溶剂流速与包括丙烯腈和乙腈的混合物流速之比,侧流流速与包括丙烯腈和乙腈的混合物流速之比,和它们的混合物。

[0043] 如本文所用,术语“操作变量”是指通过高级过程控制器调节的变量。术语“受控变量”是指通过高级过程控制器保持在预定值(设定点)或预定范围(设定范围)之内的变量。“优化变量”是指将所述变量最大化或最小化和将变量保持在预定值。

[0044] 模型预测控制的一方面为使用模型和受控变量的可得测量结果来预测未来过程行为。控制器输出经计算以便优化性能指数,其为预测误差和计算的将来控制行为的线性或二次函数。在各个取样瞬时,重复控制计算和基于当前测量结果更新预测。在这方面,适合的模型为包括一组经验阶跃-响应模型的模型,其表达操作变量对于受控变量上的阶跃-响应影响。

[0045] 待优化参数的最佳值可由单独的优化步骤获得,或待优化的变量可包括在性能函数中。

[0046] 在可应用模型预测控制之前,首先确定操作变量对于待优化变量和对于受控变量的阶跃变化的影响。这得到一组阶跃-响应系数。这组阶跃-响应系数形成所述方法的模型预测控制的基础。

[0047] 在正常操作期间,定期计算受控变量的预测值用于多个将来控制行为。对于这些将来控制行为,计算性能指数。性能指数包括两个项,第一个项表示对于各个控制行为的预测误差的将来控制行为之和,而第二个项表示对于各个控制行为的操作变量变化的将来控制行为之和。对于各个受控变量,预测误差为受控变量的预测值和受控变量的参考值之间的差。预测误差乘以加权因子,且对于控制行为的操作变量的变化乘以行为抑制因子。在此论述的性能指数是线性的。

[0048] 备选地,所述项可为平方项之和,在这样的情况下性能指数为二次的。此外,可对操作变量、操作变量的变化和对受控变量设置约束。这产生单独的方程组,解方程组同时使性能指数最小化。

[0049] 优化可按两种方式进行:一种方式为在性能指数最小化之外单独优化,和第二种方式为在性能指数之内优化。

[0050] 当单独进行优化时,包括待优化的变量作为预测误差内的受控变量用于各个控制行为,且优化产生用于受控变量的参考值。

[0051] 备选地,在性能指数计算内进行优化,和这产生性能指数中的第三个项,具有适当的加权因子。在这种情况下,受控变量的参考值为预定的稳态值,其保持恒定。

[0052] 考虑约束,将性能指数最小化以产生用于将来控制行为的操作变量值。然而,仅执行下一个控制行为。然后,再次开始用于将来控制行为的性能指数的计算。

[0053] 具有阶跃响应系数的模型和在模型预测控制中所需的方程为计算机程序的一部分,执行所述程序以便控制液化过程。装载有这种可处理模型预测控制的程序的计算机程序被称为高级过程控制器。可利用的市售可得的计算机程序包括,例如Aspen Technology的DMCplus<sup>®</sup>和Emerson的PredictPro<sup>®</sup>。

[0054] 在一个方面,所述方法提供了增加的塔容量。塔容量定义为所述塔可处理的富水(提供至塔的包括丙烯腈和乙腈的混合物)的量。在这方面,所述方法提供了约0.00002-约0.00003的塔容量(吨/小时)与截面积(在进料口高度,mm<sup>2</sup>)之比。

[0055] 在另一方面,所述方法提供了减少的能量用量。在这方面,所述方法提供了每加仑提供至塔的包括丙烯腈和乙腈的混合物1600btu或更少的能量用量,在另一方面,约1500btu或更少,和在另一方面,每加仑提供至塔的包括丙烯腈和乙腈的混合物约1400btu或更少。

[0056] 虽然本文公开的本发明已经通过具体的实施方案、实施例和它们的应用来描述,但是本领域技术人员在不偏离权利要求所阐述的本发明范围的情况下可对其进行许多改进和变化。

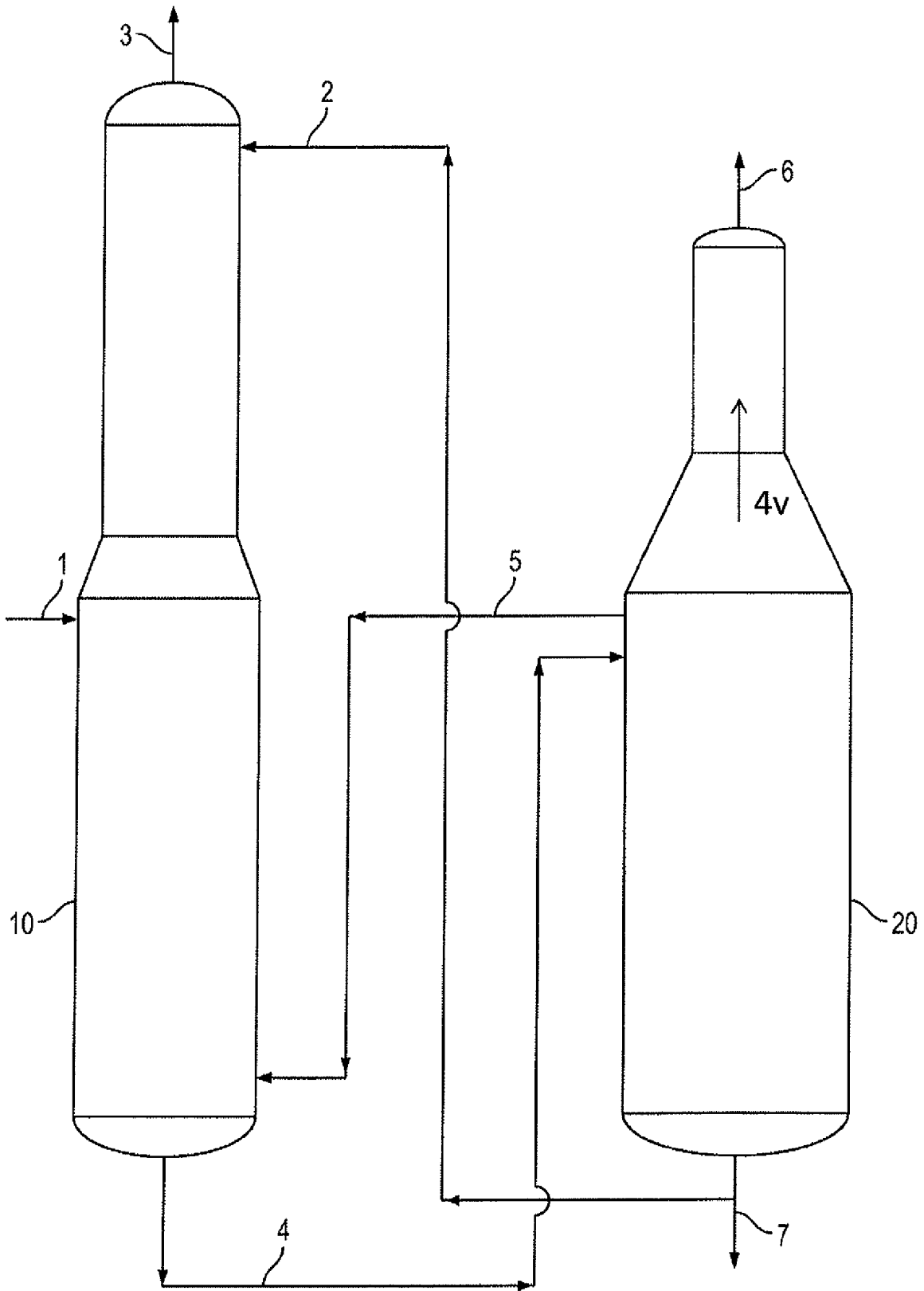


图 1

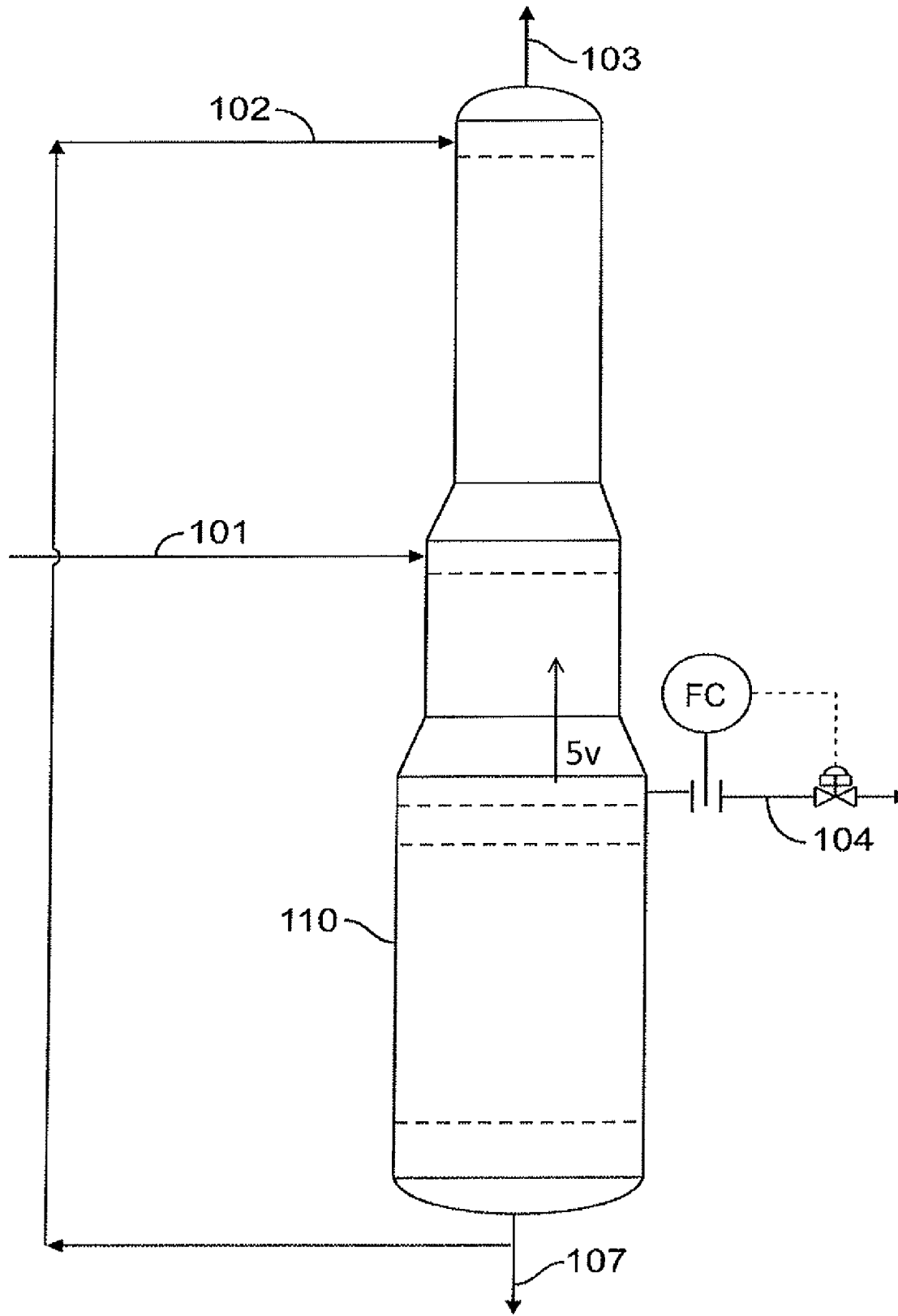


图 2

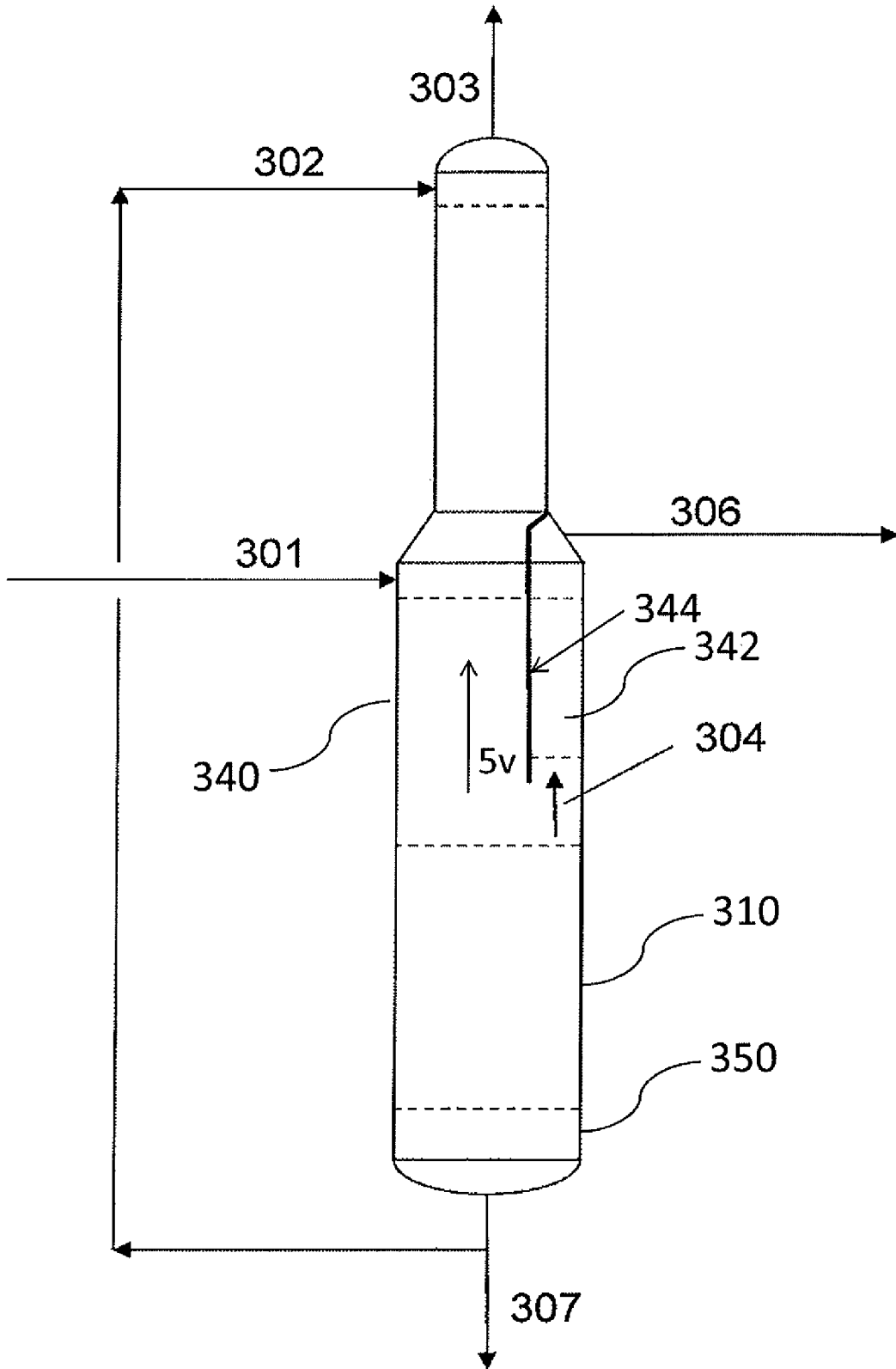


图 3

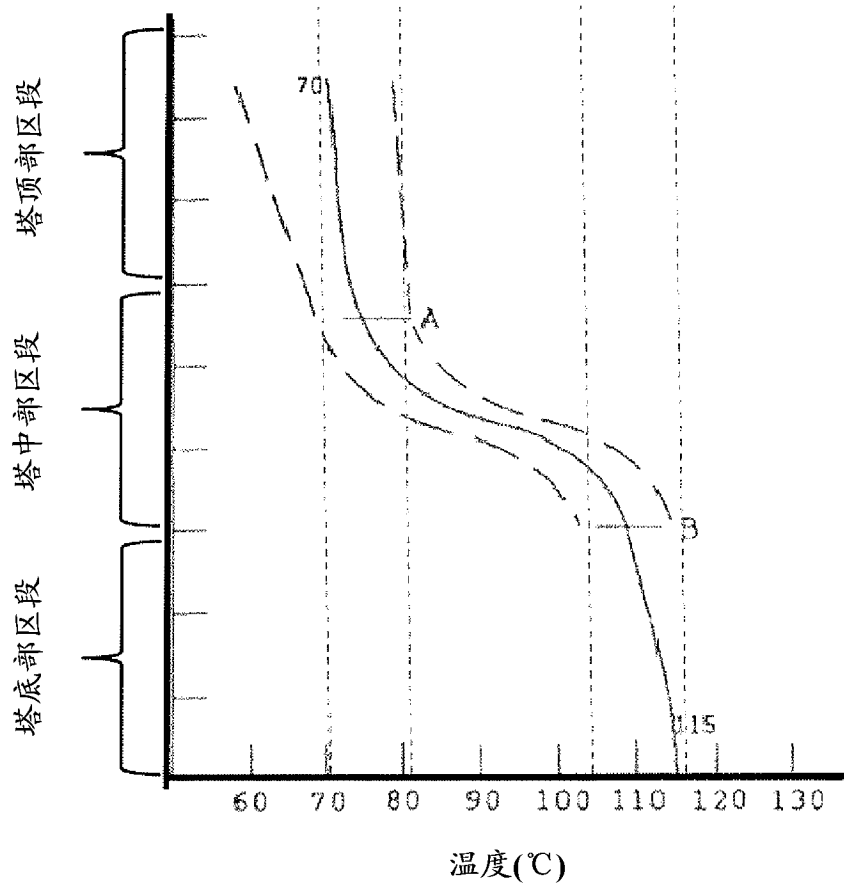


图 4