

文章编号 :1671 - 683X(2002)04 - 0046 - 04

多功能色谱分离中试装置及控制系统设计

徐 玲¹, 茆志强¹, 彭奇均²

(1. 江南大学通信与控制工程学院, 江苏 无锡 214036; 2. 江南大学化学与材料工程学院, 江苏 无锡 214036)

摘 要: 借鉴模拟移动床(SMB)的思想, 设计一套可移动的多功能色谱分离中试装置, 用于提纯柠檬酸等多种工艺. 采用基于 PROFIBUS 总线和软 PLC 的控制系统, 系统软件总体分工遵循两层模式, 组态管理由组态软件 WinCE 实现, 控制功能采用软 PLC 解决方案 WinAC. 采用此方案, 明显简化了硬件结构, 适应了中试装置的要求, 并在应用中取得了较好的效果.

关键词: 色谱分离; 柠檬酸; 模拟移动床; 现场总线; 软件 PLC

中图分类号: TP 273; TQ 021 **文献标识码:** A

色谱是根据混合物中不同组分在两相间平衡分配的差异提取物质的一种分离技术, 它不仅可作为分析工具使用, 而且可用于大规模的工业分离. 近 30 年来, 色谱技术发展很快, 产生了环形色谱、错流梯度色谱、移动床(TMB, True Moving Bed)模拟移动床(SMB, Simulated Moving bed)等各种适合不同生产工艺需求的大型、连续制备色谱技术. 在 SMB 中, 固、液两相的交错流动的模拟是通过顺序开关进出料阀门来实现的. 如图 1 所示, 通过液体出入口位置的不断切换实现固体的模拟移动, 从而在吸附剂的实际固定床上获得了类似交错流动效应, 而无需真正传送固体物料. SMB 的对流操作原理, 使其具有设备结构小, 投资成本低, 产率高, 分离能力强, 能耗低, 污染少, 便于连续化、大规模生产和自动控制等优点, 是现代分离技术中备受青睐的新技术, 其应用面也越来越广.

模拟移动床原理早在 30 多年前就为环球石油产品公司(UOP)工业化应用于建造每套十万吨规模的从 C₈ 链烃混合物中分离对二甲苯的装置, 并以很大规模成功地应用于一些工业部门(从支链和环状烃、烯中分离直链烃; 从玉米糖浆中分离果糖、有机酸、药品及同分异构化合物的提纯).

但 SMB 的主要缺点是所得到的产品液的浓度低于进料液的浓度, 而在生化工业中, 几乎所有发酵液中的产品浓度都很低(0.1% ~ 10%), 这给 SMB 技术在生化领域中的应用带来了困难. Ching

和 Ruthven 曾经开发了如图 2 所示的可获取高浓度产品的非等温操作 SMB 系统. 在这个系统中, 为了保证移动中的区 I 处于较高的温度而其他区处于低温, 必须不断交替地对床柱进行加温、冷却, 代价是系统复杂, 成本增高.

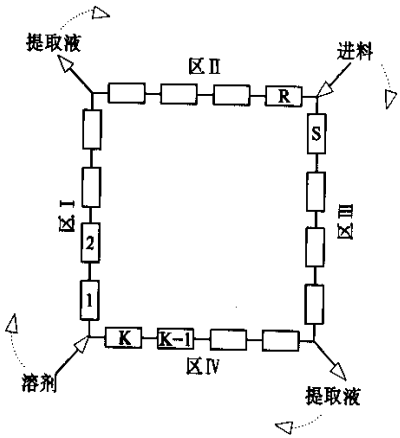


图 1 模拟移动床

Fig. 1 Simulated moving bed

本文作者为解决这一技术难题研究了一种使用热再生树脂从发酵液中提纯柠檬酸的新工艺^[1]. 此工艺流程采用了如图 3 所示的 SMB 新技术, 所得产品液的浓度较通常 SMB 技术高 3 ~ 4 倍. 与通常的 SMB 色谱分离工艺不同, 在环型联接色谱柱系统中区 I(低温吸附区)和区 II(高温脱附区)通过控制阀门隔离, 吸脱液不是在整个系

收稿日期 2002 - 06 - 15; 修订日期 2002 - 08 - 10

基金项目 教育部高校骨干教师资助基金资助项目(教科司[2000 - 65])

作者简介 徐玲(1951 -), 女, 江苏省常熟市人, 江南大学副教授, 主要从事生化过程建模与优化方面的研究.

统中而仅仅在区Ⅱ中流动,这样可大大降低热消耗^[2]。以此技术建成的中试装置由18根 0.30 m^3 柱组成,具有 400 t/a 的生产能力,该工艺可大幅度缩短生产过程,产品收率提高10%以上,生产成本降低10%以上,同时可消除生产中大部分三废污染^[3]。

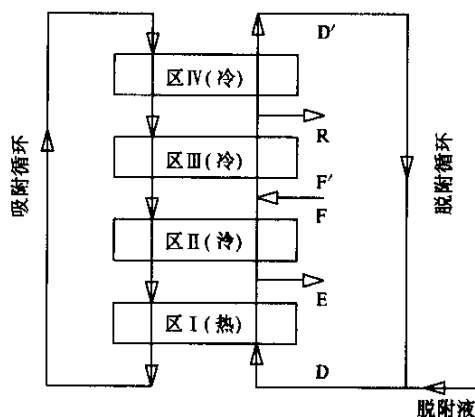


图2 非等温操作 SMB 模型

Fig.2 Non-isotherm operation SMB model

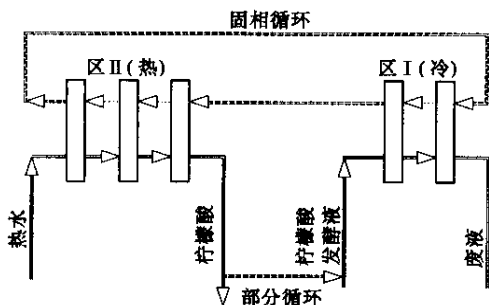


图3 柠檬酸逆流变温色谱分离

Fig.3 Adverse current and poikilotherm chromatographic separation

以上介绍的利用 SMB 色谱技术实现柠檬酸清洁化生产的工业规模级试验,可以代替活性炭脱色的工业化生产。利用这一技术,也可进行其他产品的分离、脱色工艺,此成果引起国内外知名柠檬酸生产企业和麦糖、果糖等生产厂家的关注,已有多家厂商表示希望合作进行采用 SMB 技术的工艺改造。

然而不同的产品除了所需吸附树脂不同外,其操作工序和操作条件也不同。每一种产品的工艺改造都需经过一系列的试验,若对每一个厂家的具体要求都要先建造一套中试装置,然后进行试验,再培训技术人员,投入生产,不论是经济上还是时间上都是不允许的。为解决这一难题,我们设计了一套可移动的多功能色谱分离中试装置,配以能实现多种工艺的自动控制,以便于迅速到

生产现场进行工艺研究和试验,满足 SMB 技术应用研究推广的目的。

1 中试装置设计

多功能中试装置的设备主体由8根 $0.3\text{ m} \times 1500\text{ m}$ 的色谱柱、3个色碱罐、1个硫酸罐和1个色水罐组成。每根柱上有20个电磁阀分别与各馏分、空气、蒸汽、回水、冷凝水、自来水等总管相连,各总管与外界、各储罐与总管之间也有相应的电磁阀,整个装置共有228个电磁阀,根据工艺要求,由PLC控制这些电磁阀的动作,从而满足“模拟移动”的要求。设计中采用管道共用和阀门冗余技术,以达到尽可能减小设备体积以及满足不同工艺的吸、脱附流向要求。8根色谱柱的温度、进料和出料流量等模拟量信号进入控制系统进行测控,故设备上也有相应的检测元件。整套设备的安装体积为 $5\text{ m} \times 2.8\text{ m} \times 3\text{ m}$,可用一辆5 t卡车运载。其中所有的电磁阀都有规律地装在四周,并且注有标记,便于观察和维修。

2 中试装置控制系统硬件设计

控制系统硬件结构设计也遵循体积小、便于拆卸和安装的原则。如果按常规设计方法,将所有的控制线送至集中控制柜,现场将需要大量控制线,不利于维护,也不适合本装置的“多功能、灵活性”的要求。而现场总线至今已发展得较成熟,具有诸多优点,现场总线的设备标准化、模块化,设计简单,易于重构,提高了系统的准确性与可靠性,可节省安装和维护费用。这些特点对于本系统尤为有用。PROFIBUS作为德国国家标准和欧洲国家标准的现场总线标准,是一种开放式通讯系统工业标准。PROFIBUS是目前国际上唯一一种具备较成熟的安全方案的现场总线技术,具有非常灵活的模块配置性能,数据传输速度最高可达 $12\text{ Mbps}/100\text{ m}$,故本系统采用 PROFIBUS 系列中广泛应用于现场设备的 PROFIBUS-DP 总线。

由 SMB 原理可知,对于某种特定工艺的分离过程而言,每根柱各个阀门的动作顺序及工艺参数的控制要求都是相同的,因此控制系统的硬件设计采用了以设备为单位的思想^[4]。其结构如图4所示,由上位工控机和基于 PROFIBUS 的现场智能节点和 I/O 模块构成典型的现场总线控制系统。

PROFIBUS-DP 现场总线的主控模块选用了 SIEMENS 的基于 Windows NT 的纯软件 PLC 解决方案 WinAC,这样系统上层为工业 PC 机,既作为

PLC 的软 CPU, 承担远程控制功能, 又作为监控、多用。
管理计算机, 同时还可进行新工艺组态, 实现一机

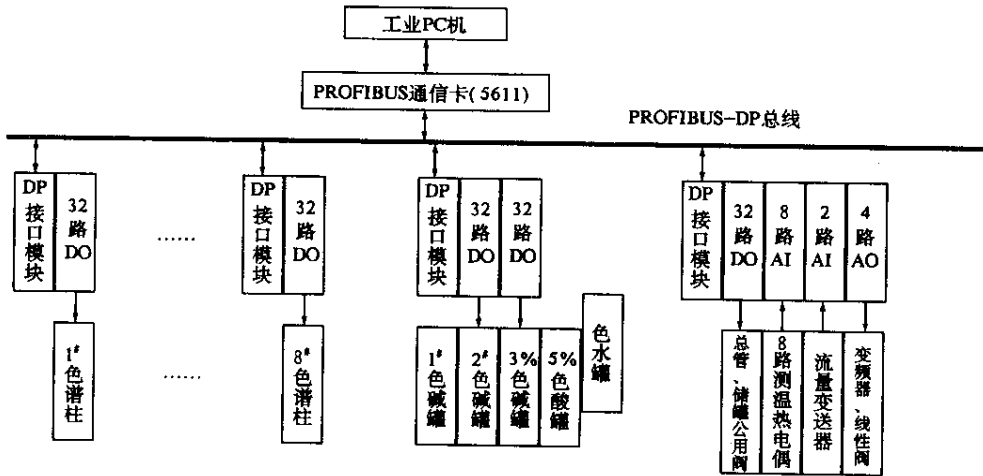


图4 控制系统硬件结构图

Fig.4 Structure of control system hardware

下层由以 SIEMENS 的 S7 - 300 系列 PLC 功能模块为主的 10 个控制单元组成, 其中 1# ~ 8# 控制单元硬件组成和控制功能相同, 分别控制 1# ~ 8# 色谱柱, 另外两个控制单元分别控制三只色碱罐、硫酸罐色水罐以及模拟量。每个控制单元的输入输出模块通道都略有盈余, 便于功能扩展和维护, 又都具有手动装置, 便于脱离上位机独立操作, 这在调试、摸索新工艺路线时都是必要的。

上位机和各控制单元之间通过 PROFIBUS-DP 总线实现数据传送。整个现场的系统硬件和计算机、各设备之间采用 PROFIBUS-DP 总线专用接头连接, 减少现场连线, 便于维护, 方便拆卸和安装, 满足了经常移动的要求。

系统采用上述设计方案的特点是: 8 个色谱柱的控制单元硬、软件结构相同, 可适应试验过程中色谱系统规模的变化; 大大简化软件的设计和调试, 危险分散, 维护方便, 提高可靠性, 符合分散控制和模块化设计思想; 在工艺成熟后的工业扩大化过程中, 可直接套用本控制系统的软硬件方案, 缩短工业扩大化周期, 提高企业的竞争力。

3 控制系统软件设计

系统软件总体分工也遵循两层模式, 组态管理由西门子组态软件 WinCC 实现, 控制功能采用软 PLC 解决方案 WinAC, 均集中在工业 PC 中进行, 完全由计算机来实现数据采集控制和管理, 该方案具有如下特点:

(1) WinAC 将控制、数据采集、通讯、人机界

面及其它技术完整地集成在一台 PC 机上, 能满足中试装置硬件精炼、功能完善的要求。

(2) WinAC 与 SIMATIC S7 系列处理器完全兼容, 其编程采用统一的 SIMATIC 编程工具, 编制的程序既可使用于 WinAC, 也可用于 S7 系列处理器。因此本系统若推广应用于工业生产, 需采用硬件 PLC 时, 只需在 STEP7 中将硬件组态做少量改动, 然后把程序下载到硬件 PLC 中即可, 不需改动程序。

(3) WinAC 提供了 ActiveX 控件, 使得 Windows 下的标准程序(如 Excel 或 Access)可非常简便地获取过程数据。此外, WinAC 还提供了用于诊断、显示及运算的 ActiveX 控件。

(4) 系统上位监控软件选用 WinCC, 而 WinAC 可作为 OPC 服务器, 为基于 Windows NT 的监控软件提供实时数据。同时, WinCC 和 ProTool/Pro 可以采用内部优化接口连接 WinAC。这些功能极大地扩大了使用的灵活性, 为系统的功能扩展带来了很大的空间。

WinAC 中的 Windows Logic Controller(WinLC) 即为软件 PLC 控制程序, 在 WinLC 中参数设定好后, 就可像使用常规 PLC 的 CPU 模块一样使用。WinAC 的控制程序采用 SIEMENS S7 M7 C7 系列可编程控制器的标准编程工具 STEP7 编制, 然后下载到 WinAC 中。

PLC 程序设计中, 结合 STEP7 的特点, 利用其中的功能块(FB) 功能(FC), 采用模块化程序设计, 对常用的程序段用 FB 或 FC 实现, 可使程序

清晰易懂,便于调试。由于 STEP7 不是面向对象的程序设计语言,在具体编程时借鉴面向对象的程序设计思想^[5]。比如在柱的控制上,将柱的控制集中到一个功能块(FB)中,不同的柱配以不同的数据块(DB)。这样就实现了面向对象的程序设计中的数据和代码的分开,简化了设计程序的工作量。

上位机监控管理软件采用 SIEMENS 的组态软件 WinCC 设计,WinCC 包括图形设计器、报警纪录、标记记录、报告设计器、全局脚本、控制中心、用户管理等功能模块。根据功能要求,需利用 WinCC 设计工艺流程显示、工艺参数设定、模拟量显示与设定、控制回路操作、报警、报表等画面,通过这些画面,可以对整个系统进行操作和监控,以达到工艺要求。

以上介绍的设计,在系统运行后具有如下功能:①能实现色谱柱的接入和脱离,以满足不同试验阶段的要求,或根据工艺需要组成不同的色谱分离体系;②提供分离过程运行的模拟画面以及远程控制操作功能;③能方便地设定、修改操作参数,便于试验确定最佳操作点;④在生产过程中能随时执行装置整体的启动、停止、暂停等操作以及控制单个阀门的开、闭状态,便于工艺修改和处理紧急事件;⑤可对物料出入口的流量进行控制;⑥可对吸附柱的温度进行检测;⑦具有对试验数据和生产数据的维护、统计和优化分析功能,能以报表、曲线等多种形式输出统计分析结果,供研究参

考。

4 结束语

本装置能适应多种工艺,控制系统采用 PROFIBUS 和软 PLC 等技术简化了硬件结构,便于调试、维护、运输、安装,适应性强,已在江苏、山东等地的柠檬酸生产和糖液脱色的新工艺改造过程中取得了显著的效益。采用该中试装置到现场进行中试实验,从新工艺路线研究到实现工业化生产只需三个月左右时间。经过改造的新工艺可降低生产成本,减少环境污染,改善劳动环境和强度,提高产品的质量和产量,深受企业欢迎。

参考文献:

- [1] 彭奇均,徐 玲.柠檬酸生产新工艺的研究[J].现代化工,1997(3):22-23.
- [2] 彭奇均,徐 玲,孙培冬,等.柠檬酸色谱分离的动力学模拟[J].高等学校化学学报,2001(3):385-388.
- [3] 徐 玲,彭奇均,蔡宇杰,等.SMB 色谱分离过程的建模与优化[J].华东理工大学学报,2002(3):300-304.
- [4] KLOPPENBURG E, ILLES E D. Automatic control of the simulated moving bed process for C8 aromatics separation using asymptotically exact input/output-linearization[J]. Journal of Process Control, 1999(9):41-50.
- [5] 崔 巍,张文修.一种基于 PLC 的模糊控制方法[J].机电一体化,2001(3):22-24.

Design of Multifunction Equipment for Middle-experiment Chromatographic Separation and Its Control System

XU Ling¹, MAO Zhi-qiang¹, PENG Qi-jun²

(1. Institute of Communication & Control Engineering, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China; 2. Institute of Chemical & Material Engineering, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

Abstract: Based on the idea of SMB, this paper presents a set of middle-experiment equipment for chromatographic separation used to separate citric acid and so on. The design of control system based on PROFIBUS and soft-PLC. The configuration of the control system, the assignment and implementation of the tasks, the design concept of program satisfy the requirements of application. The scheme not only clearly reduces the hardware configuration and meets the requirements of the equipment, but also helps make different technics research and acquires good effects.

Key words: chromatographic separation; citric acid; simulated moving bed; fieldbus; software PLC