Vođenje procesa destilacije

Tomić, Ana-Marija

Undergraduate thesis / Završni rad

2015

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:705084

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**



Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb







SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Ana-Marija Tomić

VOĐENJE PROCESA DESTILACIJE

DISTILLATION PROCESS CONTROL

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:

izv.prof.dr.sc. Nenad Bolf

Članovi ispitnog povjerenstva:

izv.prof.dr.sc. Nenad Bolf

doc.dr.sc. Igor Dejanović

prof. dr.sc. Aleksandra Sander

Zagreb, srpanj 2015.

Zahvaljujem se mentoru izv. prof. dr. sc. Nenadu Boflu i asistentu dr. sc. Ivanu Mohleru na pomoći, stručnom vodstvu, edukaciji i savjetima prilikom izrade ovog završnog rada. Također se zahvaljujem stručnom osoblju Rafinerije nafte Sisak na ustupljenim podacima i dijagramima procesa, bez kojih ovaj rad ne bi bilo moguće ostvariti.

Sažetak

Osnovni cilj rada je pregledno prikazati metode vođenja procesa destilacije. U prvom dijelu dane su teorijske osnove toplinskog separacijskog procesa destilacije, kao i metode vođenja šaržnog i kontinuiranog procesa destilacije. U drugom dijelu rada detaljno je opisano i analizirano vođenje procesa atmosferske destilacije u Rafineriji nafte Sisak.

Prikazom metoda vođenja nastojala se naglasiti važnost dobro projektiranja i optimiranja regulacije kako bi se ostvari optimalni rad sustava za vođenje procesa destilacije.

Ključne riječi:

šaržna destilacija, kontinuirana destilacija, vođenje procesa, atmosferska destilacija

Abstract

The aim of this work is to give an overview of distillation process control methods. In the first section distillation theoretical basis are given. Furthermore, batch and continous distillation process control methods are described. In the second part crude distillation operation and control within refinery operation are described in the details.

In proces control description emphasise is given on the significance of good control design and optimisation in order to achieve optimal operation of distillation control system.

Key words:

Batch distillation, continous distillation, process control, crude-oil unit

Sadržaj

1. **Uvod** 1

2. **Teorijski dio** 2

2.1. Teorijske osnove destilacije 2

2.2. Projektiranje i vođenje procesa destilacije 6

2.3. Šaržna destilacija 7

2.3.1.Regulacija tlaka 9

2.3.2.Regulacija količine isparavanja 11

2.3.3. Regulacija protoka refluksa 13

2.4.Kontinuirana destilacija 16

2.4.1. Regulacija tlaka 16

2.4.2. Regulacija temperature 20

2.4.3. Istodobna regulacija sastava dna i vrha kolone 23

2.4.4. Regulacija toplinski integriranih kolona 25

3. **Pregledni dio** 28

3.1. Sekcija pripreme nafte za preradu 28

3.2. Sekcija za predgrijavanje nafte 29

3.3. Sekcija frakcionacije 29

3.3.1. Regulacija tlaka u koloni 30

3.3.2. Regulacija temperature na izlazu iz peći 31

3.3.3. Regulacija temperature vrha kolone 32

3.3.4. Regulacija temperature i količine međurefluksa 32

3.3.5. Regulacija temperature na pliticama s kojih se uzimaju bočni rezovi i količine dodane pare za stripiranje 34

3.3.6. Regulacija količine dodane pare u dno atmosferske kolone 37

3.4. Sekcija stabilizacije 37

3.5. Sekcija razdvajanja benzina 37

4. **Zaključak** 38

Popis oznaka 39

Literatura 41

Prilozi 42

Životopis 54

1. Uvod

Destilacija jedan je od najstarijih procesa separacije i ujedno najvažniji tehnološki proces u kemijskoj industiji. Danas se primjenjuju brojni tipovi destilacije - šaržne, polukontinuirane ili kontinuirane, uključujući i one složenije poput ekstraktivne destilacije ili destilacije uz kemijsku reakciju. Ovi procesi su veliki potrošači energije, stoga je njihovom radu potrebno posvetiti veliku pozornost.

Projektiranje, vođenje i optimizacija procesa destilacije predstavljaju velike izazove inženjerima. Svaki proizvod treba zadovoljiti stroge specifikacije da bi se našao na tržištu. Kontinuirana proizvodnja točno zahtijevane specifikacije nije uvijek moguća jer se u procesu javljaju poremećaji i kao posljedica oscilacija kvalitete proizvoda tijekom proizvodnje. Zadaća regulacije je održati te varijacije u što užim granicama unutar zahtijevane specifikaciji. Nakon što su pojedini regulacijski krugovi ugođeni i njihov rad je zadovoljavajući, moguće je provesti optimizaciju kojom se nastoji smanjiti utrošak energije i ostvariti što veća kvaliteta proizvoda.

Tema ovo rada je analiza vođenja procesa destilacije. Pri tome se nastojalo detaljno opisati vođenje procesa u destilacijskoj koloni te naglasiti važnost dobre regulacije za optimalni rad postrojenja.

2. Opći dio

2.1.Teorijske osnove destilacije

Po definiciji destilacija je toplinsko separacijski proces razdvajanja kapljevite smjese dvije ili više komponenti na pojedinačne komponente željene čistoće na temelju različitih temperatura vrelišta, T_v. Zagrijavanjem kapljevite smjese nastala para (u ravnoteži s kapljevinom) sadrži više komponente nižeg vrelišta od kapljevine koja će biti bogatija na teže hlapivoj komponeti. Ovisno o sastavu, vrelište kapljevine će se mijenjati. Dakle, destilacija ovisi o svojstvima tlaka para kapljevite smjese.

Tlak para kapljevine pri nekoj temperaturi je ravnotežni tlak molekula koje izlaze i ulaze na površinu kapljevine. Tlak para raste s porastom temperature. Kapljevina vrije kada se njen tlak para izjednači sa okolišnim tlakom. Kapljevine velikog tlaka para, su hlapive pa vriju pri nižim temperaturama. Tlak para i temperatura vrelišta ovise o udjelima pojedinih komponenti u smjesi.[2]

Ravnotežu između parne i kapljevite faze osnova je za svaki proračun i projektiranje opreme destilacijskog procesa. Grafički se prikazuje s nekoliko vrsta faznih ili ravnotežnih dijagrama koji stavljaju u međusobnu ovisnost dvije od tri varijable binarnog sustava (sastav, temperatura i tlak) i to su:

-Dijagram vrenja (T-x-y dijagram) uz stalan tlak

-Dijagram tlaka (p-x-y dijagram) uz stalnu temperaturu

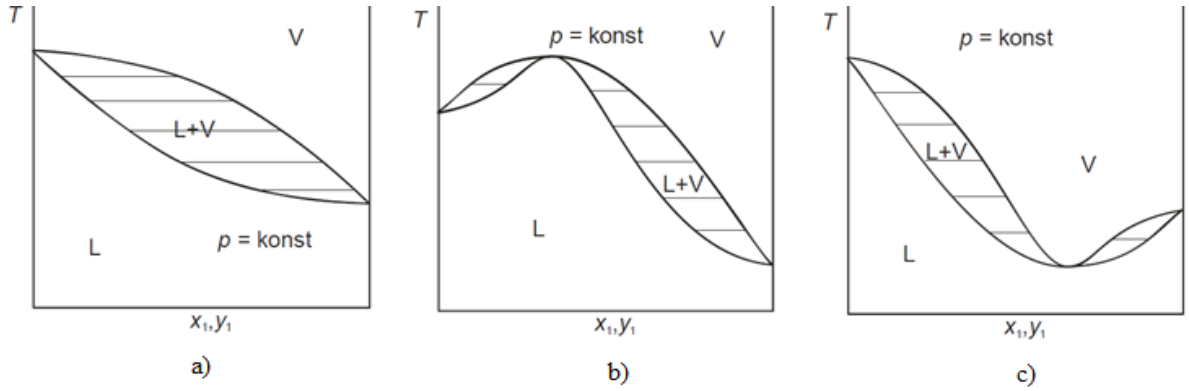
-Dijagram ravnoteže (x-y dijagram) [4].

Dijagram vrenja

Dijagram vrenja pokazuje kako se ravnotežni sastavi komponenti mijenjaju ovisno o temperaturi pri definiranom tlaku (*Slika 2.1.a*). Na dijagramu je označeno područje stabilne pare, V, odnosno kapljevine, L. Nestabilno područje (L+V) omeđuju krivulja rosišta (vaporus krivulja) i krivulja vrelišta (liquidus krivulja), koje povezuju ravnotežne sastave pare, odnosno kapljevine pri stalnom tlaku. Unutar nestabilnog područja ucrtane su vezne linije, crte koje spajaju sastave pare i kapljevine u međusobnoj ravnoteži. Točka rosišta, T_r, je temperatura pri kojoj zasićena para počinje kondenzirati, a točka vrelišta temperatura pri kojoj kapljevina zavrije. Navedeni dijagram (*Slika 2.1.a*) se odnosi na idealne smjese kojima

vrelišta leže između vrelišta čistih komponenata, te se destilacijom mogu razdvojiti na čiste komponente.

Realne smjese se puno teže razdvajaju destilacijom i to su tzv. azeotropne smjese. Pojava azeotropije u dvokomponentnom sustavu objašnjava se kao posljedica međudjelovanja čestica, odnosno neidealnosti kapljevine. Takve smjese nemoguće je u potpunosti razdvojiti destilacijom zbog postojanja maksimuma (*Slika 2.1.b*) ili minimuma (*Slika 2.1.c*) točke vrenja smjese tzv. azeotropne točke u kojoj su sastavi pare i kapljevine jednaki. [4]



Slika 2.1.-T-x-y dijagram vrenja (pri stalnom tlaku,p), za:(a) zeotropnu binarnu smjesu, (b) azeotropnu smjesu s maksimumom vrenja, (c) azeotropnu smjesu s minimumom vrenja [4]

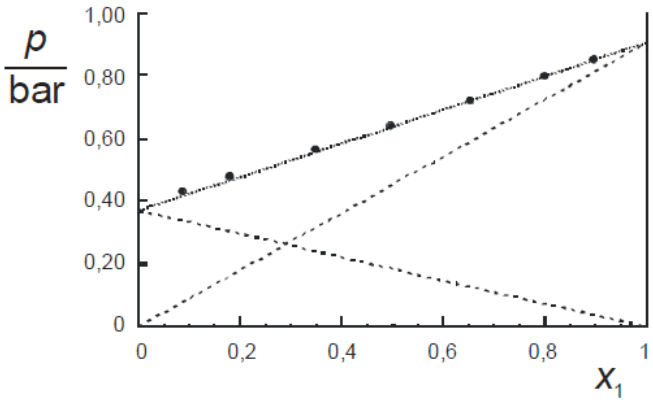
Dijagram tlaka

U slučaju idealnih kapljevitih smjesa, koje se miješaju u svim molnim omjerima pri čemu se ne razvija toplina ravnotežni tlak pare može se izračunati uz pomoć Raoultovog zakona (*Slika 2.2.*). Parcijalni tlak komponenata iznad otopine izračunava se prema

$$p_i = x_i \, p_i^{\bullet} , \qquad (1)$$

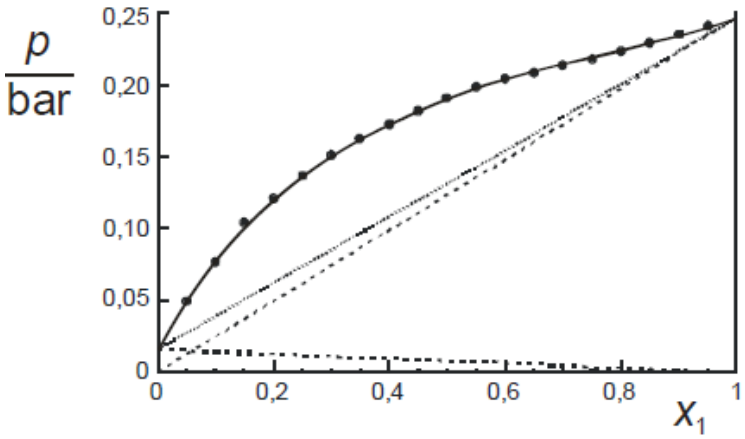
a ukupni ravnotežni tlak zbroj je parcijalnih tlakova dviju komponenata:

$$p = x_1 \, p_1^{\bullet} + x_2 \, p_2^{\bullet} . \qquad (2)$$

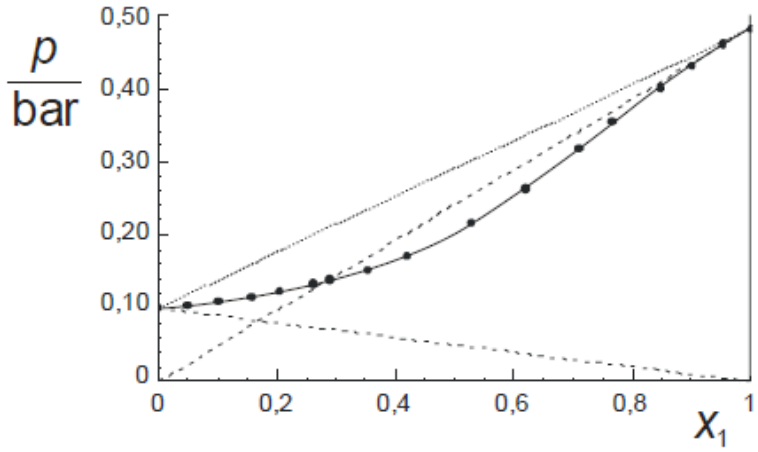


Slika 2.2.- Ravnotežni tlak (točkasta linija) i parcijalni tlakovi (crtkana linija) komponenata stvarnog sustav (1-heksen(1) – trietilamin(2)) [4]

U realnim smjesama privlačne sile između različitih vrsta molekula nisu jednake. Ako su privlačne sile između različitih vrsta molekula manje od privlačnih sila između sličnih molekula, molekule u smjesi drže se zajedno slabijim silama od onih za čistu kapljevinu. Tada tijekom miješanja dolazi do endotermne ekspanzije volumena i povišenja tlaka para (pozitivna devijacija od Raoultovog zakona) (*Slika2.3.*). Dijagram tlaka će pokazati maksimalni tlak para, a dijagram vrelišta će imati minimalno vrelište. Ako su privlačne sile između različitih vrsta molekula veće od privlačnih sila između sličnih molekula, molekule se u smjesi drže zajedno jačim silama od onih za čistu kapljevinu, pa tijekom miješanja dolazi do egzotermne kontrakcije volumena i povišenja temperature vrelišta (negativna devijacija od Raoultovog zakona) (*Slika2.4*). Dijagram tlaka će pokazati minimalni tlak para, a dijagram vrelišta će imati maksimalno vrelište. [2]

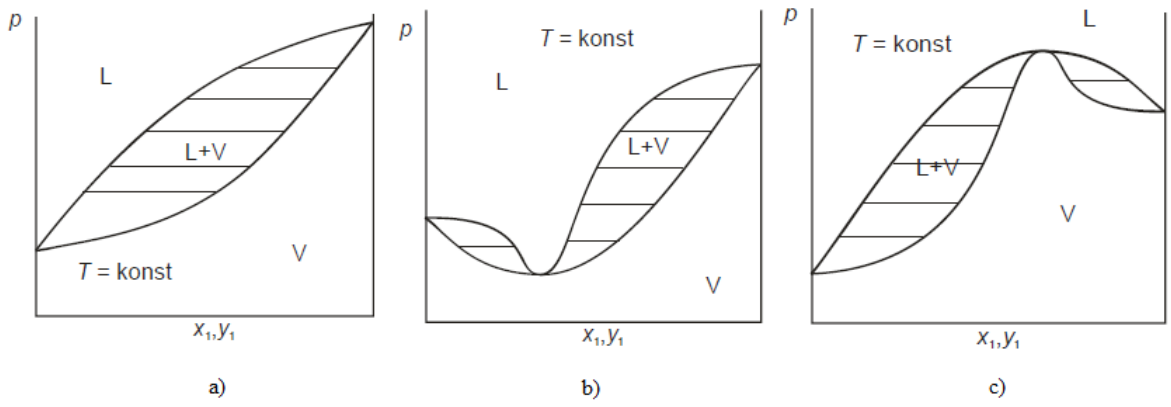


Slika 2.3.- Eksperimentalni podaci o ravnotežnom tlaku (crni kružići) povezani linijom trenda, za stvarni sustav (dietileter(1) – etanol(2)) [4]



Slika 2.4.- Eksperimentalni podaci o ravnotežnom tlaku (crni kružići) povezani linijom trenda, za stvarni sustav (kloroform(1) – dietilketon(2)) [7]

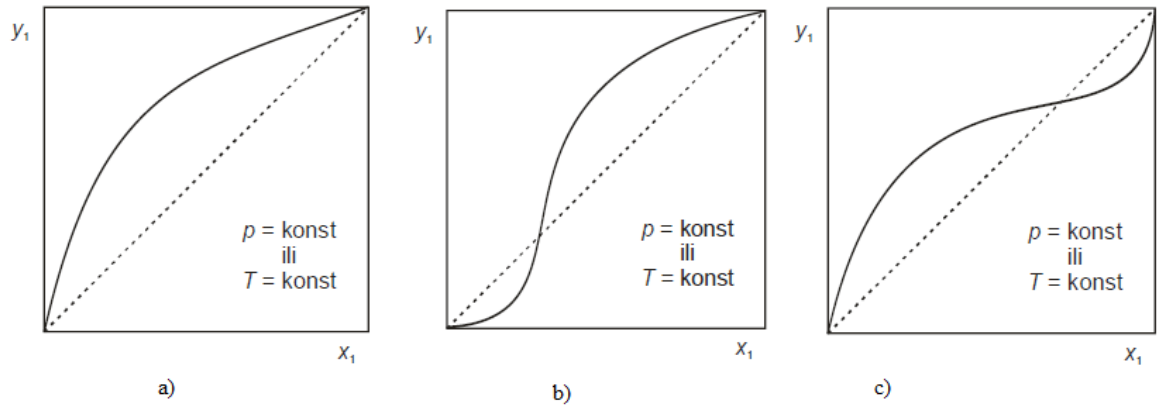
Ako se u prikazane *p-x* dijagrame još ucrtaju i vaporus krivulja nastaju *p-x-y* dijagrami tlaka uz stalnu temperaturu za zeotropne i azeotropne sustave (*Slika2.5.*)



Slika 2.5.- p-x-y dijagram tlaka (pri stalnoj temperaturi,T), za:(a) zeotropnu binarnu smjesu, (b) azeotropnu smjesu s minimumom tlaka, (c) azeotropnu smjesu s maksimumom tlaka [4]

Dijagram ravnoteže

Odnos ravnotežnih sastava parne i kapljevite faze pri konstantnoj temperaturi i tlaku prikazuju se x-y dijagramima ravnoteže (*Slika 2.6.*)



Slika 2.6.- x-y dijagram ravnoteže (pri stalnoj temperaturi,T i tlaku,p), za:(a) zeotropnu binarnu smjesu, (b)i (c) azeotropne smjese [4]

2.2.Projektiranje i vođenje procesa destilacije

Prilikom projektiranja destilacijskog procesa ne postoji univerzalni način regulacije. Projektiranje započinje definiranjem osnovnih varijabli, kao i ciljeva koji se žele postići u procesu. Prema Thurstonu ono se provodi u sedam faza, od kojih su prve četiri osnova svakog projekta:

- Definiranje i postavljanje prioriteta radnim ciljevima
  - Sastav najvažnijeg produkta
  - Prihvatljive varijacije u sastavu za svaki od produkata
  - Cijene produkata i energije potrebne za separaciju u procesu

- Definiranje ulaznih i izlaznih varijabi sustava
  - Varijable bilance tvari: protok pojenja, produkt vrha i dna, obujmi dna i sabirnika pretoka i zadrška kapljevine na pliticama
  - Varijable bilance topline: entalpija pojenja, dovod topline u isparivač i odvod topline iz kondenzatora
  - Tlak procesa

- Identifikacija varijabli putem kojih dolaze poremećaji u sustav
  - Protok pojenja

- Sastav pojenja
- Tlak ili temperatura sredstva za grijanje
- Entalpija pojenja
- Uvjeti okoliša
- Temperatura rashladnog medija

- Odabir načina regulacijekolone
- Određivanje točaka regulacije osjetljivih na sastav
- Usporedba alternativnih regulacijskih shema
- Odziv odabranog sustava na očekivane poremećaje [1]

Nakon definiranja osnovnih ciljeva, varijabli i mogućih poremećaja u koloni bitno je i kako te varijable regulirati u svrhu dobivanja zadovoljavajućeg produkta. Ovisno o navednim varijablama, ciljevima, načinu rada ili vrsti kolone vođenje se može odvijati različitim metodama. Isto tako niti jedno vođenje nije univerzalno bez obzira radi li se npr. o jednakoj metodi destilacije traženi produkt neće biti istih specifikacija. No postoje neke općenite varijable koje se, ovisno o podjeli, mogu voditi različitim metodama. Tako se dosta često teorijski opisuje razlika u vođenju šaržne(diskontinuirane) i kontinuirane destilacije.
U šaržnim kolonama pojenje se unosi u kolonu, provodi se separacija i nakon postignutog željenog stupnja separacije proces se prekida. U kontinuiranim se kolonama razdvaja kontinuirana struja pojenja bez prekida rada, osim ako nema problema u radu kolone. Destilat i donji produkt također se kontinuirano odvode iz kolone. [1]

2.3.Šaržna destilacija

Šaržna destilacija za razliku od kontinuirane ne koristi se u tolikoj mjeri, ali i dalje je neizostavan proces u različitim industrijama (kemijskoj, farmaceutskog industriji, industriji finih kemikalija, preradi nafte itd.). Obično se koristi kada:

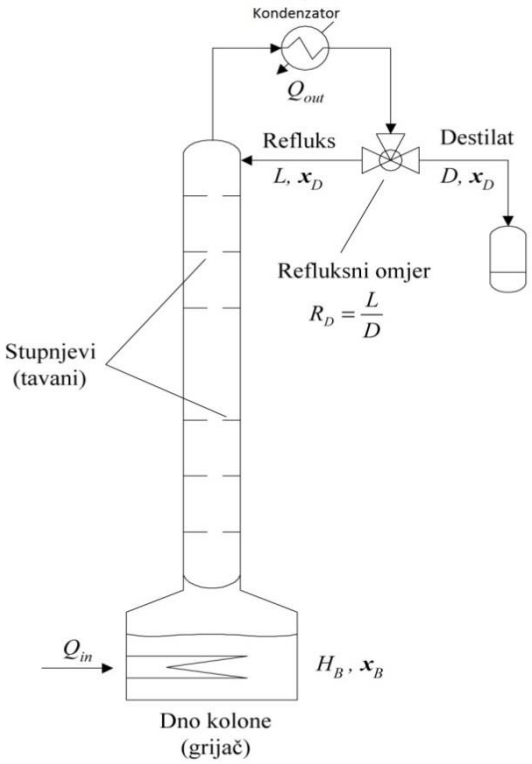
- sastav smjese koja se treba separirati varira široko
- separaciju treba rjeđe provoditi
- količina materijala koju treba separirati je relativno mala
- glavni produkt sadrži relativno male količine lakih i teških komponenti

Tijekom cijelog ciklusa rada šaržne destilacije varijable procesa mjenjaju se s vremenom i regulacijski sustav treba osigurati tu promjenu i po veličini i vremenu. [1]

Početni sastav smjese (šarže) je poznat i njegova promjena tijekom destilacije je dio normalnog rada, a ne poremećaja.

Poremećaji koji se mogu javiti pri radu jesu promjena tlaka i temperature vodene pare za isparivač ili temperature ulja za grijanje, kao i temperatura rashladnog medija u kondenzatoru vršnih para.

Šaržna destilacijska kolona može se podijeliti na tri osnovna dijela: isparivač (engl. *reboiler*), kolona i kondenzator vršnih para (engl. *condenser*) (sa ili bez sabirnika pretoka (engl. *reflux drum*)) (*Slika2.7.).* Osnovno načelo rada jest da se kapljevina na dnu kolone zagrijava u isparivaču i pri tome isparava. Para koja napušta vrh kolone prolazi kroz izmjenjivač topline – kondenzator gdje se djelomično ili u potpunosti ukapljuje. Dobivena kapljevina se privremeno zadržava u sabirniku pretoka, a potom se dio vraća u kolonu kao refluks ili pretok L (engl. *reflux*), a dio se izdvaja kao vršni proizvod - destilat D. I refluks i destilat imaju isti molni sastav x_D. Na dnu se može izdvajati proizvod dna B molnog sastava x_B. U slučaju frakcijske destilacije izdvajaju se i dodatni proizvodi duž kolone.



Slika 2.7.- Shematski prikaz šaržne destilacijske kolone

Za postizanje zadovoljavajućeg rada šaržne destilacije treba regulirati relativno malo procesnih varijabli i to:

- tlak
- količina isparavanja u isparivaču
- sastav vršnog produkta
- protok refluksa

Međutim, problem ne predstavlja broj varijabli već činjenica sa se sastav mijenja u cijelom sustavu šaržne destilacije. [1]

2.3.1. Tlak

Tlak je procesna varijabla koja određuje radnu temperaturu. Ujedno je i varijabla optimizacije, odnosno utječe na relativnu hlapivost, a time i na broj teorijskih plitica i omjer pretoka. Na primjer, rad pri nižem tlaku povećava relativnu hlapivost, a uz stalan broj plitica manji je refluksni omjer.

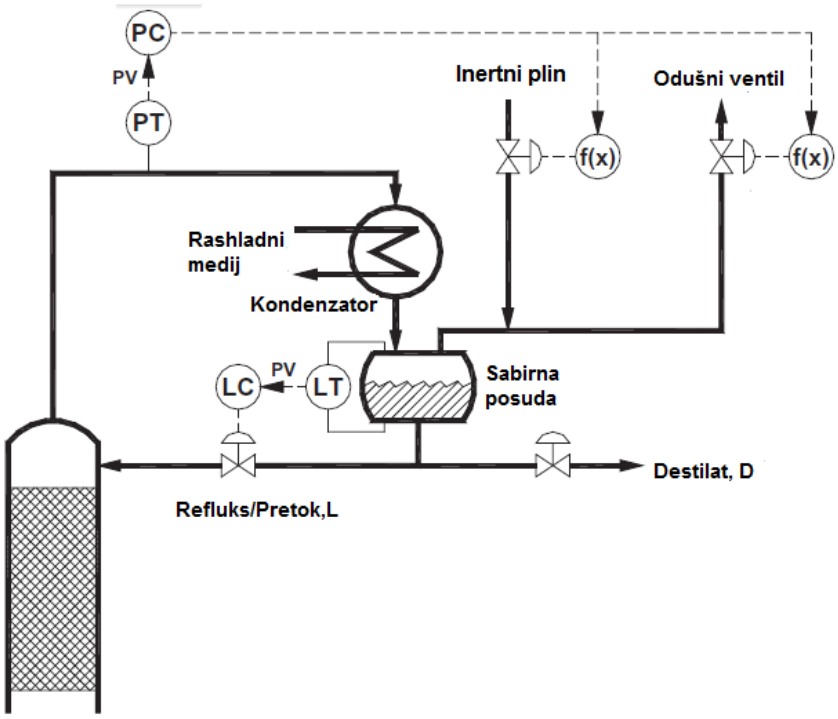
Regulacija tlaka ovisi o vrsti destilacije, načinu radu kondenzatora vršnih para, je li destilat u parnom ili kapljevitom stanju, je li tlak konstantan ili promjenjiv, itd.

Kako su para i kapljevina u koloni u ravnoteži na temperaturi vrelišta/rosišta, pad tlaka dovest će do djelomičnog isparavanja kapljevine i povećanja protoka para. Povećan protok para uzrokovat će veći udio teže komponente u destilatu. Upravo iz navedenih razloga tlak je jedna od važnijih regulacijskih varijabli.[1]

Regulacija tlaka u šaržnoj destilaciji obično se provodi putem dva regulacijska ventila:

- Regulacijskog ventila na odušnom vodu iz kondenzatora ili sabirne posude, čijim se otvaranjem odvode plinovi i/ili para. (U vakuumskoj destilaciji pomoću odvedenih plinova se održava vakuum u sustavu.)
- Ventila za regulaciju inertnog plina, čijim otvarenjem u sustav dolazi konstantna količina inerta.

Regulacija se odvijati uz jedan od regulacijskih ventila, oba ventila ne smiju biti otvorena istovremeno. [3]



Slika 2.16.- Shematski prikaz regulacije tlaka kod atmosferske destilacije [3]

2.3.2. Količina isparavanje

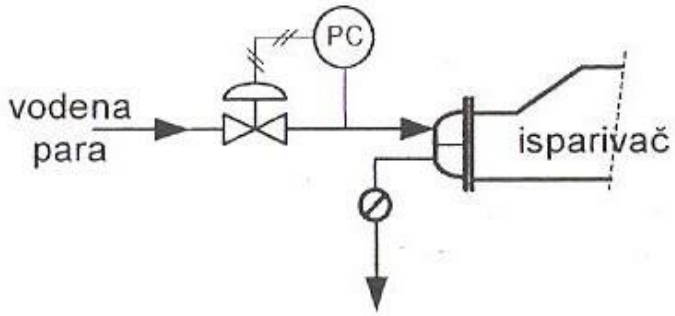
Šaržna destilacija radi s konstantnom količinom isparavanja u jedinici vremena čime je određeno vrijeme rada i kapacitet jedinice. Količina isparavanja obično je ograničena dopuštenim padom tlaka u koloni (dimenzijama kolone i vrstom kontaktnih tijela i punila). Regulacija se može provoditi na nekoliko načina: [1]

- *Regulacija konstantnog tlaka pare*

Kao što je prethodno navedeno količinu isparavanja odnosno protok pare kroz kolonu, treba održati konstantnim, a najjednostavniji način jest regulacija tlaka pare na ulazu u isparivač.

No uz svu jednostavnost, sustav je prikladan samo za šarže čije komponente imaju bliske temperature vrelišta i topline isparavanja. Daljnjom destilacijom sastav šarže se mijenja te ona postaje bogatija na teže hlapivoj komponenti i temperatura u isparivaču raste. Kako regulacija tlaka održava stalnu temperaturu pare, razlika tlaka u isparivaču pada, a time i količina prenesene topline i isparene šarže. Ako zbog promjene sastava dođe i do značajnije promjene

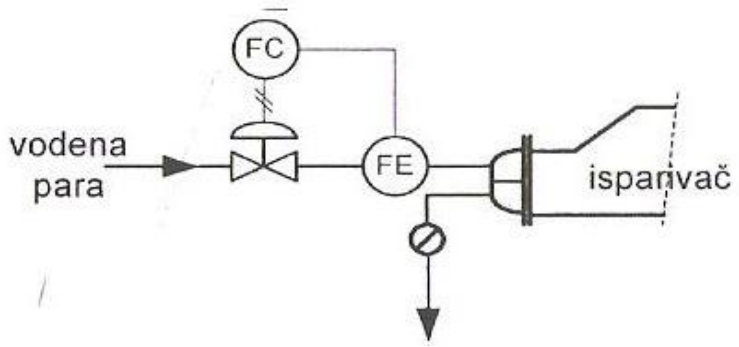
ukupnog koeficijenta prijenosa topline, posljedica može biti smanjenje količine isparavanja i dulji rad kolone. [1]



Slika 2.8.- Regulacija količine isparavanja regulacijom konstantnog tlaka pare [1]

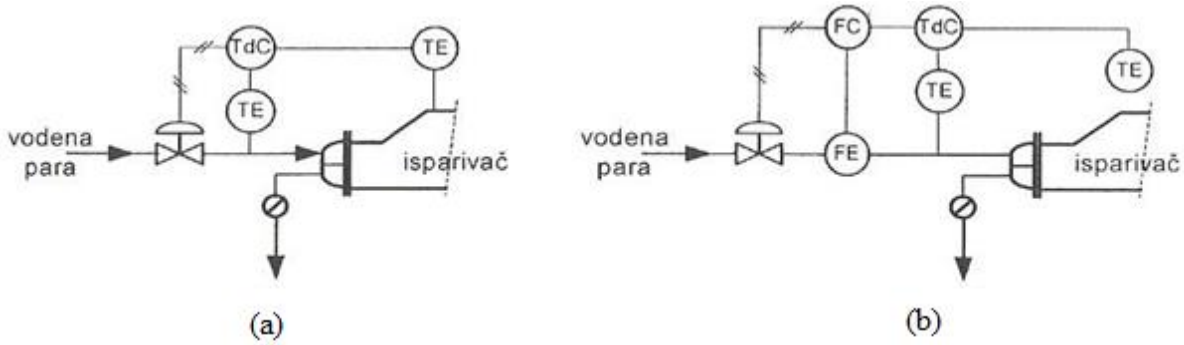
- *Regulacija protoka vodene pare*

Nedostatak kod regulacije tlaka pare može se ukloniti upravo regulacijom protoka pare. Padom razlike temperature, pada količina isparavanja a time i protok pare. Na pad protoka reagirat će sam regulator protoka i tako ga održavati stalnim otvaranjem ventila. Pri tome dolazi do povišenja tlaka i temperature na strani vodene pare i u konačnici povećanja količine isparavanja. Takav sustav zahtjeva da se ukoliko postoji mogućnost variranja tlaka pare, ugradi regulator tlaka pare koji će ga održavati stalnim. No i u takvoj, iako poboljšanoj regulaciji, postoji nedostatak: ne regulira se inertni protok para u koloni. [1]



Slika 2.9.-Regulacija količine isparavanja regulacijom protoka vodene pare [1]

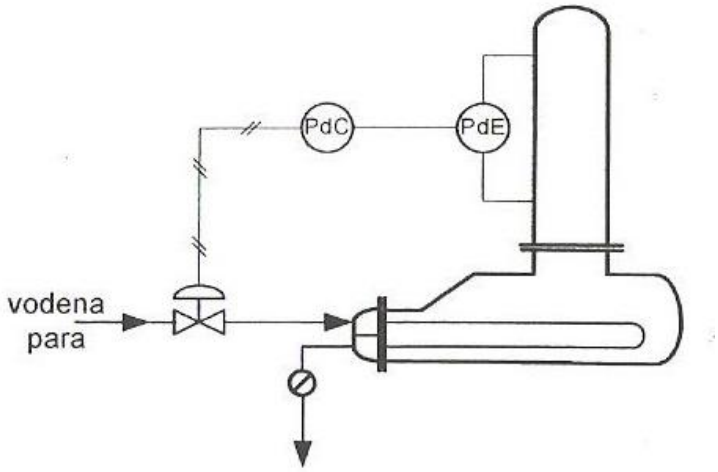
Postoje i sofisticiraniji sustavi regulacije protoka pare preko dovedene topline, odnosno na temelju razlike temperatura (*Slika2.10.a*) ili regulacijom razlike temperatura u kaskadi s regulacijom protoka pare (*Slika2.10.b*).



Slika 2.10.- Regulacija količine isparavanja regulacijom konstantne razlike temperature u isparivaču [1]

- *Regulacija internog protoka para*

Izravna regulacija internog protoka para je regulacija diferencijalnog tlaka u koloni. Takva destilacija radi dobro u slučaju kad je kontakno tijelo u koloni punilo, dok kod plitica treba voditi računa da je pad tlaka koji je odgovoran za protok para kroz kolonu samo dio pada tlaka na plitici, a dio pad tlaka kroz stupac kapljevine na plitici koji ovisi o protoku. [1]



Slika 2.11.-Izravna regulacija internog protoka pare u koloni [1]

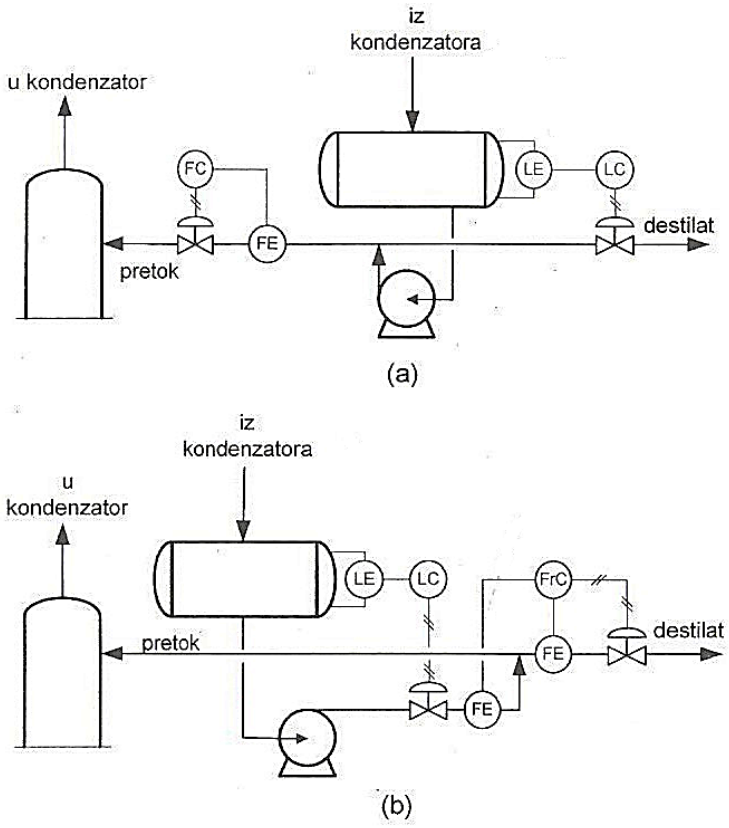
2.3.3. Refluks

S obzirom na refluks šaržna destilacija može raditi na tri načina:

- konstantnim protokom refluksa i promjenjivim sastavom destilata
- konstantnim sastavom destilata i promjenjivim protokom refluksa
- totalni refluks [1]

- *Regulacija konstantnog protoka refluksa*

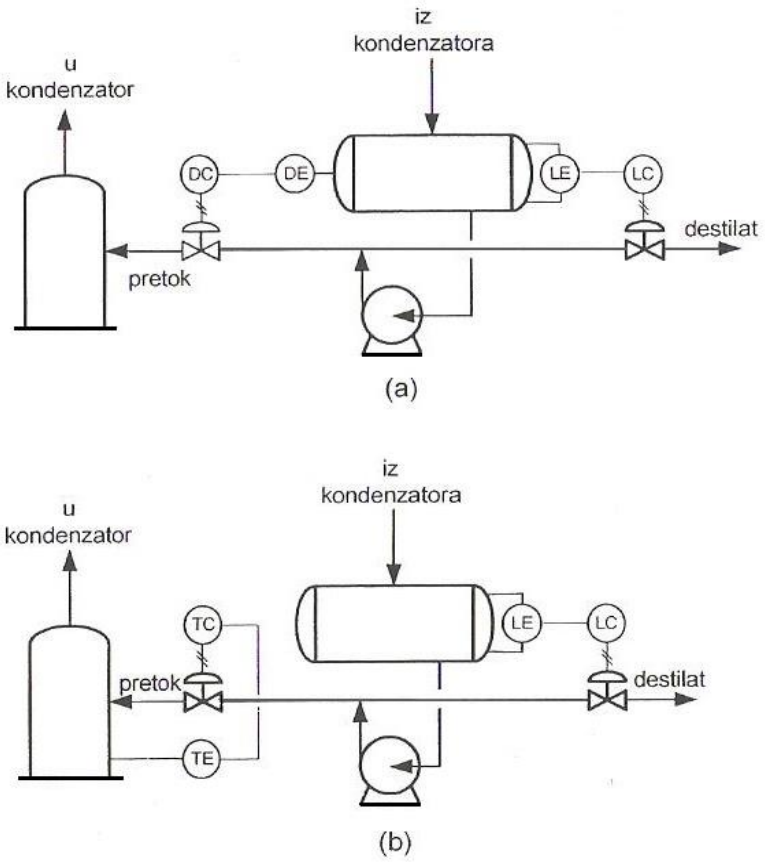
Rad kolone kod koje se nastoji regulirati konstantni protok refluksa je relativno jednostavan. Jedno od rješenja je regulacija protoka refluksa i razine u sabirniku s regulatorom razine. Postoji i drugo rješenje i to regulacijom omjera protoka refluksa i ukupnog protoka kondenziranih vršnih para. Regulator razine ne dozvoljava da sabirnik pretoka ostane prazan i pumpa bez usisa. Kako se sastav destilata ovakvim načinom regulacije stalno mijenja (na početku je bogat lakše hlapivom komponentom i kako destilacija odmiče udio teže hlapive komponente u destilatu raste) konačan sastav destilata je smjesa dobivena u sabirniku destilata čiji sastav ovisi o trajanju destilacije. [1]



Slika 2.12.-Regulacija konstantnog protoka refluksa [1]

- *Regulacija konstantnog sastava destilata*

Način rada s promjenjivim refluksom i konstantnim sastavom regulacijski je složeniji od prethodnog. Sastav vršnih para može se mjeriti izravno kontinuiranim analizatorom ili posredno mjerenjem nekog drugog svojstva (gustoća, toplinska vodljivost, itd.) povezanog sa sastavom ili varijable povezane s koncentracijom (temperatura). [2]
Analizatori daju izravno informaciju o sastavu struje produkta, ali njihova nabava, ugradnja i održavanje podiže troškove. Stoga se nerijetko pribjegava metodi posrednog mjerenja. Izbor varijable za posredno mjerenje sastava ovisi pojnoj smjesi koja se destilira, a čest izbor je temperatura, posebno u većini slučajeva dvokomponentnih smjesa. [1]

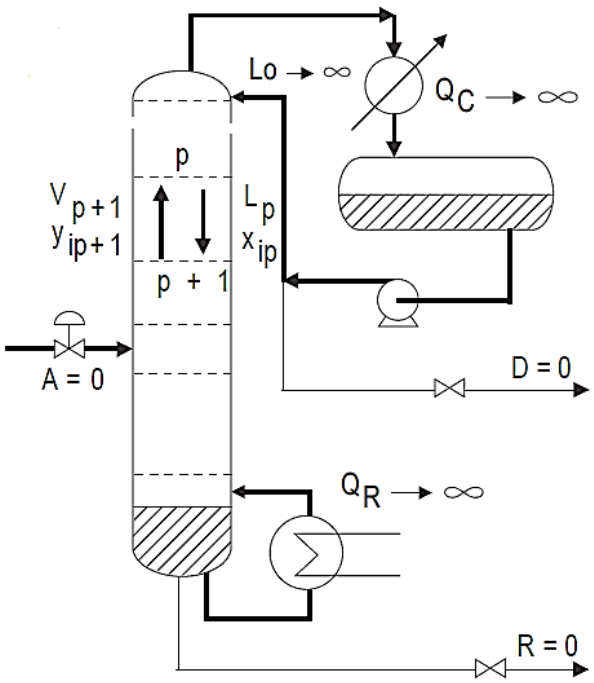


Slika 2.13.-Regulacija promjenjivog protoka pretoka, na temelju gustoće destilata (a), na temelju temperature u koloni (b) [1]

- *Totalni refluks*

Prije nego se počinje odvoditi produkt (na tijekom pokretanja procesa; (startup) ili ponekad tijekom kratkoročnih poremećaja šaržna kolona neko vrijeme radi s totalnim refluksom. Takav rad se obično naziva uravnoteženje, a predstavlja stanje tijekom kojeg se sav vršni produkt kondenzira i vraća u kolonu (struja refluksa) bez izdvajanja destilata.

Također kako se donji kapljeviti produkt u potpunosti zadržava u koloni (nema oduzimanja produkta dna), on se kondenzira i u konačnici vraća u kolonu. Regulacija stanja totalnog refluksa provodi se putem elektromagnetskog (on/off) ventila na izlaznom vodu iz sabirne posude. Kada se provodi cjelokupni povratak kondenziranog vršnog produkta (totalni refluks) ventil je u otvoren (100 %), a u suprotnom potpuno zatvoren (0 %).

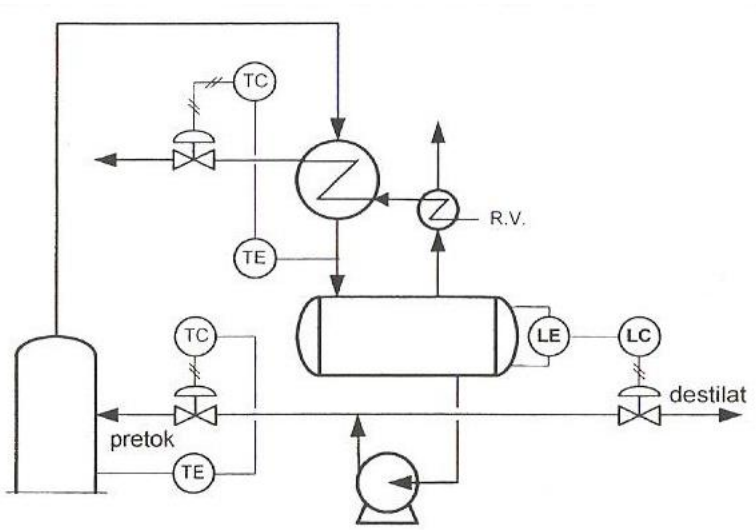


Slika 2.14.- Totalni refluks u destilacijskoj koloni [3]

- *Temperatura refluksa*

Kako bi se postigli što manji utrošci pare i rashladne vode najpovoljnije je održavati temperaturu refluksa malo ispod temperature vrelišta. Treba voditi računa da veoma pothlađeni refluks dovodi do dodatne kondenzacije para unutar kolone i mijenja omjer protoka pare i kapljevine unutar kolone.

Temperatura refluksa jednostavno se regulira protokom rashladne vode kroz kondenzator. Kako je napon para u prihvatnoj posudi destilata relativno visok jer je temperatura malo ispod temperature vrelišta, obično se na odušni cjevovod sabirnika refluksa postavi dodatni mali hladnjak da bi se smanjili gubici. Destilat se može također dodatno hladiti kako bi se spriječili gubici u spremniku. [1]



Slika 2.15.-Regulacija temperature pretoka [1]

2.4. Kontinuirana destilacija

Kod kontinuirane se destilacije, za razliku od šaržne, razdvaja kontinuirana struja pojenja uz isto tako kontinuirano odvođenje produkta. Iz različitog načina rada kontinuirane od šaržne destilacije proizlazi i drugi način regulacije procesa.

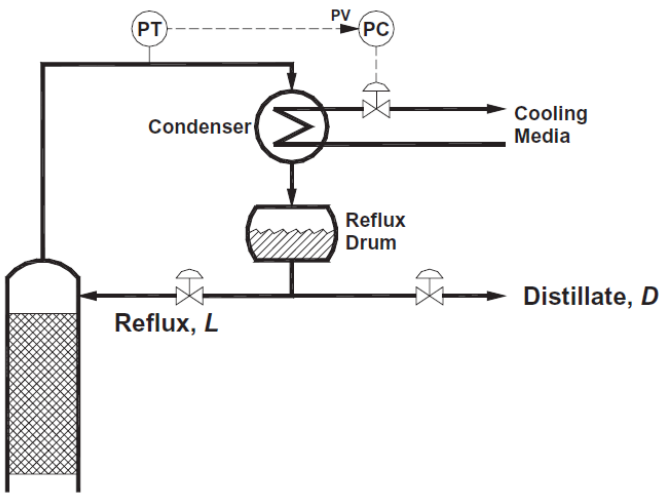
Prvo, kontinuirana destilacija jest sustav koji radi u stacionarnom stanju. Poremećaji koji se javljaju uzrokovani su promjenama u pojenju, promjeni kapaciteta proizvodnje i vanjskim poremećajima (npr. promjena vremenskih uvjeta), nakon čega sustav za vođenje dovodi proces u stacionarno stanje. [1]

2.4.1. Regulacija tlaka

Regulacija tlaka u destilacijskoj koloni pod direktnim je utjecajem temperature, svojstvima fluida (protok pare), uvjetima u izmjenjivačima topline (kondenzator i isparivač). Također, uzrok drugim poremećajima može biti upravo poremećaj u regulaciji tlaka.

- *Regulacija razine kondenzata (oduzimanje topline u kondenzatoru)*

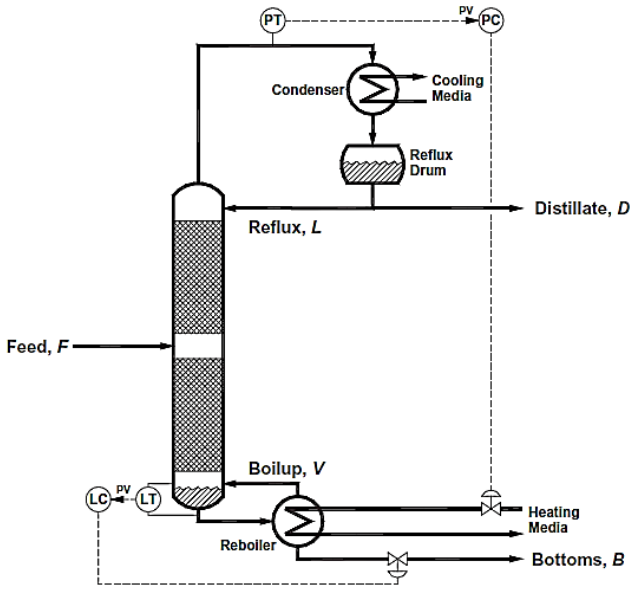
Najčešći način regulacije tlaka je upravo metodom uklanjanja topline u kondenzatoru. Prilikom povećanja tlaka, stupanj kondenzacije se mora povećati što se postiže upravo povećanjem uklanjanja topline odnosno povećanim hlađenjem. Najjednostavniji pristup je ugradnja regulacijskog ventila na dovodnom vodu rashladnog sredstva. [3]



Slika 2.16 .-Regulacija tlaka oduzimanjem topline u kondenzatoru [3]

- *Regulacija razine isparavanja u isparivaču*

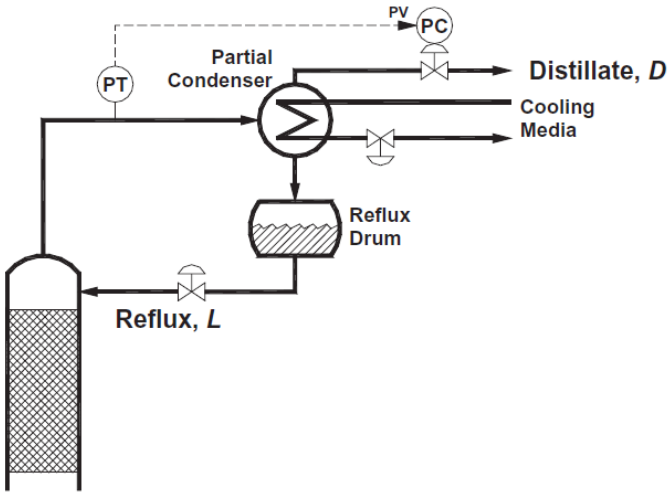
Nešto rjeđa metoda u industriji, ali dosta djelotvorna metoda regulacije tlaka je putem isparaviča. Prilikom povećanja tlaka, isparavanje se mora smanjiti i to smanjenjem dodavanja topline, odnosno pregrijane pare u isparivač. Najjednostavniji pristup je ugradnja regulacijskog ventila na dovod medija za isparavanje. [3]



Slika 2.17.-Regulacija tlaka regulacijom razine isparavanja u isparivaču [3]

- *Regulacija protoka destilata, D*

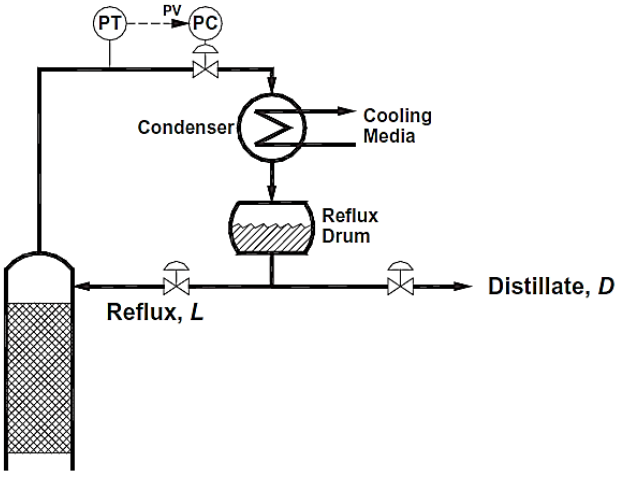
Ovaj tip regulacije se primjenjuje iznimno u slučaju postojanja djelomičnog kondenzatora odnosno parne struje destilata. Otvaranjem i zatvaranjem regulacijskog ventila na izlaznom vodu destilata iz kondenzatora regulira se protok destilata (njegovo otpušatnje) a time ujedno i tlak u koloni. [3]



Slika 2.18.-Regulacija tlaka regulacijom protoka destilata,D [3]

- *Regulacija kondenzacije u kondenzatoru*

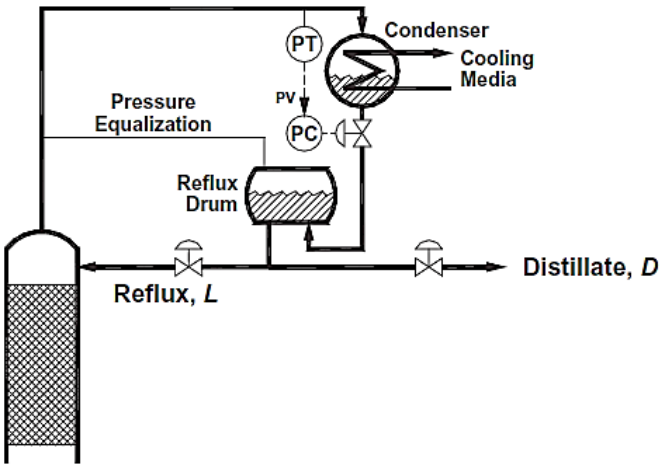
Regulacija tlaka ovom metodom se provodi upravljanjem regulacijskog ventila na vodu pare u kondezator. Prilikom povećanja tlaka, regulatorom tlaka mora se povećati otvorenost ventila. Kao rezultat se povećavaju tlak i temperatura u kondenzatoru, stupanj oduzimanja topline, što u konačnici uzrokuje smanjenje tlaka u koloni. [3]



Slika 2.19.-Regulacija tlaka regulacijskim ventilom na dovodu pare u kondenzator [3]

- *Regulacija djelomičnim potapanjem kondenzatora*

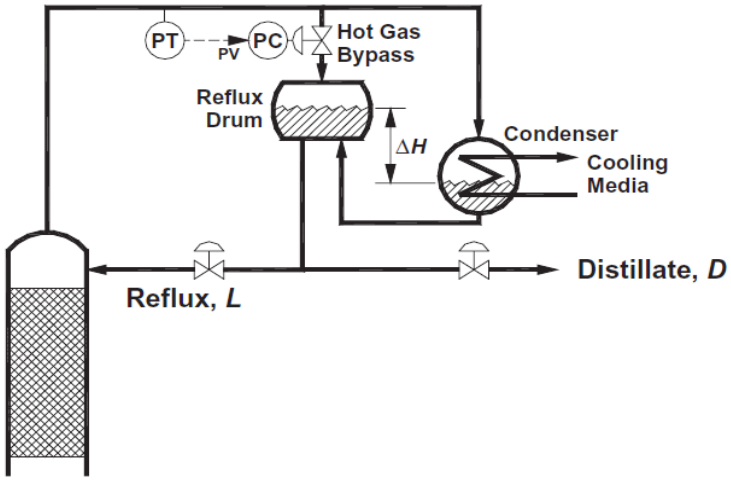
Ugradnjom regulacijskog ventila na liniji između kondenzatora i refluksne posude, jednostavno se može upravljati zadržavanje kondenzata u izmjenivaču topline. Ako se tlak u koloni poveća, regulator tlaka povećava otvorenost navedenog ventila. Time se odvodi više kondezata iz kondenzatora povećavajući površinu izmjene topline, a posljedično se kondenzira i više pare te tlak u koloni opada.



Slika 2.20 .-Regulacija tlaka djelomičnim potapanjem kondenzatora [3]

- *Regulacija tlaka zaobilaznim vodom kondenzatora*

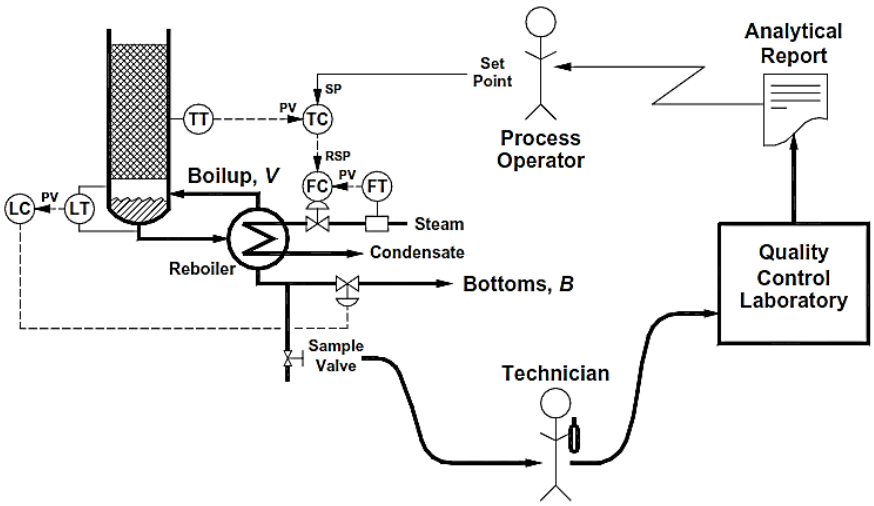
Ovom metodom se dio vršnih para zaobilaznim vodom uvodi u refluksnu posudu i time održava željeni tlak. [3]



Slika 2.21.-Regulacija tlaka zaobilaznim vodom kondenzatora [3]

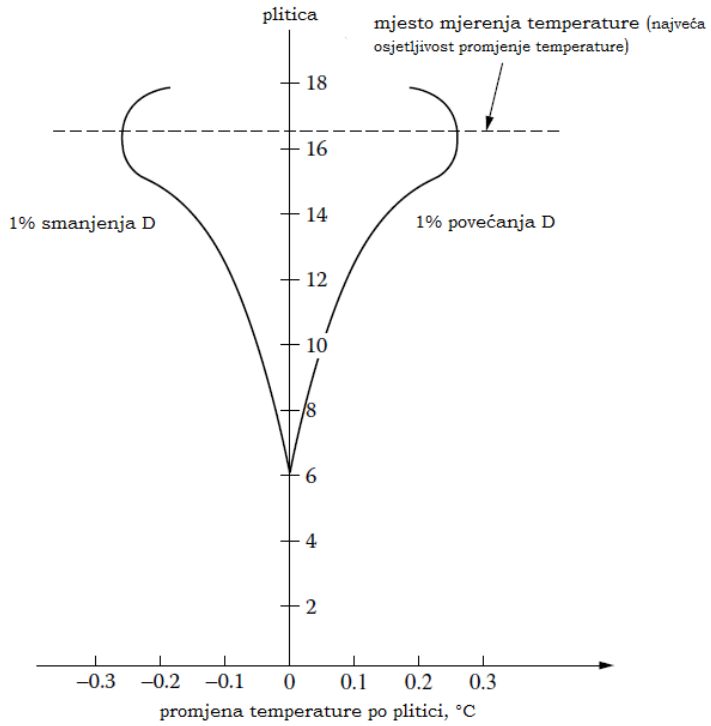
2.4.2. Regulacija temperature

Određivanje sastava produkta veoma je bitno tijekom procesa destilacije, a izravno mjerenje se najčešće vezuje za analizatore koji predstavljaju skupu investiciju. Stoga se za određivanje sastava često primjenjuje mjerenje temperature, kao procesne varijable koja je funkcija sastava produkta.



Slika 2.22. -Regulacija sastava produkta dna mjerenjem temperature [1]

Kod regulacije temperature važno je dobro odabrano mjesto mjerenja temperature. Mjesto mjerenja odabire se prema osjetljivosti promjene temperaturnog profila kolone na promjene upravljačke varijable (npr. tlak i protok destilata) u regulacijskom krugu temperature. Simulacijom stacionarnog stanja kolone jednostavno se dobivaju podaci za pronalazak prikladnog mjesta za mjerenje. Slika 2.23. prikazuje razliku temperature profila kolone prije i nakon promjene protoka destilata.



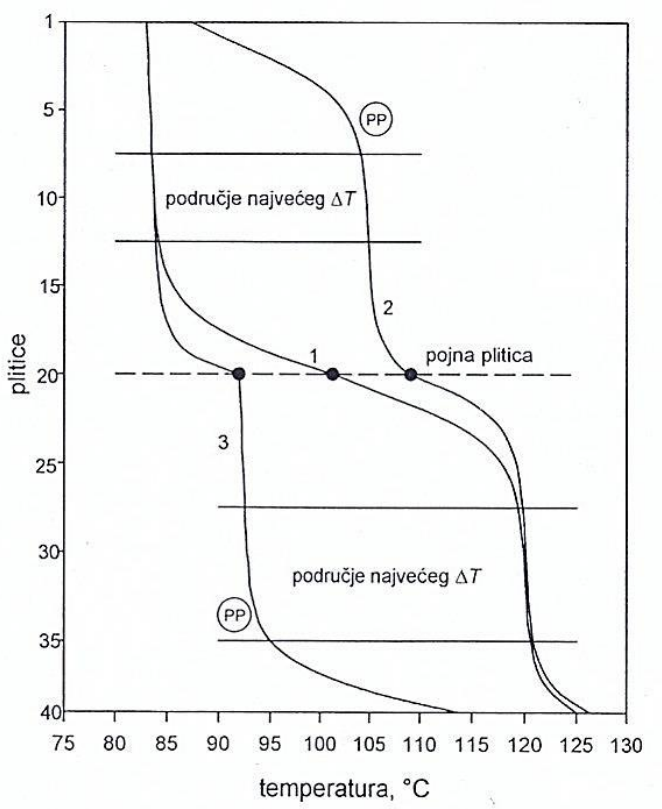
Slika 2.23. -Promjena temperaturnog profila kolone s promjenom protoka destilata [1]

Postoje i određeni kriteriji za odabir mjesta mjerenja (prema Thurstonu):

1. Poželjna osjetljivost temperature- najmanja promjena od 0,1 do 0,5 °C/ 1% promjene upravljačke varijable;
2. Promjena temperature u jednakom iznosu i kod smanjenja i povećanja upravljačke varijable.

Prema navedenim kriterijima i profilu razlika temperatura mjesto mjerenja (*Slika 2.23.*) bi se trebalo postaviti na mjesto najveće osjetljivosti (na 17.plitici!).
Postoje i određena proširenja navedenih kriterija, tako da se odredi osjetljivost promjene temperaturnog profila i na promjene drugih upravljačkih varijabli (protok pare u grijaću) i onih podložnih utjecaju poremećaja (protok i sastav pojenja).

Kao što je prethodno navedeno temperatura je važna varijabla putem koje se regulira sastav produkta. Takav regulacijski sustav temelji se na mjerenju razlike temperature u dva dijela temperaturnog profila, iznad i ispod pojne plitice (*Slika 2.24.*).



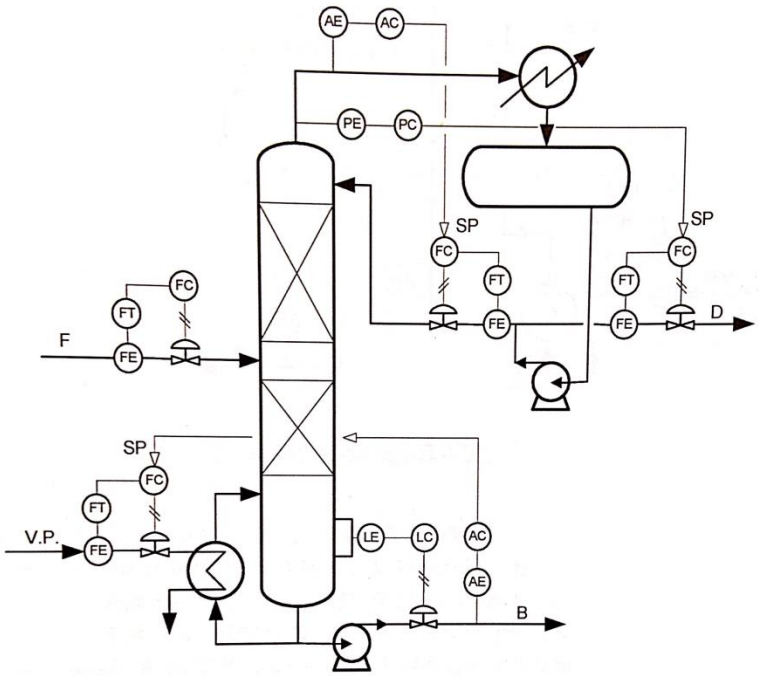
Slika 2.24.-Temperaturni profil u koloni [1]

Krivulja 1 prikazuje temperaturni profil koji odgovara maksimalnoj separaciji i čistoći oba produkta. Krivulja 2 odgovara radu kolone kada je čistoća vrha manja jer produkt vrha sadrži više težih komponenti, pa je i temperatura vrha nešto viša. Karakteristično je za taj način rada da je promjena temperature od vrha prema dnu brža od promjene na krivulji 1 i da se brže postiže sastav blizak sastavu pojenja (točka PP; pinch točka). Razlog je manja čistoća produkta vrha za koju nije potrebno toliko plitica. Također je mala i promjena sastava pa stoga i promjena temperature od točke PP do pojne plitice. Ako se promatraju krivulja 1 i 2 od pojne plitice prema dnu, karakteristično je da je razlika temperatura veoma mala i u dnu je malo veća jer je dobiven nešto čišći produkt dna. Krivulja 3 opisuje suprotan slučaj. Temperatura vrha je malo niža od temperature krivulje 1. Polazeći od dna temperature znatno brže pada i PP točka se nalazi ispod pojne plitice. Iznad pojne plitice temperatura brzo dostiže temperaturu vrha i daje produkt iste čistoće kao u slučaju krivulje 1.

Slika zorno prikazuje da na pliticima odmah ispod i iznad pojne plitice dolazi do velike razlike temperatura u odnosu na standarnu krivulju 1 i da su te promjene povezane s promjenama sastava vrha i dna. Te se razlike temperatura mogu iskoristiti za regulaciju sastava. [1]

2.4.3. Istodobna regulacija sastava dna i vrha kolone

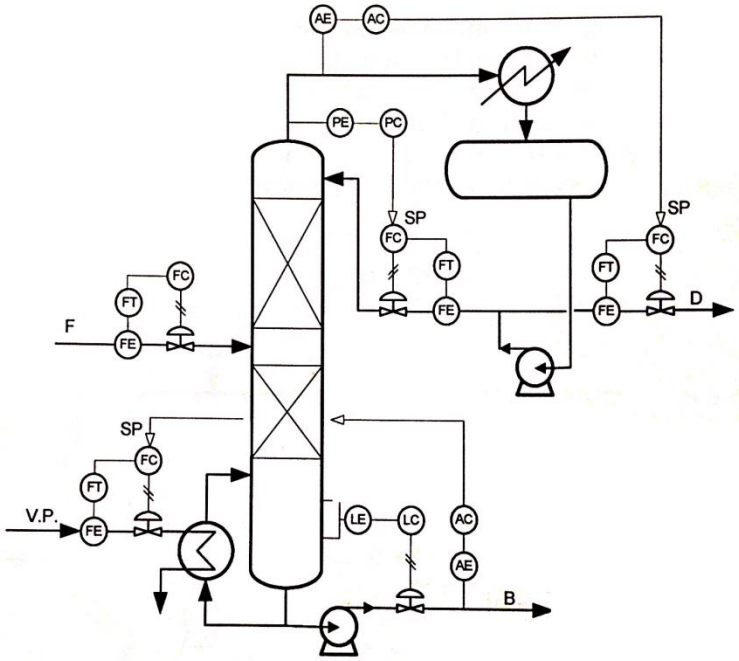
U sustavu regulacije uzimamo da su protok i entalpija pojenja nezavisne varijable. Protok produkta dna je zavisna varijabla bilance tvari, dovod pare u isparivač nezavisna varijabla bilance topline čiji je protok određen sastavom produkta dna. Preostale dvije varijable koje se mogu upotrebljavati kao upravljačke varijable jesu protoci destilata i refluksa. Jedna od dvije varijable može se upotrijebiti kao upravljačka varijabla za regulaciju sastava vrha, a druga za regulaciju tlaka (te je ona ovisna o bilanci topline). Slika 2.25. prikazuje refluks kao nezavisnu varijablu kojom se regulira sastav vrha, a tlak protokom destilata (protok destilata je zavisna varijabla bilance topline). Sastav produkta dna reguliran je protokom pare u isparivaču, a protok produkta dna je nezavisna varijabla balance tvari i regulira ga regulator razine dna kolone. U takvom sustavu postoje velike interakcije među regulacijskim krugovima. Odnosno ako dođe do poremećaja u jednom krugu (npr. u protoku pare u isparivaču), isti se prenosi na drugi (npr. na razinu produkta dna u koloni) i obrnuto. Takav je sustav zadovoljavajući uz male radne refluksne omjere R=(L/D) <1



Slika 2.25. -Standardna regulacijska shema s regulacijom sastava oba produkta [1]

Alternativni regulacijski sustav je regulacija bilance tvari (*Slika 2.26.).* Jedina razlika u odnosu na ranije prikazan sustav jest da je protok destilata nezavisna varijabla za regulaciju sastava vrha koju postavlja analizator, a tlak se regulira pomoću refluksa. Time je znatno

smanjena interakcija između bilance tvari i bilance topline i sustav dobro radi kod velikih omjera refluksa (L/D > 5). Nedostatak je da regulacijski krug s analizatorom produkt dna ne može raditi ako se regulacijski krug s analizatorom vršnog produkta vodi ručno.



Slika 2.26.-Regulacija bilance tvari [1]

Kod regulacije bilance tvari, ako sadržaj lake komponente u pojenju padne, a protok destilata je konstantan (regulacijski krug regulacije sastava je na ručnom vođenju), destilat će sadržavati više teških komponenata, čak i pri smanjenom dovodu topline. Ako s pojenjem u kolonu uđe više lakih komponenata i regulator temperature dna (ili analizator) povećavaju dovod topline, sustav će postati nestabilan kada je regulacijski krug sastava vrha na ručnom vođenju. Porast udjela lakše komponente u pojenju, koji se može toletirati, ograničen je količinom teže hlapive komponente u destilatu koja napušta sustav. Laka komponenta iznad te količine u pojenju ostat će u procesu jer je protok destilata stalan. Kako se laka komponenta akumulira na pliticama , doći će do dna i biti uzrok povećanju dovoda topline kako bi se spriječilo povećanje udjela lakih komponenata u produktu dna. Dodatna količina topline povećat će pretok, ali neće ukloniti lake komponente iz kolone.

Isti slučaj se može javiti kada je odziv regulatora temperature vrha ili analizatora vrha tromiji od odziva dna. Ova interakcija između regulacijskih krugova vrha i dna kolone obično je velika. [1]

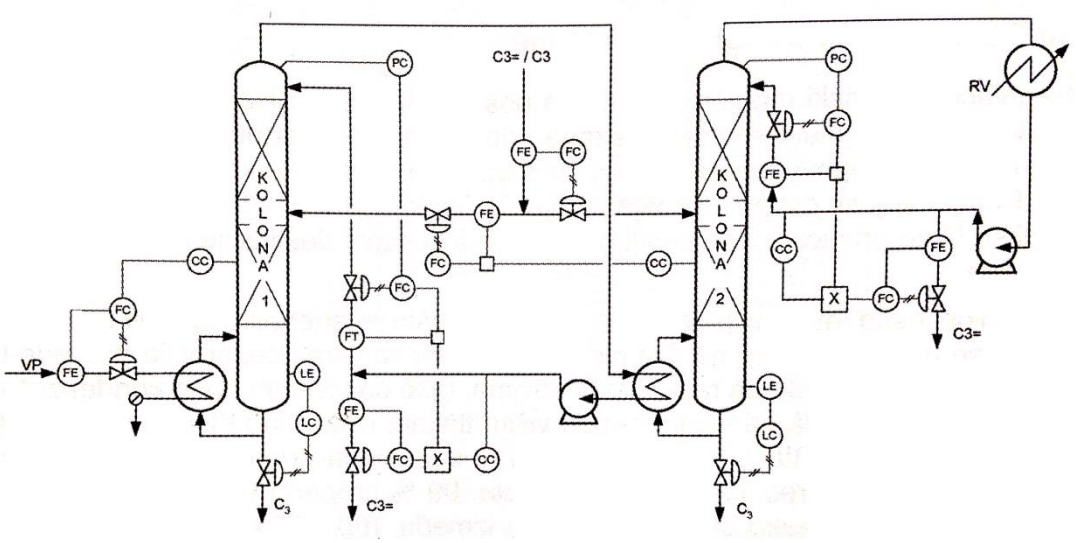
2.4.4. Regulacija toplinski integriranih kolona

Toplinski integrirane kolone čine međusobno povezane destilacijske kolone. Zbog interakcija regulacijskih krugova unutar jednog, ali i dva sustava potrebna je dobra regulacija.

Unutar takvog sustava potrebno je regulirati sastav sva četiri produkta, odnosno dovod topline u kolonu višeg tlaka, refluks kolone višeg tlaka, refluks kolone nižeg tlaka i refluksni omjer pojenja u jednu i drugu kolonu.

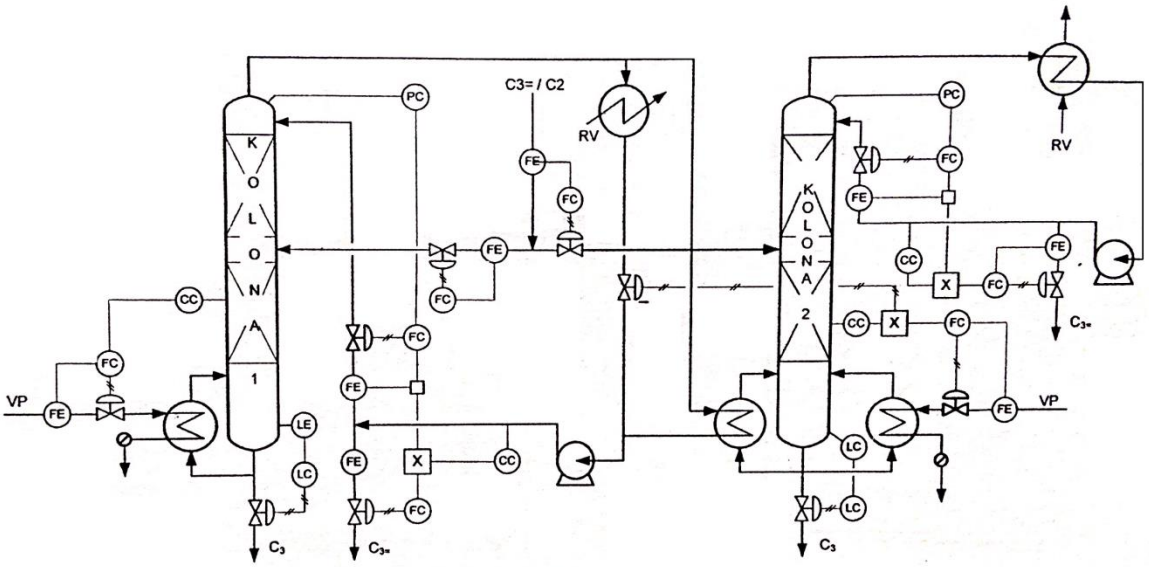
Ako se produkt dna prve kolone uvodi u dno druge kolone, potrebna je regulacija sastava samo jednog produkta. Na taj način se smanjuje broj upravljačkih varijabli potrebnih za regulaciju te sve svodi na tri regulacijska kruga:

1. Sastav vršnog produkta kolone na višem tlaku regulira se refluksom
2. Sastav vršnog produkta kolone na nižem tlaku regulira se refluksom
3. Sastav produkta dna kolone na nižem tlaku regulira se dovodom topline u kolonu



Slika 2.27 .-Osnovna shema regulacije toplinski integriranih kolona [1]

Slika 2.27. prikazuje osnovnu regulacijsku shemu toplinski integriranih kolona. Tlak u obje kolone regulira se pomoću refluksa iz djelomično poplavljenih kondenzatora. Refluksni omjer je upravljačka varijabla za regulaciju sastava destilata. Sastav dna kolone na višem tlaku regulira se dovodom topline u isparivač, a sastav dna kolone na nižem tlaku promjenom omjer refluksa i destilata.



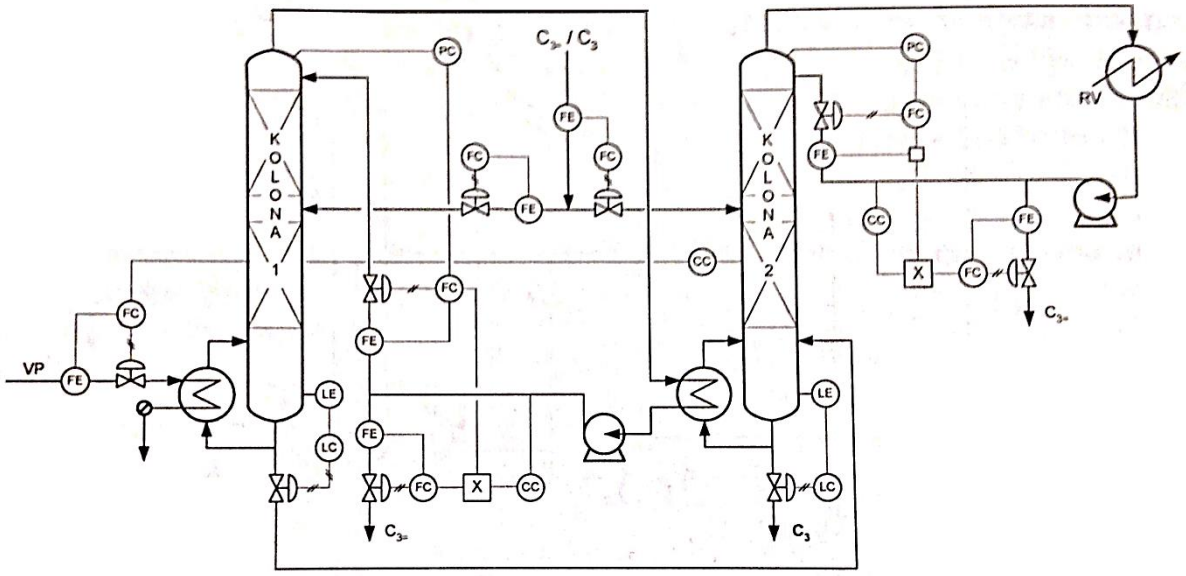
Slika 2.28. -Regulacijski sustav toplinski integriranih kolona s pomoćnim isparivačem i kondenzatorom [1]

Osnovni nedostatak ove regulacije je u tome što dovod topline i raspodjela pojenja imaju utjecaj na obje kolone, a cilj je zamjeniti jednu varijablu drugom koja će imati utjecaj na samo jednu kolonu. Jedan od načina jest uvođenje dodatnog kondenzatora u prvu kolonu, te dodatnog isparivača u drugu kolonu (*Slika 2.28*.).

Kada se pojavi potreba za većom količinom topline ona se dovodi u sustav putem pomoćnog isparivača, a potrebno smanjenje topline povećanjem površine izmjene topline u kondenzatoru (potapanje) uz povećanje kondenzacije vršnih para.

Druga alternativa za eliminaciju interakcija regulacijskih krugova jest da se produkti dna prve kolone uvode u dno druge. Tako je potrebno regulirati samo jedan sastav produkta dna, a i potrebe za dodatnim izmjenjivačima topline više nema.

Produkt dna prve kolone je na višem tlaku i temperaturi, stoga prilikom uvođenja na dno druge kolone dolazi do djelomičnog isparavanja. Time se smanjuje potrebna toplina za isparavanje u isparivaču druge kolone. [1]



Slika 2.29.-Regulacijski sustav toplinski i materijalno integriranih kolona [1]

3. Pregledi dio – Atmosferska destilacija u rafineriji nafte

Veliki broj destilacija se više ili manje razlikuje od tipične destilacije s jednim pojenjem, dva kapljevita produkta i velikim omjerom refluksa pretoka, stoga se svaka destilacija treba promatrati kao poseban slučaj. Jedan od takvih primjera jest i rafinerijska destilacija. Regulacija takvog kompleksnog sustava opisana je u nastavku. [2]

Postrojenje destilacije kod atmosferskog tlaka (engl. *topping*), primarno je postrojenje u svakoj rafineriji. Sirova nafta koja dolazi u rafineriju je kapljevina smeđe-zeleno-crne boje, a po svom sastavu vrlo složena smjesa ugljikovodika. Ovo postrojenje ima zadatak da kod atmosferskog tlaka raščlani tj. razdijeli naftu na pojedine proizvode koji se kasnije na drugim postrojenjima prerađuju ili dorađuju s ciljem dobivanja više vrijednih proizvoda.

Postrojenje se može podijeliti na sljedeće sekcije:

- Sekcija pripreme nafte za preradu
- Sekcija predgrijavanja nafte
- Sekcija frakcionacije
- Sekcija stabiliziacije
- Sekcija razdvajanja benzina (*splitter*)

3.1. Sekcija pripreme nafte za preradu

Da bi se nafta mogla preraditi na postrojenju atmosferske destilacije potrebno ju je predobraditi. Svu vodu i sedimente koji se nisu uspjeli istaložiti u periodu stajanja u spremnicima potrebno je ukloniti. Pošto su zaostala voda i sedimenti u većini slučajeva u obliku emulzija potrebno je dodavanje deemulgatora. Razbijanje emulzija se, isto tako, provodi pomoću električne struje (električni odsoljivači) koji uz deemulgatore i dodatak tople vode otapaju i ispiru anorganske soli. Također, djelovanjem električnog polja dipolne molekule vode sakupljaju se na elektrodama razbijajući emulziju te stvaraju velike kapljice vode koje se potom talože. [5]

3.2.Sekcija za predgrijavanje nafte

Zadaća ove sekcije je zagrijavanje nafte do temperature potrebne za destilaciju. Zagrijavanje se provodi u peći pomoću dva mehanizma prijenosa topline. Konvekcijski se nafta zagrijava dovođenjem pregrijane pare (protustrujna izmjena topline), dok se radijacijski zagrijava toplinom plamena izgaranja goriva (lož plin (LP), lož ulja(LU) i ukapljeni naftni plin (UNP)) [5].

3.3.Sekcija frakcionacije

U atmosferskoj koloni odvija se rektifikacijska destilacija (frakcionacija) nafte. Prethodno pripremljena i zagrijana nafta na temperaturi od 345 °C do 375 °C uvodi se pri dnu atmosferske kolone u zonu isparavanja (flash zona). Zagrijana nafta je smjesa pare i kapljevine koja zbog razlike tlakova u peći (12 bar) i atmosferske kolone (1,5 bar) naglo isparava u zoni isparavanja. Pare odlaze prema vrhu kolone kroz niz tavana na kojima se kondenziraju, a teže hlapive komponente vraćaju se prema dnu kolone. [5]

Destilacijom radi što oštrijeg odvajanja bočnih frakcija dio kondenziranog destilata se vraća u kolonu refluksom ili pretokom. Takve kondenzirane pare dolaze u kontakt s parama unutar kolone, a rezulat je izmjena topline i tvari pri čemu pare postaju sve bogatije na lako hlapivim komponentama, a tekuća faza na teže hlapivim komponentama. Do takvog kontakta dolazi na pliticama s ventilima i strukturiranim punilima. [6]

Svaka se destilacijska kolona sastoji od stripirajućeg dijela (donji dio kolone u koji se dodaje vodena para radi uklanjanja lako vrijućih komponeneta) i rektificirajućeg dijela koji se nalazi iznad mjesta ulaza nafte u kolonu. U rektificirajućem dijelu odvija se frakcionacija. Radi povećanja oštrine frakcionacije, osim refluksom, u rektificirajućem dijelu nalaze se i dva cirkulacijska refluksa s ulogom stabiliziranja rada kolone.

Atmosferskom destilacijom dobivaju se sljedeće frakcije:

- Vršna frakcija (plinovi, benzin)
- Teški benzin
- Petrolej
- Lako plinsko ulje

- Teško plinsko ulje

- Atmosferski ostatak (vakuum destilacija)

Varijable regulacije procesa:

- Tlak u koloni

- Temperatura sirovine na izlazu iz peći

- Temperatura vrha kolone

- Temperature i količine međurefluksa (gornjeg i donjeg)

- Temperature na pliticama s kojih se uzimaju bočni rezovi
  i količina dodane pare za stripiranje

- Količina dodane pare u dno atmosferske kolone

3.3.1. Regulacija tlaka u koloni

Tlak je važna varijabla procesa koja određuje radnu temperaturu, kao i raspodjelu pare i kapljevine duž destilacijske kolone. Pri višim tlakovima gubici plina su manji, a kapacitet prerade se povećava. No pri nižim vrijednostima tlaka djelotvornost je veća zbog veće relativne hlapivosti.

U slučaju atmosferske destilacijske kolone tlak na vrhu kolone regulira se tlakom vrha apsorpcijske kolone te se održava na vrijednosti od 0,9 bar do 1,2 bar. (*Prilog 3.*)

Gornji produkt atmosferske kolone prolazi kroz niz izmjenjivača topline, kondenzira se i odlazi u sabirnu posudu. Nekondenzirani plinovi iz sabirne posude vode se na daljnju obradu u apsorpcijsku kolonu. Tlak na vrhu apsorpcijske kolone održava se na tlaku od 1 bar. U slučaju pada tlaka ispod 0,9 bara na ulazni vod u apsorpcijsku kolonu putem regulacijskog ventila tlaka (PIC-6103) uvodi se lož plin, kojim se tlači sustav i tlak raste. Dok u slučaju porasta tlaka iznad vrijednosti 1,2 bar višak vršnog produkta (Naftni tekući plin) se otpušta putem regulacijskog ventila (PIC-6102) na baklju čime se i tlak smanjuje.

Također na tlak u primarnoj destilacijskoj koloni utječe i regulator tlaka na vodu suhog Naftnog plina u peć (*Prilog 4.*). Gore navedeni slučajevi otpuštanja NT plina su u slučaju

poremećaja u sustavu, no normalni tok plina jest put u sabirnu posudu (u kojoj se razdvajaju suhi od mokrog plina) te zatim vod u peć. Pošto plin mora ulaziti u peć pod određenim tlakom, ta se regulacija vrši putem regulacijskog ventila (PIC-61350) održavajući vrijednost na 1,1 bar. U slučaju poremećaja otvara se sigurnosni elektromagnetski ventil koji otpušta višak plina ponovno na baklju. [6]

3.3.2. Regulacija temperature na izlazu iz peći

Temperatura sirovine na izlazu iz peći ima direktan utjecaj na količinu isparene sirovine u zoni isparavanja. Temperaturu sirovine na izlazu iz peći bitno je održavati u granicama predviđenim projektom da bi se dobili produkte tražene kvalitete. Za lakše sirovine (Azeri i domaća nafta) ova temperatura treba biti između 360 °C i 365°C, a za teže sirovine (REB) između 365°C i 370°C. Posljedica previsoke temperature je krekiranje sirovine i taloženje koksa unutar cijevi peći što dovodi do lokalnog pregrijavanja i kraćeg radnog vijeka cijevi. Promjena temperature na izlazu iz peći utječe na promjenu ravnoteže u koloni tj. na temperaturni profil duž kolone, stoga je dobro vođenje od izuzentne važnosti.

Reguliranje izlazne temperature provodi se unaprijednom i kaskadnom regulacijom, odnosno predviđanjem utjecaja poremećaja na sustav i njihova prevencija. Neki od mogućih poremećaja koji se javljaju u procesu zagrijavanja jesu promjena temperature i protoka sirovine na ulazu u peć, promjena protoka, tlaka i temeperature goriva i zraka.

Temperatura i protok na ulazu sirovine u peć se prate odgovaraćujim indikatorima i svaki poremećaj se bilježi i automatski (unaprijedni regulator) kompenzira promjenom protoka goriva u omjeru s protokom zraka na dovodu u peć.

Za zagrijavanje sirovine u peć dovode se određene količina goriva (LU i LP) i zraka, u omjeru 1:12. Analizatorom sadržaja kisika u dimnim plinovima prate se poremećaji navedenog omjera i automatski se kompenziraju.

Osim protoka veoma bitno je pratiti tlakove goriva i zraka (ako dođe do promjene tlaka za istu otvorenost ventila neće biti jednak protok). Svaki od energenta mora se dovoditi pod određenim tlakom (LP oko 0,9 bar, LU oko 4,2 bar). Pojavu poremećaja potrebno je kompenzirati promjenom otvorenosti regulacijskog ventila. (*Prilog 1.*) [8]

3.3.3. Regulacija temperature vrha kolone

Temperatura vrha kolone određuje kraj destilacije vršnog produkta. Što je temperatura vrha viša, to će vršni produkt sadržavati veću količinu teže hlapivih komponenti. Temperatura vrha (oko 145°C) regulira se regulacijom protoka određene količine oštrog hladnog refluksa iz akumulatora refluksa (sabirna posuda) (D-6101 na sekciji 6100) (*Prilog 4.*). Na izlaznom vodu iz sabirne posude nalaze se regulacijski ventili za regulaciju protoka destilata i refluksa. Regulacijski ventil protoka (FIC-6116) i regulacijski ventil temperature (TIC-6104) na izlaznom vodu s vrha kolone rade po principu kaskade.

U slučaju poremećaja temperature vrha kolone (čime se mijenja sastav destilata, a time i javljaju poremećaji u daljim procesnim jedinicama) regulator temperature šalje signal regulatoru protoka. Sam regulator odnosno operator mijenja otvorenost ventila (obzirom na veličinu poremećaja) time i protok refluksa što će utjecat na povećano hlađenje ili zagrijavanje i povratak tempretaure u okolinu radne točke.

- *Upravljanje kvalitetom produkta vrha kolone*

Želimo li dobiti vršni produkt s višim krajem destilacije treba povisiti temperaturu vrha kolone. Posljedica više temperature je veći sadržaj težih ugljikovodika višeg vrelišta u vršnom produktu. Želimo li vršni produkt s nižim krajem destilacije, smanjiti ćemo temperaturu vrha kolone i sadržaj težih ugljikovodika u produktu vrha bit će manji.

Regulacija kraja destilacije produkata vrha kolone ima ograničenje. Temperatura vrha kolone mora biti toliko visoka da onemogući kondenzaciju vodene pare na vrhu kolone i da se osigura prisutnost onih ugljikovodika u vršnom produktu koji su nužni.

Početak destilacije (75 °C) produkata vrha kolone ovisi o sadržaju i vrsti lako hlapivih komponenata u nafti i djelomično o tlaku u vršnom akumulatoru. [6]

3.3.4. Regulacija temperature i količine (gornjeg i donjeg) međurefluksa

Višak topline koji se u kolonu unosi isključivo sirovinom potreban je u svrhu ostvarenja određenog stupnja rektifikacije jer viši stupanj rektifikacije zahtjeva veći refluks i obratno. Oduzimanje topline odvija se pomoću tri refluksa: vršnim i dvama bočnim cirkulacijskim refluksima.

Količinom i temperaturom bočnih refluksa dodatno se određuje opća ravnoteža kolone. U svrhu postizanja čim većih preradbenih kapaciteta kolone i što veće rekuperacije topline

tokom predgrijavanja sirovine poželjna je što veća količina bočnog refluksa. Sva toplina između dviju bočnih frakcija ne smije se oduzeti bočnim refluksom jer bi se time unutarnji refluks toliko smanjio da bi rektifikacija, uz postojeći broj tavana između dviju bočnih frakcija bila slabija.

- *Temperatura donjeg međurefluksa*

Jedna od bočnih frakcija je i teško plinsko ulje (TPU) koji se izvlači iznad i ispod punila 2 putem regulacije razine (regulacijski ventil razine LIC-6105) u bočnoj striper koloni. Nakon što se dovede određena količina pare iznad frakcije i uklone zaostale lakše komponente, TPU (do 5% mas. u odnosu na sirovinu) šalje se na FCC prostrojenje ili u spremnik sirovine (regulacijom protoka, FIC). Ostatak se hladi zagrijavajući triju tokova: sirovinu prije ulaza u peć, petrolej i teški benzin te se vraća iznad punila 2 i 3. (*Prilog 9.*)

Osnovna uloga donjeg međurefluksa jest da osigura dovoljnu količinu kapljevine za ispiranje punila, sprečavanje njihova presušivanja, nastajanje i taloženje koksa i začepljenje punila. Ujedno mu je uloga i sprečavanja prolaska zaostalih para težih frakcija prema višim dijelovima kolone jer u protivnome može doći do poremećaja drugih vođenih varijabli i u konačnici do utjecaja na kvalitetu viših frakcija (LPU, promjena boje).

Kako ne bi došlo do navedenih poremećaja bitno je dobro regulirati i temperaturu i količinu međurefluksa. Količinu refluksa a time posredno i temperaturu reguliraju regulacijski ventili protoka (FIC) održavajući protok na zadanoj vrijednosti. [6]

- *Temperatura gornjeg međurefluksa*

Osnovna uloga gornjeg međurefluksa jest da hladi gornji dio kolone. Oduzimanjem topline potpomaže se kondezacija para, na taj način povećava se dotok kapljevine na gornje plitice što smanjuje potrebu za vršnim refluksom. Iako se smanjem vršnog refluksa povećava prinos visoko vrijednog proizvoda (primarni benzin), smanjuje se kvaliteta frakcionacije.

Kapljevina se izvlači iz kolone s plitice 23 na temperaturi oko 240 °C i dijeli u tri toka (*Prilog 6.*). Prvi tok ne izmjenjuje toplinu s drugim medijima te se nalazi na temperaturi oko 205 °C. Druga dva toka reguliraju se putem troputog regulacijskog ventila (TIC-6106) koji radi s raspodijeljenim područjem. Pošto se izvlači, a u konačnici i vraća u kolonu, izuzetno velika količna kapljevine (205 t/h), dio kapljevine se propušta tako da ona izmjenjuje toplinu

sa sirovom naftom prije ulaza u peć, a drugi dio izmjenjuje toplinu s benzinom prije ulaza u stabilizator.

Regulacija se ne odvija na način da se sirova nafta ili benzin zagriju na određenu temperaturu, već regulacijski ventil (TIC-6106) zadaje radnu točku temperature do koje se ovaj tok mora ohladiti.

U konačnici se prva toplija struja i druge dvije hladne struje miješaju i uvode ponovno u kolonu na pliticu 27. Regulacija protoka ukupne mase provodi regulacijski ventil protoka (FIC-6130) održavajući vrijednost protoka na radnoj točki, dok se temperatura na povratnom vodu u kolonu regulira regulacijskim ventilom temperature (TIC-6103) koji se nalazi na vodu prve neohlađene struje. U slučaju poremećaja (previsoke ili preniske) temperature na povratu kapljevine u kolonu ventil propisno otvara ili zatvara protok toplije kapljevine (uzimajući u obzir vrijednost temperature ohlađene struje i ukupnoga protoka) te vraća temperaturu u okolinu radne točke. [6]

3.3.5. Regulacija temperature na pliticama s kojih se uzimaju bočni rezovi i količine dodane pare za stripiranje

Temperature na pliticama u direktnoj je vezi sa temperaturom vrenja bočnih frakcija. Reguliraju se količinama koje se odvode s pojedinih tavana. Što je količina oduzimanja veća to je temperatura na odgovarajućem tavanu veća. Istovremeno, zbog smanjenja unutrašnjeg refluksa porast će i temperatura na donjem tavanu. Ukoliko se žele zadržati iste karakteristike donjeg produkta potrebno je smanjiti njegvo odvođenje za istu količinu za koju je povećano odvođenjelakšeg gornjeg produkta.

- *Regulacija kvalitete bočnih produkata*

Iz atmosferske kolone u pravilu izlaze četiri bočne frakcije za koje je važna regulacija početka i kraja destilacije. Na početak destilacije djeluje se količinom dodane pare za stripiranje (pregrijana vodena para na tlaku 4 bar), dok se na kraj destilacije djeluje količinom kapljevine koja se izvlači iz kolone.

Para za stripiranje dodaje se u striper bočnih produkata. Veća količina pare za stripiranje povlači za sobom više lako hlapivih ugljikovodika karakterističnih za početak destilacije te se oni vraćaju sa parom natrag u kolonu, a frakcije će imati viši početak destilacije. Manja količina pare uvjetuje sniženje početka destilacije jer je frakcija bogatija na lakše hlapivim

komponentama. Povećanje količine pare povisit će vrelište za određenu vrijednost, ali samo do nekog stupnja. Daljnje dovođenje pare ne bi više imalo utjecaja te bi stvaralo dodatne probleme (opterećenje vrha kolone, vršnih kondenzatora E-6107, veća količina kondenzata, teža regulacija temperature u akumulatoru D-6101). Povećanje početka destilacije bez povećanja kraja destilacije postići će se tako da se smanji izvlačenje te frakcije i poveća izvlačenje gornje frakcije za isti iznos.

Za namještanje kraja destilacije provodi se promjenom količine izdvojene kapljevine. Ako se s destilacijske plitice izvlači veća količina frakcije, u džepu za izvlačenje produkata bit će niža razina tekućine. Prijelaz topline prema gore bit će veći i brži, odnosno rast će temperatura u koloni. To znači da će u gornji dio kolone dolaziti veća količina težih ugljikovodika koji otežavaju i povisuju kraj destilacije frakcije. Da se poveća kraj destilacije bočne frakcije bez povećanja početka destilacije, potrebno je povećati njeno izvlačenje, a smanjiti oduzimanje donje frakcije za istu količinu.

Bočne frakcije koje se uzimaju s pojedinih tavana u koloni jesu:

- Teški benzin (149-175 °C)
- Petrolej (175-225 °C)
- Lako plinsko ulje (225-300 °C)
- Teško plinsko ulje (300-370 °C)

- *Teški benzin (TB)*

Teški benzin prva je bočna frakcija atmosferske kolone koja se izvlači s 37. plitice u manju striper kolonu (*Prilog 5.*). Količina izvlačenja regulira se regulacijskim ventilom razine (LIC-6102) koji uz to ima ulogu održavanja stabilne razine u striper koloni (T-6102A). Iznad kapljevine se dodaje para za stripiranje/ pregrijana para (regulacija početka destilacije). Vodena para snižava parcijalni tlak para ugljikovodika, a time i zaostale lakše komponente isparavaju i vraćaju se atmosfersku kolonu na 40. pliticu. Ostatak kapljevine se dodatno zagrijava i vraća natrag u striper kolonu čime isparavaju zaostale lakše komponente. Zagrijavanje se provodi izmjenom topline s donjim međurefluksom regulacijom protoka međurefluksa regulacijskim ventilom (FIC-6119). Kraj destilacije određuje količina koja se izvlači iz kolone putem regulacijskog ventila razine (LIC-6102), a ta količina zadaje se na regulacijskom ventilu protoka za odvod produkta (FIC-6122). Kada se postigne stabilno

stanje, količina koja se putem LIC-6102 uvodi u striper ista je kao i količina teškog benzina na FIC-6122. Zapravo je malo veća za količinu koja se iz stripera vraća u kolonu. U slučaju da se promijeni radna točka LIC-6102, količina izvlačenja bit će različita od FIC-6122 sve dok se ne postigne ustaljeno stanje.

- *Petrolej (P)*

Druga po redu bočna frakcija jest petrolej (*Prilog 7.*). Izvlači se s 31. i 29. plitice iz atmosferske kolone i uvodi u striper kolonu (T-6102B). Izvlačenja se provodi preko regulacijskog ventila razine (LIC-6103). Smanjenjem količine izvlačenja (u odnosu na TB) utječemo na to da se temperatura vrenja svakog slijedećeg produkta ne mijenja. Dodaje se pregrijana para i provodi zagrijavanje (regulacijski ventil protoka donjeg međurefluksa (FIC-6118)) i vraćanje ostatka kapljevine u svrhu isparavanja zaostalih lakih komponenti. Kraj destilacije petroleja određuje se količina izvlačenja kapljevine iz džepa kolone preko LIC-6103, a ta količina se zadaje na regulacijskom ventilu protoka produkta FIC-6101.

- *Lako plinsko ulje (LPU)*

Slijedeća u nizu frakcija je lako plinsko ulje (LPU) (*Prilog 8.*). Izvlači se na 18., 16. i 14. plitici, a količina se regulira regulacijskim ventilom razine (LIC-6104) tako da razina bude stabilna. Nadalje se kao i kod prethodnih frakcija dodaje pregrijana para, lakše komponente isparavaju i vraćaju se u kolonu na 21. pliticu. Dodatno zagrijavanje, kako bi se istjerale lakše komponente, neće se provoditi. Pošto je LPU puno teža frakcija od gore navedenih (TB, P) dovođenje pare imat će efekta samo do određene granice.

Kraj destilacije LPU određuje količina izvlačenja kapljevine iz džepa kolone preko LIC-6104, a ta količina se zadaje kao radna točka regulatora protoka produkta FIC-6102. [6]

- *Teško plinsko ulje (TPU)*

Sistem regulacije opisan kroz regulaciju temperature donjeg međurefluksa (str. 33). (*Prilog 9.*) [6]

3.3.6. Regulacija količine dodane pare u dno atmosferske kolone

Uvođenjem pregrijane vodene pare u dno kolone iz kapljevite faze sirovine u zoni isparavanja uklanjaju se lakše hlapive komponente, a pored toga se iz stripirajuće sekcije kolone uklanja inertni refluks nad zonom isparavanja (*Prilog 10.*). Pregrijana para povećava temperaturu u zoni isparavanja i smanjuje utrošak topline u peći. Količine pare određene su projektom za svako mjesto trošenja i ne smiju se prekoračiti jer bi moglo doći do kondenzacije vodene pare na vrhu kolone, a osim toga i do preopterećenja vršnog kondenzatora tj. akumulatora refluksa ukoliko se radi s maksimalnim kapacitetom. [6]

3.4.Sekcija stabilizacije

Ova sekcija služi za odavanje ukapljenog naftnog plina (smjesa propana i butana) iz vršne frakcije u apsorpcijsoj koloni. Apsorpcija se primjenjuje za izdvajanje kondenzirajućih para iz "mokrih" plinova kao i za izdvajanje otopljenih plinova iz primarnog benzina.

Iz smjese para, komponente s nižim tlakom para i nižim vrelištem imaju veću tendenciju otapanja u kapljevini. S obzirom na to, teže komponente se mogu separirati iz smjese plinova i koncentrirati kao "apsorbent" otopljen u kapljevini. Apsorcija se povećava s upotrebom veće količine tekuće faze uz povišeni tlak i kod niže temperature.

Apsorpcija se provodi u protustrujnoj koloni s tavanima gdje se pare uzdižu prema vrhu kolone, a tekuća faza se uvodi na vrhu i kreće se prema dolje tuširajući plinove. Na taj način dolazi do hlađenja plinova i apsorcije težih komponenti plina u kapljevini, dok se istovremeno lakše komponente iz kapljevine odvajaju i odlaze zajedno s ostalim plinovima prema vrhu kolone. Uloga apsorpcije je, kao i kod ostalih frakcionacija, povećanje čistoće željenih produkata.

Nakon apsorpcije jedan dio NT se kondenzira u zračnim hladnjacima te se šalje kao refluks na vrh kolone stabilizatora, a preostali dio se šalje na doradu na postrojenje *Merox*. Proizvod s dna stabilizatora (C_5 -180 °C) odlazi na sekciju razdvajanja benzina (spliter). (*Prilog 11.*) [6]

3.5.Sekcija razdvajanja benzina (spliter)

Ova sekcija služi za razdvajanje proizvoda vrha kolone. laganog benzina (C_5 -80 °C) od frakcije (C_5 -180 °C) proizvoda dna kolone, koji služi kao sirovina za postrojenje *Unifining*-aa i *Platforming*-a u smjesi s teškim benzinom. (*Prilog 11.*) [6]

4. Zaključak

Destilacijski proces u kemijskoj industriji često predstavlja primarni proces obrade sirovine. U načelu destilacija može biti kontinuirana ili šaržna. Također se destilacijski procesi mogu podijeliti s obzirom na radni tlak, kao što su atmosferska i vakuumska destilacija. U ovom radu detaljno je prikazan proces atmosferske destilacije u Rafineriji nafte Sisak.

Za analizu rada, vođenje i optimiranje procesa atmosferske destilacije potrebno je dobro poznavanja samog procesa koji predstavlja toplinski separacijski proces, kao i temeljne postavke ravnoteže parne i kapljevite faze sustava koji se analizira. Potom je potrebno definirati veličine koji mogu utjecati na proces i uzrokovati poremećaje. Nakon što su se utvrdili uzroci poremećaja u procesu pristupa se analizi i optimiranju sustava za vođenje. Da bi proces radio optimalno, što znači s visokom kvalitetom produkata i minimalnim utroškom energije potrebno ga je optimalno voditi.

Regulacijom ključnih procesnih varijabli, poput temperature pojenja, vršnog produkta, bočnih frakcija, tlaka, itd. osigurava se dobar rad kolone kako bi se ostvarile zadane specifikacije međuprodukta ili konačnog proizvoda.

Osim navedenog, činjenica je da je destilacija izuzetno energetski zahtjevan proces. Dobrom regulacijom i toplinskom integracijom procesa mogu se ostvariti značajne uštede.

U konačnici kada se sagleda proces u cjelini, uviđa se da se optimiranjem sustava za vođenje može utjecati na kvalitetu i cijenu proizvoda. Upravo ovaj primjer dobro ukazuje na potrebu za dobrom regulacijom što zahtjeva puno znanja i iskustva, a između ostalog stalna unaprjeđivanja i usavršavanja procesa kako bi se sustav održao u koraku sa svjetskim trendovima.

Popis oznaka

B	produkt dna
CC	kratica za regulaciju sastava
D	destilat
DC	regulator gustoće
DE	mjerilo gustoće
F	pojenje
FC	regulator protoka
FE	mjerilo protoka
FIC	regulator i indikator protoka
FT	transmiter protoka
L	refluks
LC	regulator razine
LE	mjerilo razine
LIC	regulator i indikator razine
LP	kratica za lož plin
LPU	kratica za lako plinsko ulje
LT	transmiter razine
LU	kratica za lož ulje
NT	kratica za ukapljeni naftni plin
p	tlak, Pa
P	kratica za petrolej
PB	kratica za primarni benzin
PC	regulator tlaka
PdC	regulator razlike tlaka
PIC	regulator i indikator tlaka
PV	upravljačka varijabla

R refluksni omjer

TB kratica za teški benzin

TC regulator temperature

TdC regulator razlike temperature

TE mjerilo temperature

TIC regulator i indikator temperature

TPU kratica za teško plinsko ulje

T_r temperatura rosišta, °C

TT transmiter temperature

T_v temperatura vrelišta, °C

V protok para

x udio lakše hlapive komponente u kapljevitoj fazi

xB udio lakše hlapive komponente u donjem produktu

xD udio lakše hlapive komponente u destilatu

y udio lakše hlapive komponente u parnoj fazi

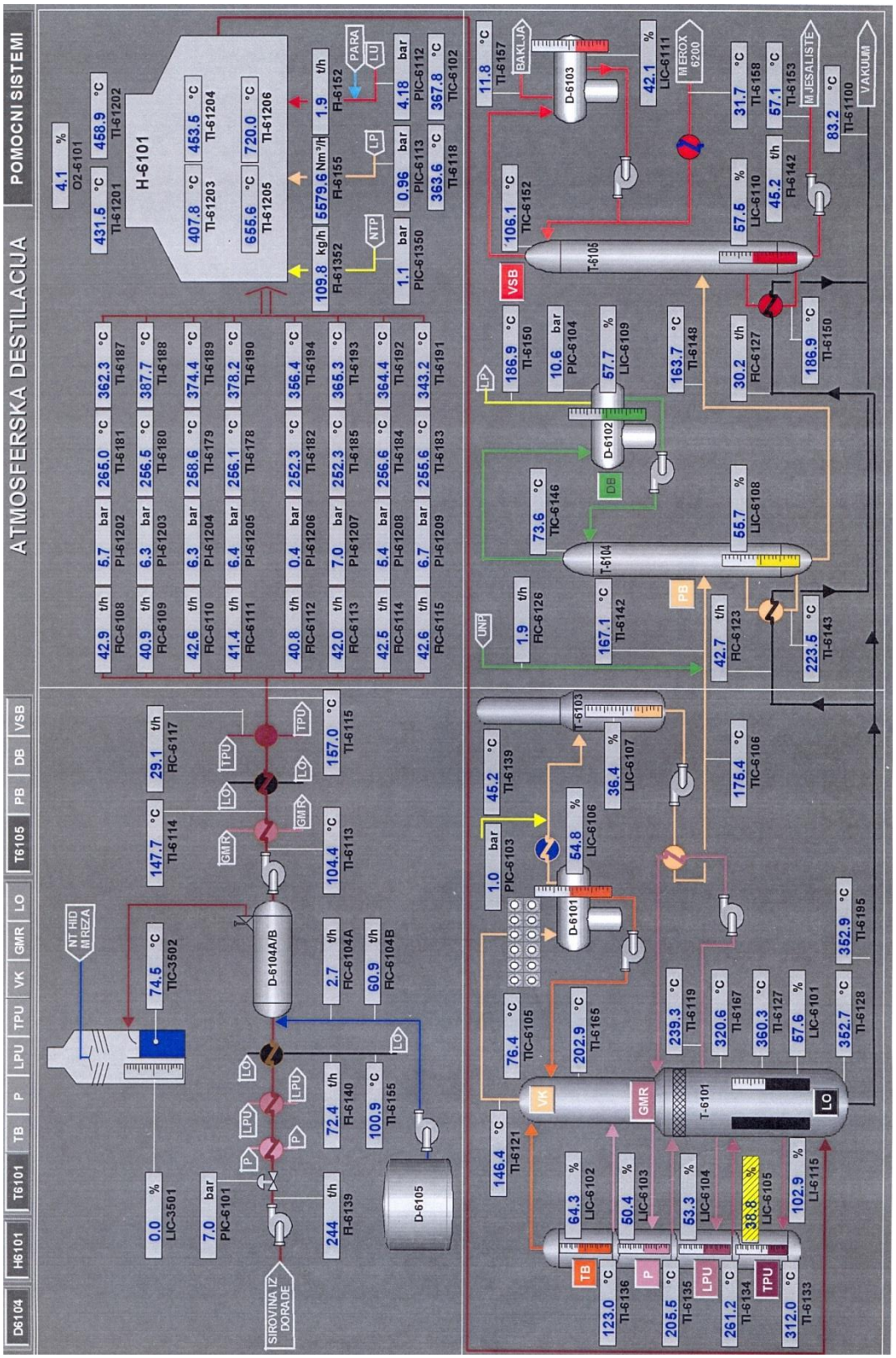
Literatura

1. E. Beer, Destilacija, HDKI/Kemija u industriji, Zagreb, 2006., str.669-710.
2. A.Sander, Jedinične operacije u ekoinženjerstvu I dio, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb, 2011., str. 153-160
3. C. L. Smith, Distillation control: an engineering perspective, A Jonh Wiley & Sons Publication, Inc.,Hoboken, New Jersey, 2012
4. M. Rogošić, Kemijsko-inženjerska termodinamika, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb, siječanj 2013., str. 215-258
5. E. Cerić, Nafta, procesi i proizvodi, IBC, Sarajevo, 2012.
6. A. Vučković, Pripravnički rad, Rafinerija nafte Sisak
7. N. Bolf, Vođenje industrijske peći, Predavanje, Zavod za mjerenje i automatsko vođenje procesa, FKIT, 2015.

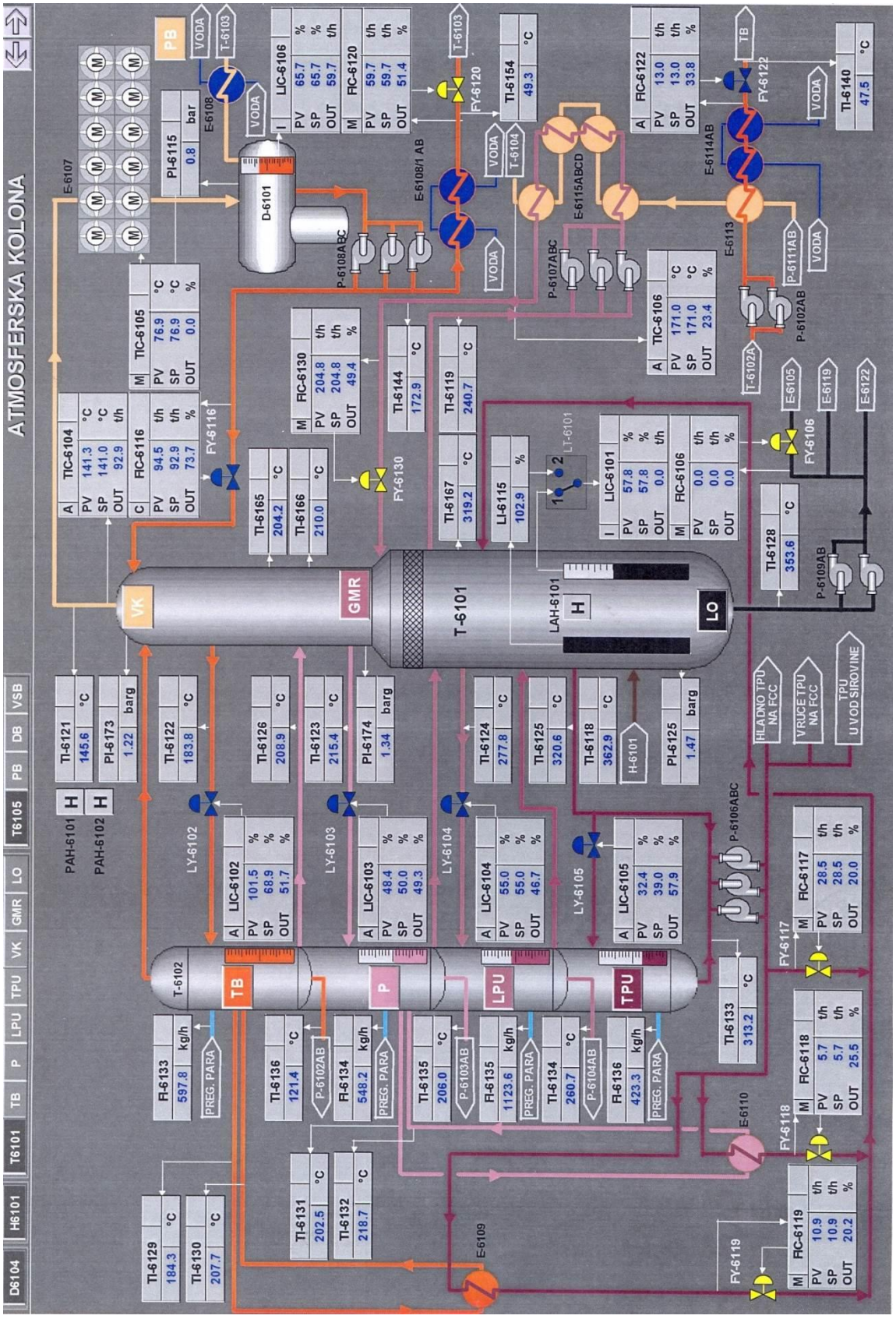
Prilozi

- Prilog 1- Prikaz prostrojenja atmosferske destilacije
- Prilog 2- Prikaz atmosferske kolone
- Prilog 3- Prikaz sistema primarnog benzina
- Prilog 4- Prikaz sistema vrha kolone
- Prilog 5- Prikaz sistema teškog benzina
- Prilog 6- Prikaz sistema gornjeg međurefluksa
- Prilog 7- Prikaz sistema petroleja
- Prilog 8- Prikaz sistema lakog plinskog ulja
- Prilog 9- Prikaz sistema teškog plinskog ulja i donjeg međurefluksa
- Prilog 10- Prikaz sistema lakog ostatka
- Prilog 11- Prikaz sekcije stabilizatora i splitera

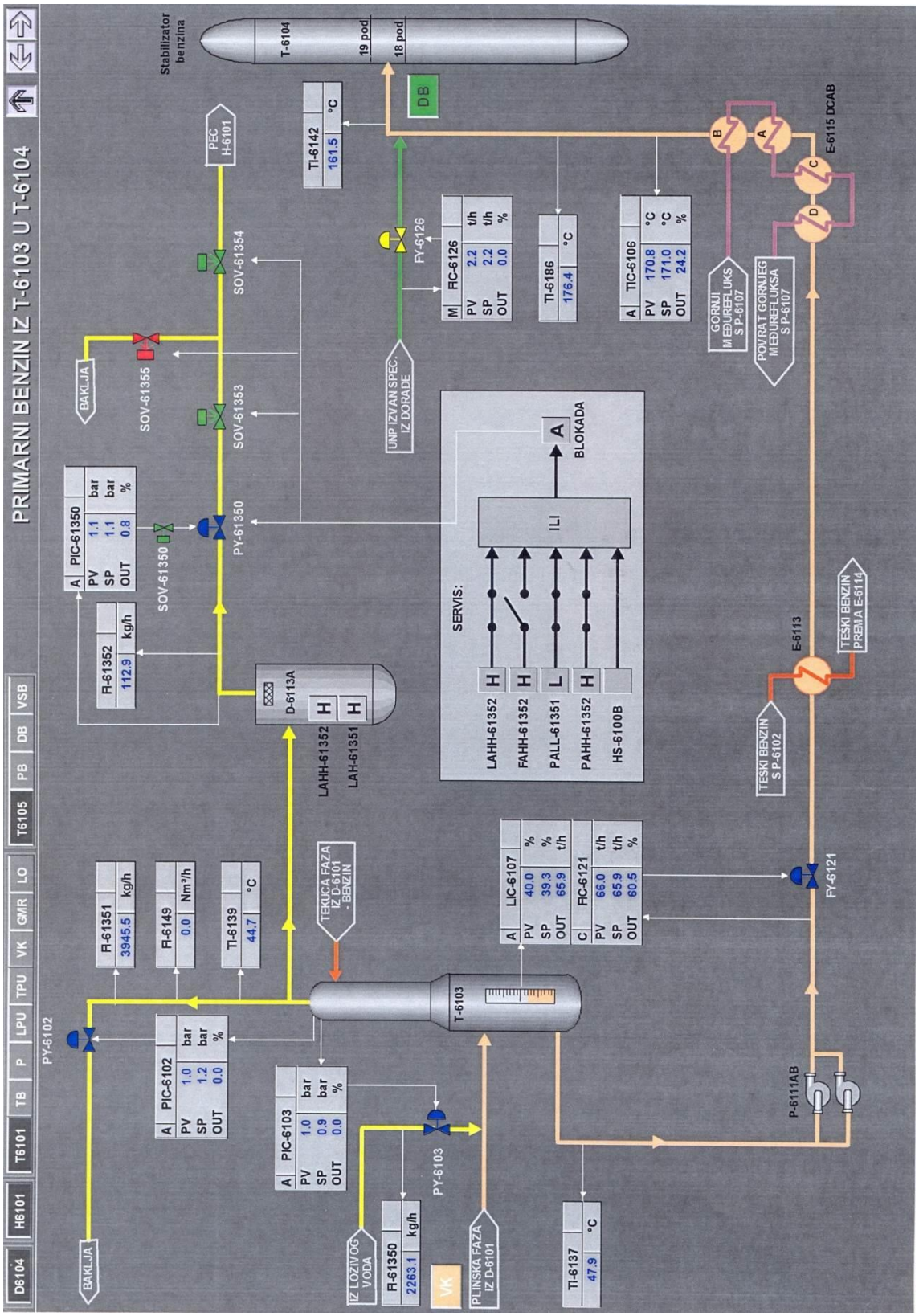
- Prilog 1- Prikaz postrojenja atmosferske destilacije



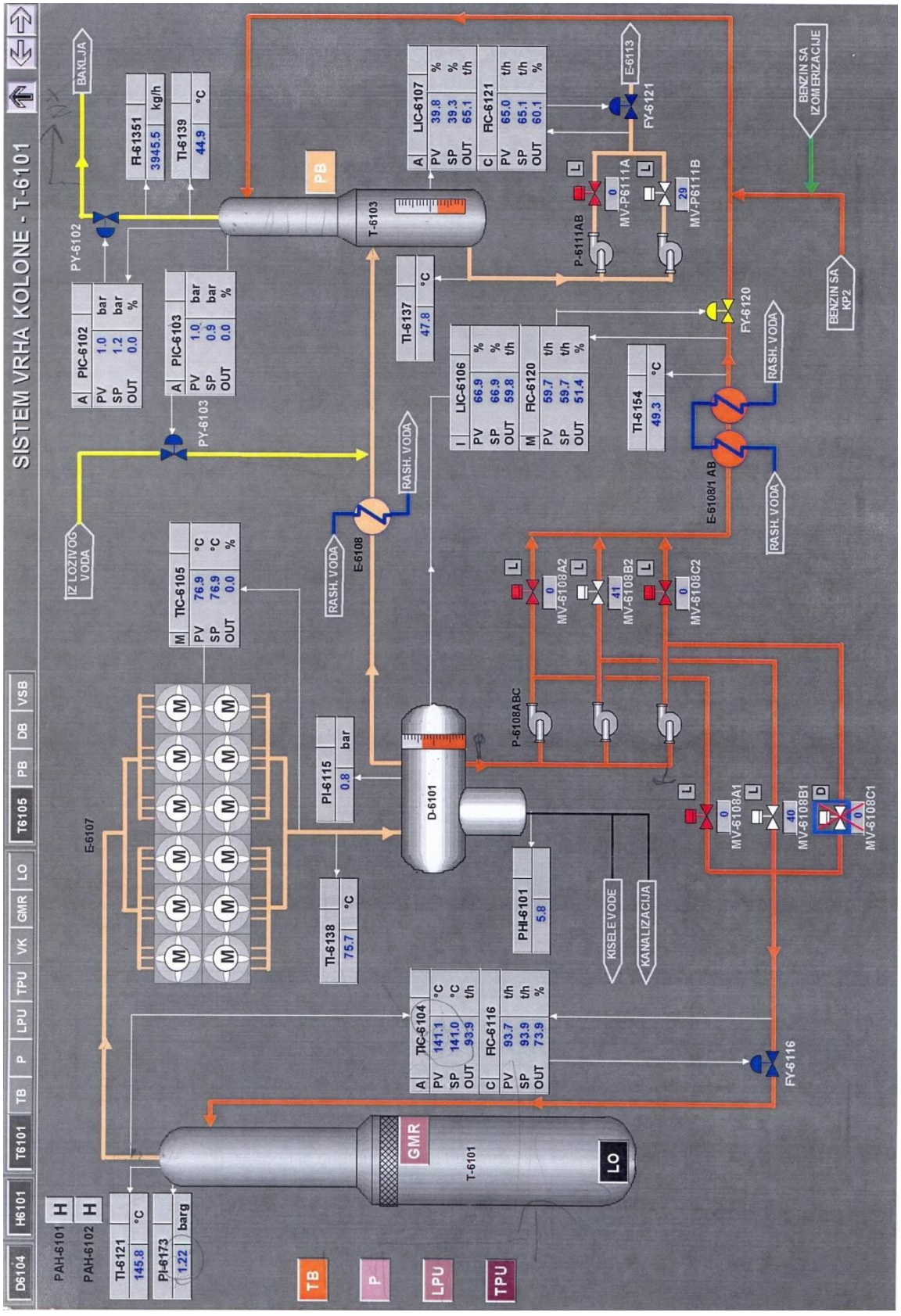
- Prilog 2- Prikaz atmosferske kolone



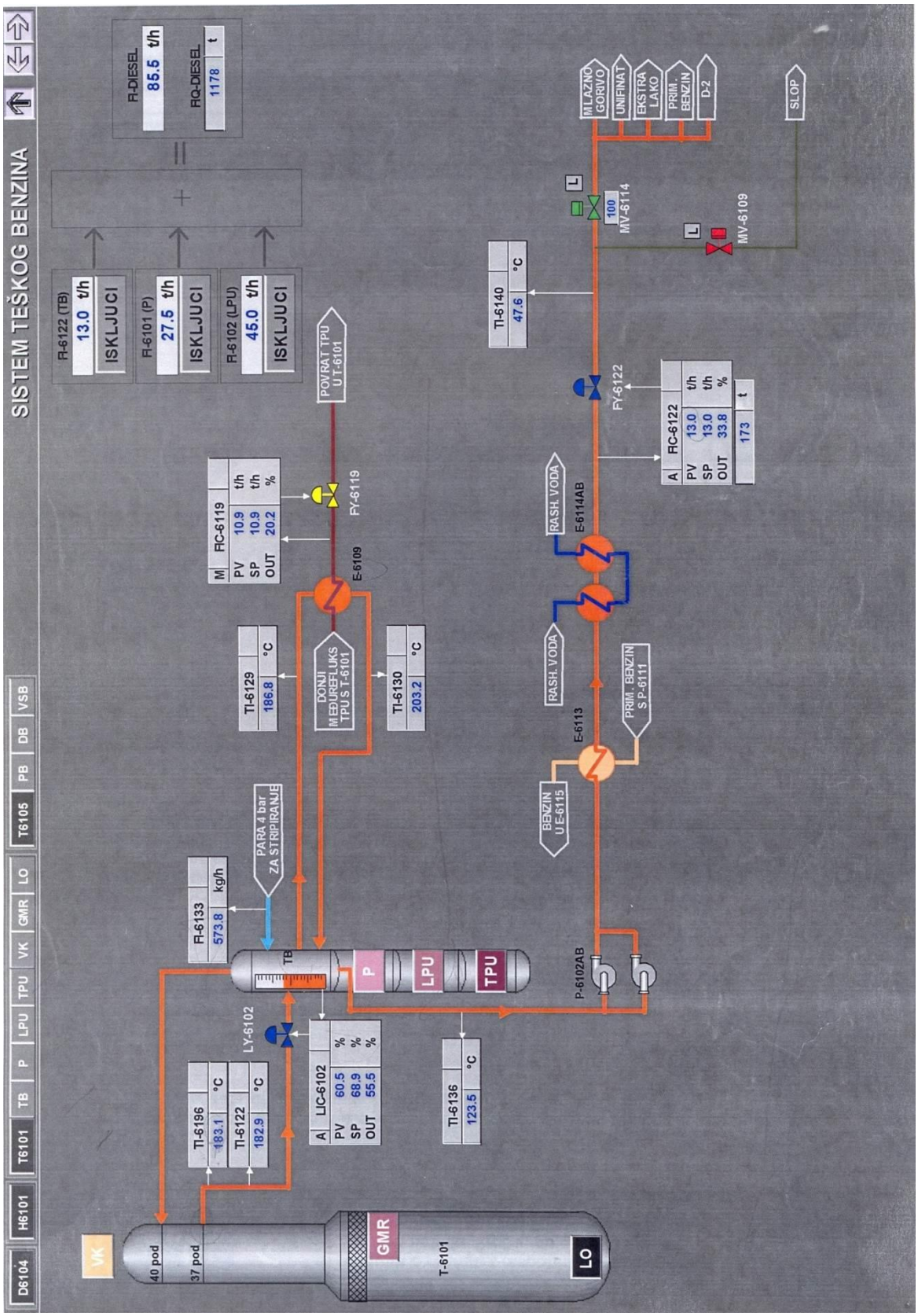
- Prilog 3- Prikaz sistema primarnog benzina



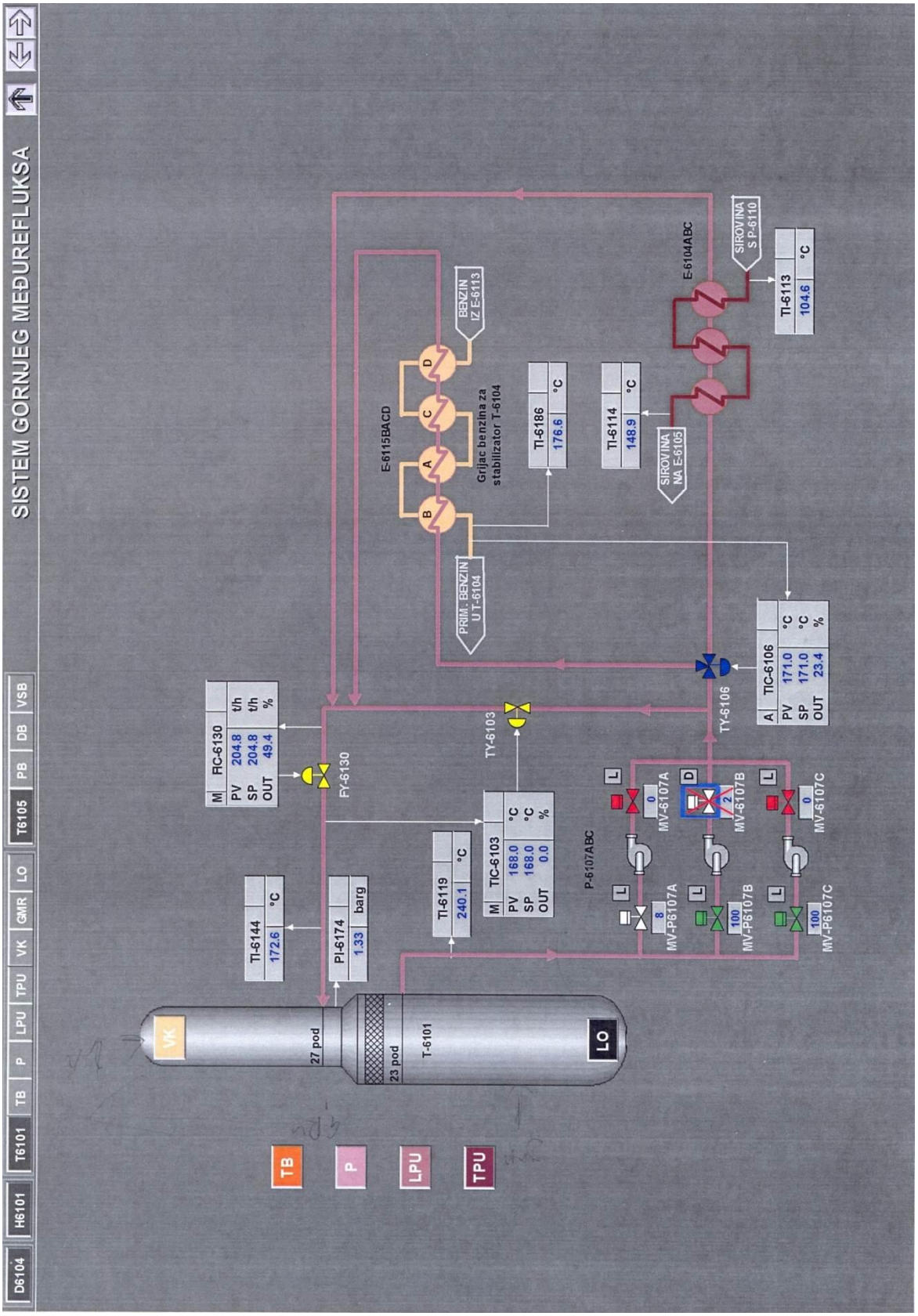
- Prilog 4- Prikaz sistema vrha kolone



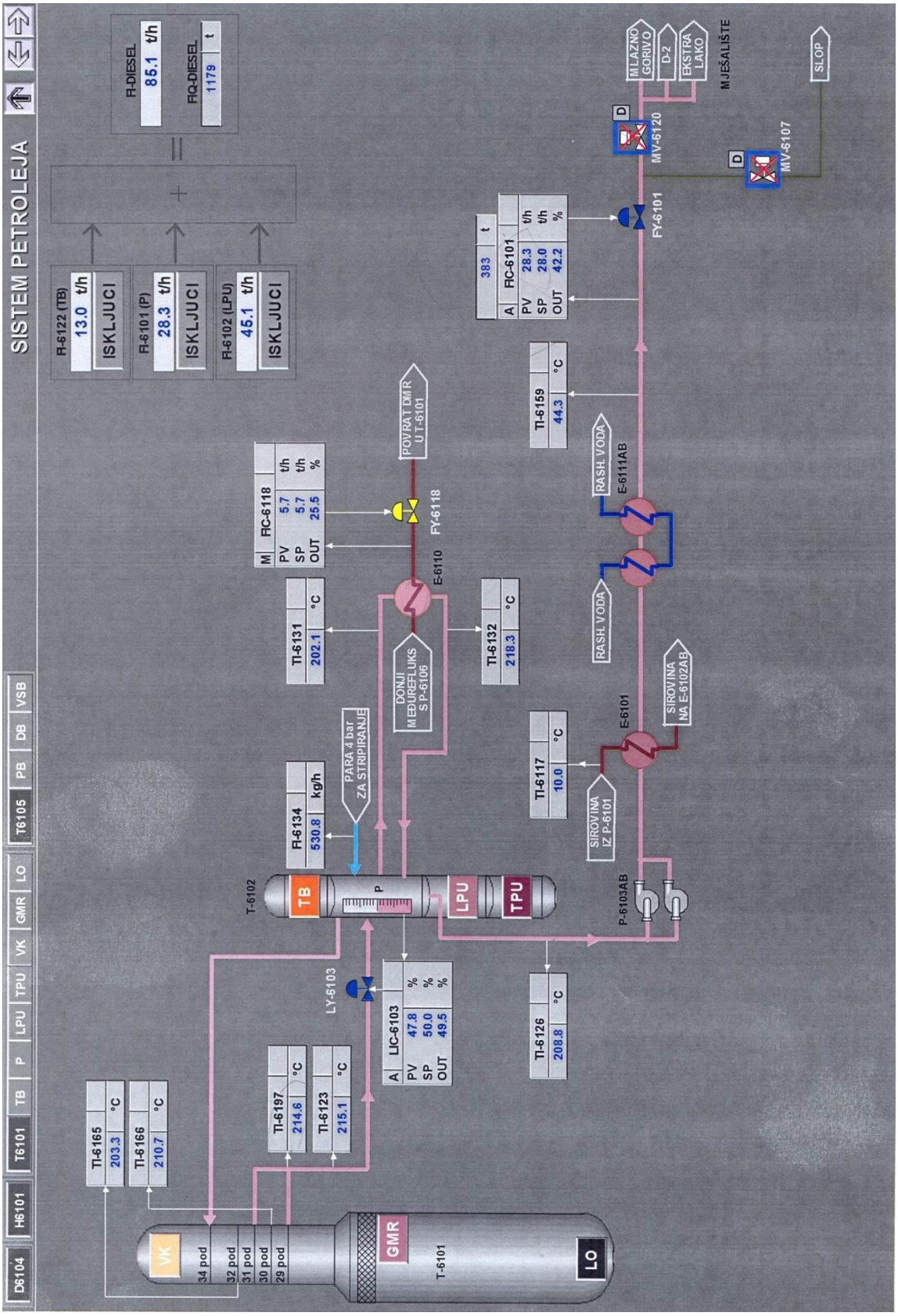
- Prilog 5- Prikaz sistema teškog benzina



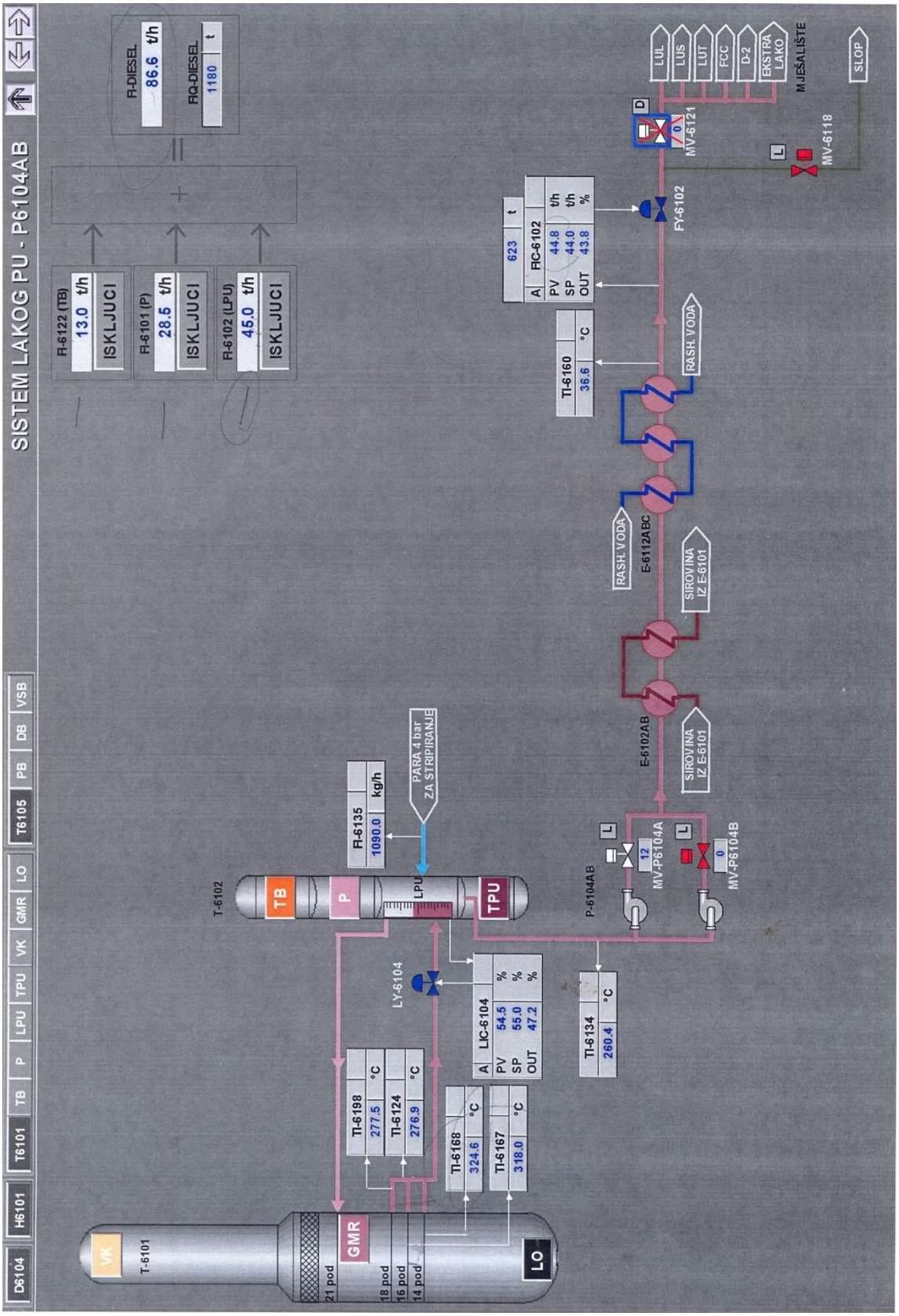
- Prilog 6- Prikaz sistema gornjeg međurefluksa



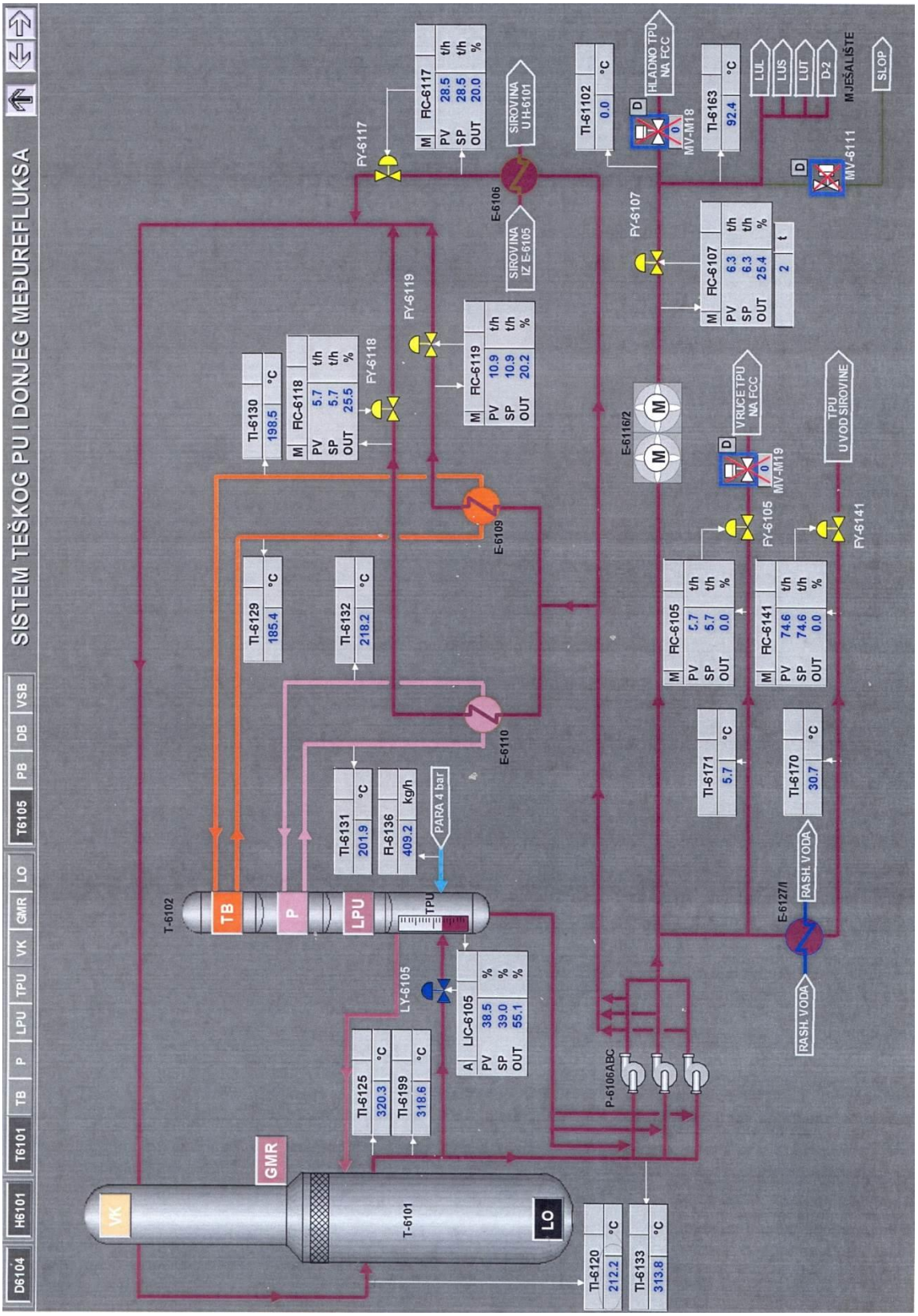
- Prilog 7- Prikaz sistema petroleja



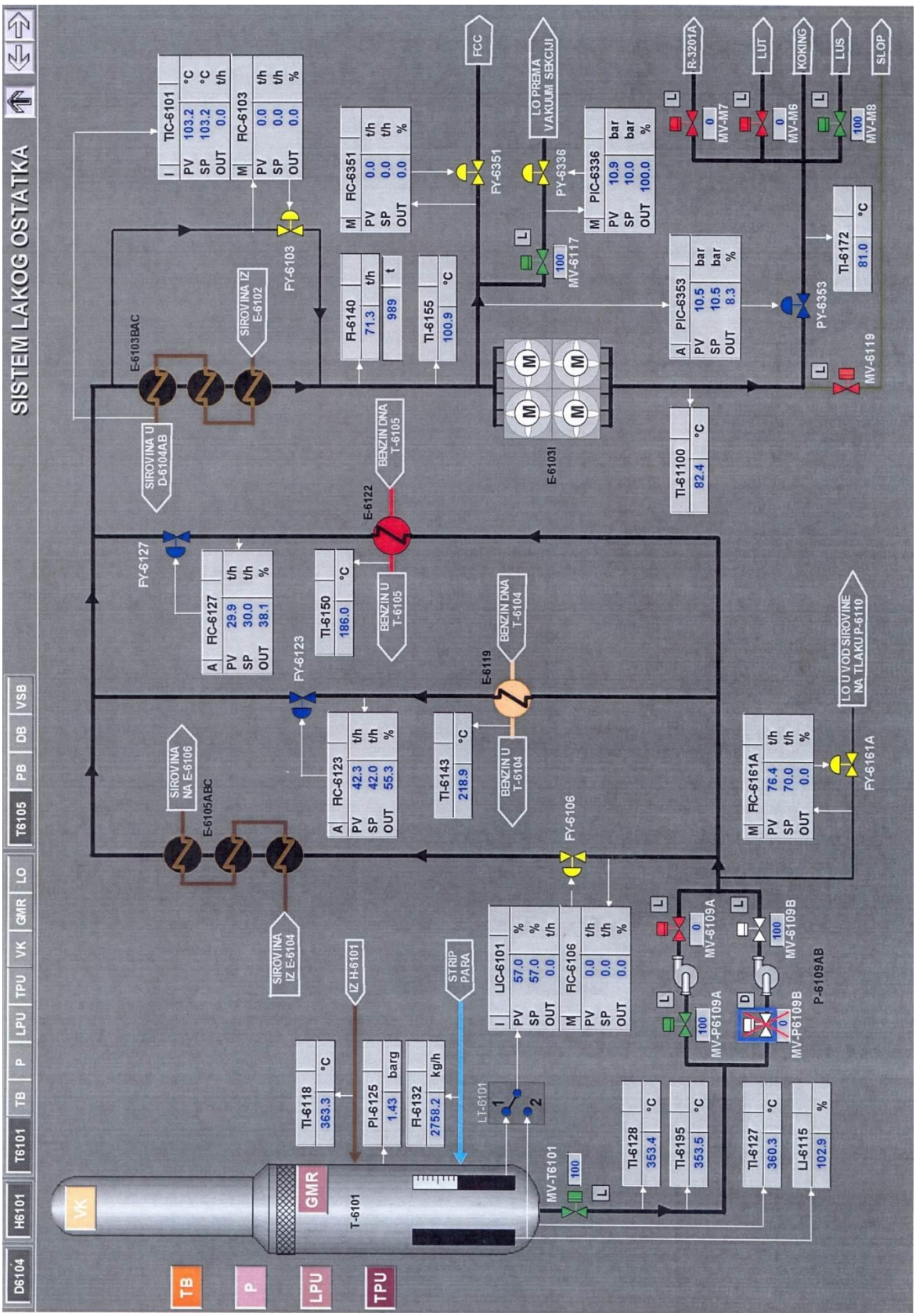
- Prilog 8- Prikaz sistema lakog plinskog ulja



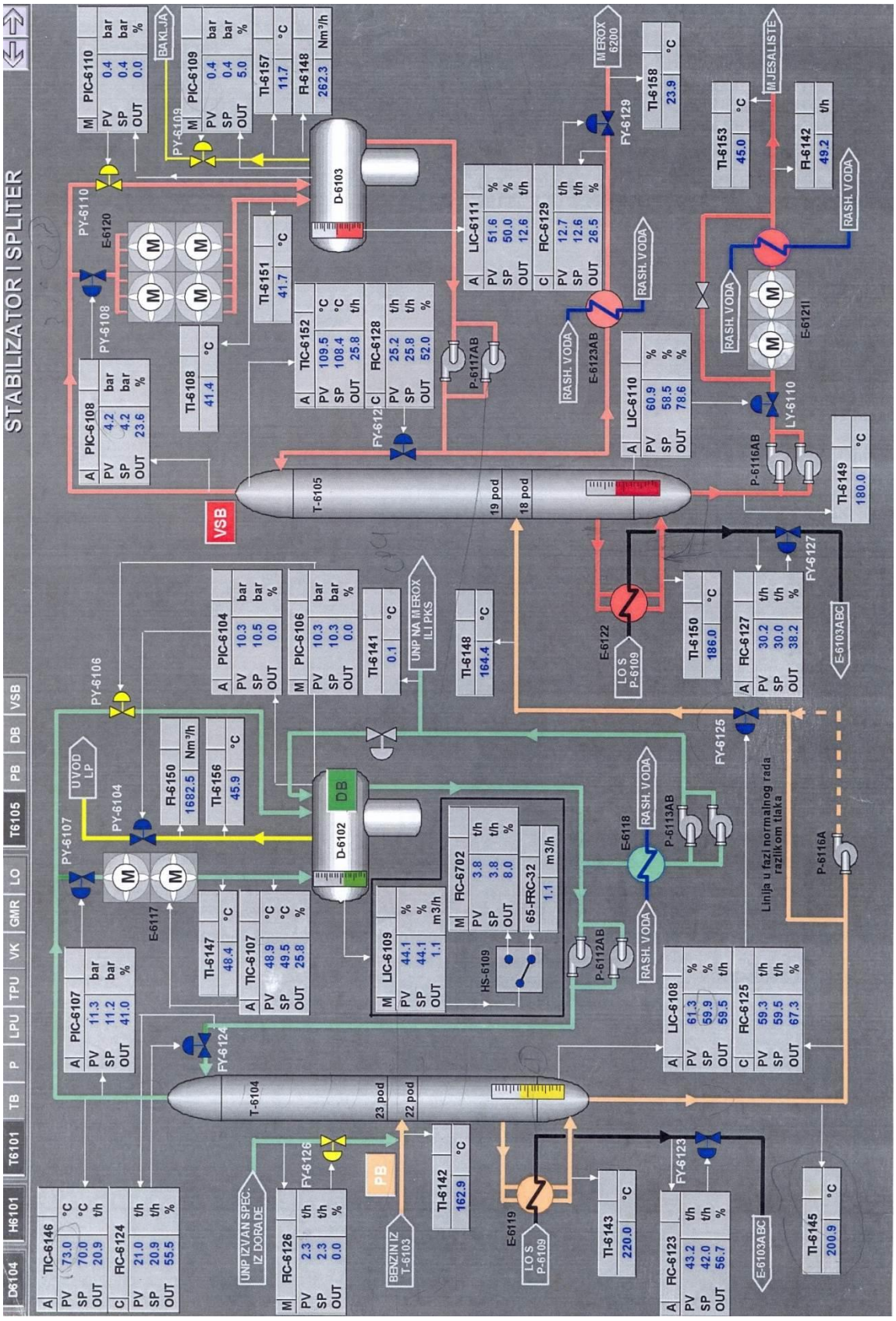
- Prilog 9- Prikaz sistema teškog plinskog ulja i donjeg međurefluks



- Prilog 10- Prikaz sistema lakog ostatka



- Prilog 11- Prikaz sekcije stabilizatora i splitera



Životopis

Rođena sam 27. siječnja 1994. godine u Rijeci. Od 2000. do 2008. pohađala sam osnovnu školu *Sveti Matej* na Viškovu. Srednjoškolsko obrazovanje nastavila sam u *Gimnaziji Andrije Mohorovičića* u Rijeci. Na *Sveučilištu u Zagrebu* 2012. Godine upisujem prediplomski studij *Kemijsko inženjerstvo* na *Fakultetu kemijskog inženjestva i tehnologije*.