УДК 62-791.2

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА ЭТАНОЛАМИНОВ КАК ОБЪЕКТА УПРАВЛЕНИЯ

Пенкин К.В., Сажин С.Г.

Дзержинский политехнический институт (филиал) ФГБОУ ВПО «Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева», Дзержинск, e-mail: avtomat@sinn.ru

В работе выполнен системный анализ процесса синтеза этаноламинов как объекта управления. Исследуемый технологический процесс реализован в реакторах непрерывного действия и представляет собой многомерный объект. Целевыми продуктами производства являются моноэтаноламины, диэтаноламиныны и триэтаноламины. Для изучения статических характеристик объекта управления использован метод пассивного контроля квазистатического узла синтеза. Установлено, что основными каналами управления составом реакционной смеси на выходе из узла синтеза являются подача окиси этилена, температура в верхней и нижней части реактора синтеза. Выполнены исследования корреляционных связей между параметрами многофактурного процесса синтеза этаноламинов. Качество регрессии было оценено, анализируя ошибки в определении коэффициентов регрессии и показателей адекватности модели. Получены регрессионные модели, которые пригодны для целей прогнозирования состава продукта синтеза для управления составом компонентов в зависимости от спроса на рынке.

Ключевые слова: этаноламин, синтез, корреляционный анализ, статика

IDENTIFICATION OF THE PROCESS OF ETHANOLAMINES SYNTHESIS AS THE OBJECT OF MANAGEMENT

Penkin K.V., Sazhin S.G.

Dzerzhinsky Polytechnic Institute, Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev, Dzerzhinsk, e-mail: avtomat@sinn.ru

In the paper made systematic analysis of the process synthesis of ethanolamine as a control object. The test process is implemented in the continuous reactor and represents a multidimensional object. The desired products produced are monoethanolamine, triethanolamine and dietanolaminyny. For the study of the static characteristics of the object management used the method passive control of quasi-static unit synthesis. Found that the main control channels of the composition reaction mixture at the outlet of the synthesis unit are the ethylene oxide feed, the temperature at the top and bottom of the synthesis reactor. The research of the correlation between parameters mnogofakturnogo the synthesis of ethanolamines. The quality of the regression was assessed by analyzing the errors in the regression coefficients and indicators of the adequacy of the model. Obtained by regression models, which are useful for predicting the composition of the synthesis product to control the composition of the components, depending on market demand. Regression models are obtained, it are suitable for the purposes of forecasting the product of synthesis and to control the composition of the components depending.

Keywords: ethanolamine, synthesis, correlation analysis, statics

В работе проводится идентификация процесса синтеза этаноламинов как объекта управления методом регрессионного анализа в условиях мультиколлинеарности статистической выборки [1, 2].

Исследуемый технологический процесс реализован в реакторах непрерывного действия и представляет собой многомерный объект с внутренним и внешним рециклами для проведения сложных последовательно-параллельных реакций.

Системный анализ процесса синтеза как объекта управления с большим числом одновременно и совокупно действующих факторов выполнен с помощью статистических методов.

Целевыми продуктами производства являются моноэтаноламин (МЭА), диэтаноламин (ДЭА) и триэтаноламин (ТЭА) – продукты взаимодействия окиси этилена с аммиаком. Это выходные параметры объекта управления:

– $У_1$ – доля МЭА в реакционной смеси на выходе из узла синтеза (%);

– $У_2$ – доля ДЭА (%) в реакционной смеси;

– Уз – доля ТЭА (%) в реакционной смеси.

В качестве входных, постоянно контролируемых в ходе процесса факторов, приняты следующие:

– X_1 – расход окиси этилена (ОЭ), (м /ч);

– X_2 – расход NH_3 ($м^3$/ч);

– X_3 – расход МЭА ($м^3$/ч);

– X_4 – подача пара в узел синтеза (м/ч);

– X_5 – температура в верхней части реактора синтеза (°С);

– X_6 – температура в нижней части реактора синтеза (°С);

– X_7 – температура в смесителе (°С);

– X_8 – давление в смесителе (кг/$см^2$).

Блок-схему объекта управления можно представить в виде (рис. 1)

Рис. 1. Принципиальная схема процесса синтеза этаноламинов

Если объединить целевые (выходные) переменные узла синтеза, вектор $Y(Y_1, Y_2, Y_3)$, входные параметры управления узла синтеза, вектор $U(X_1, X_2, X_3, X_4)$, параметры состояния реактора, вектор $X_P(X_5, X_6)$ и параметры состояния смесителя, вектор $X_C(X_7, X_8)$, то получится обобщённая схема управления (рис. 2).

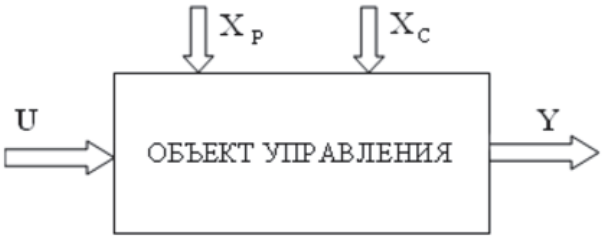

Рис. 2. Обобщённая принципиальная схема процесса синтеза этаноламинов

Для изучения статических характеристик объекта управления использовали метод пассивного контроля квазистатики узла синтеза. Исходная статистическая выборка включала 170 результатов наблюдений. В процессе сбора информации были исключены неполные данные и результаты ошибочных измерений, что позволяет считать выборку репрезентативной (представительной).

На первом этапе исследования объекта выполнили корреляционный анализ связей между параметрами многофакторного процесса синтеза этаноламинов. Коэффициенты парной корреляции, вычисленные для всех пар, включенных в анализ факторов, показаны в таблице.

Матрица коэффициентов парной корреляции

	Расходы, м³/ч				Температура, °С			Давление	Соотношение, %		
	ОЭ	NH_3	МЭА	Пар	Рн	Рв	См	См	МЭА	ДЭА	ТЭА
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7	X_8	Y_1	Y_2	Y_3
X_1	**1**										
X_2	**0,596**	**1**									
X_3	**0,645**	**0,556**	**1**								
X_4	**0,552**	**0,161**	**0,352**	**1**							
X_5	**0,557**	**0,381**	**0,31**	**0,247**	**1**						
X_6	**0,524**	**0,281**	0,153	**–0,20**	**0,952**	**1**					
X_7	**0,373**	**0,388**	**0,645**	**0,282**	**0,227**	0,125	**1**				
X_8	–0,03	0,146	**0,363**	0,024	–0,07	–0,16	**0,611**	**1**			
Y_1	**–0,61**	**–0,22**	**–0,25**	**–0,39**	**–0,38**	**–0,44**	**–0,22**	**0,228**	**1**		
Y_2	**0,341**	0,087	**–0,051**	0,176	0,151	**0,249**	**–0,19**	**–0,15**	**–0,38**	1	
Y_3	**0,594**	**0,227**	**–0,125**	**0,401**	**0,400**	**0,423**	**0,335**	**–0,19**	**–0,92**	0,157	**1**

О наличии или отсутствии линейной или близкой к линейной связи между переменными можно судить по величине коэффициента корреляции. Для проверки гипотезы о существовании линейной или приближающейся к линейной связи использовали критерий Меритерии (Стьюдента) (1):

$$t = (r \cdot \sqrt{n-2}) / \sqrt{1-r^2}, \qquad (1)$$

где r – выборочный коэффициент корреляции; n – размер выборки.

Если вычисленное значение t для выборочного коэффициента корреляции выше критического значения t-критерия, найденного при заданной доверительной вероятности с имеющимся числом степеней свободы, то связь между исследуемыми факторами можно считать с данной доверительной вероятностью приближающейся к линейной.

В таблице статистически значимые данные с доверительной вероятность не менее $p = 0{,}95$ отмечены жирным шрифтом.

Рассмотрение таблицы коэффициентов корреляции показывает, что:

– доля МЭА в продукте зависит в основном от подачи ОЭ и снижается с увеличением подачи ОЭ, а также от температуры в реакторе синтеза, от подачи пара в узел синтеза и в меньшей степени от подачи аммиака и МЭА [4];

– доля ДЭА зависит также от подачи ОЭ (увеличивается с повышением подачи ОЭ), от температуры в реакторе синтеза и в меньшей степени от температуры в смесителе;

– доля ТЭА зависит в первую очередь от подачи ОЭ и растет с увеличением подачи ОЭ, затем от температуры в реакторе синтеза и в смесителе (увеличивается с ростом температуры) и от подачи пара в узел синтеза.

Видно, что основными каналами управления составом реакционной смеси на выходе из узла синтеза являются подача ОЭ, температура в верхней и нижней части реактора синтеза и в смесителе [3, 5].

Корреляционный анализ обнаружил наличие статистически значимых связей между входными факторами или мультиколлинеарность исследуемой статистической выборки. Наличие мультиколлинеарности не позволяет применять для идентификации объекта классический множественный регрессионный анализ. Для устранения или уменьшения влияния мультиколлинеарности статистики использована процедура последовательного (пошагового) регрессионного анализа «от простого к сложному». На первом шаге были получены уравнения парной регрессии для всех выходных переменных от тех факторов, с которыми они были коррелированны. Затем полученные парные уравнения регрессии, которым соответствуют наибольшие коэффициенты корреляции, дополнялись факторами, имеющими меньшие, но статистически значимые коэффициенты корреляции. На каждом шаге выполнялся полный статистический анализ коэффициентов и уравнения регрессии с использованием статистических программ-функций, реализованных в Microsoft Excel. Процедура завершается, когда последующее дополнение моделей факторами не улучшает или даже ухудшает качество регрессии.

Качество регрессии оценивали, анализируя ошибки в определении коэффициентов регрессии и показатели адекватности модели: коэффициент детерминации (D), значение критерия Фишера (F) и ошибку регрессии (S). Коэффициент детерминации представляет собой отношение дисперсии, обусловленной регрессией, к общей дисперсии выборки и характеризует «прогностическую» силу уравнения регрессии. Критерий Фишера характеризует адекватность модели: гипотеза о соответствии модели результатам наблюдений считается не противоречащей эксперименту, если с данной доверительной вероятностью и имеющимся числом степеней свободы вычисленное значение критерия превышает его критическое (табличное) значение.

Как уже отмечалось ранее, на состав реакционной смеси, выходящей из узла синтеза, наиболее активно влияет подача ОЭ, поэтому за основные парные регрессионные уравнения на первом шаге анализа приняли уравнения связи долей МЭА, ДЭА и ТЭА с подачей ОЭ. Для оценки связи доли МЭА с подачей ОЭ используется уравнение (2):

$$\underset{}{Y_1} = \underset{(1{,}55)}{62{,}07} - \underset{(0{,}608)}{6{,}055} \cdot X_1, \qquad (2)$$

В скобках здесь и далее указаны ошибки в оценке соответствующих коэффициентов регрессии.

Значения $D = 0{,}371$, $F = 99{,}02$, $S = 3{,}32$. Уравнение адекватно с доверительной вероятностью выше $p = 0{,}95$. Более 37% общей дисперсии выборки объясняется регрессией и ошибка регрессии ±3,32. Уравнение парной регрессии было дополнено следующим по силе связи входным параметром-температурой вверху реактора синтеза (X_5) (3):

$$Y_1 = \underset{(2{,}88)}{67{,}74} - \underset{(0{,}705)}{5{,}196} \cdot X_1 - \underset{(0{,}045)}{0{,}108} \cdot X_5, \qquad (3)$$

Значения $D = 0{,}391$, $F = 53{,}5$, $S = 3{,}28$, что показывает некоторое улучшение модели. Критерий Фишера несколько снижается, но его значение остается значительно выше критического.

Следующий шаг (4):

$$Y_1 = 53{,}39 - 5{,}779 \cdot X_1 - 0{,}544 \cdot X_5 + 0{,}653 \cdot X_6, \quad (4)$$
$$(4{,}73) \quad (0{,}697) \quad (0{,}125)(0{,}174)$$

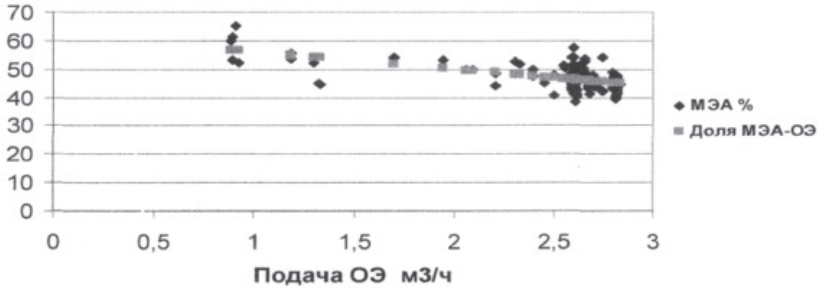

Рис. 3. Доля МЭА в продукте перед разделением в зависимости от подачи ОЭ

Дополнение следующим по величине коэффициента коррекции фактором – X_6 (температура внизу реактора синтеза) дает улучшения модели $D = 0{,}438$, $F = 43{,}2$, $S = 3{,}151$ по статистическим показателям. Однако направление влияния фактора X_6 сменилось на противоположное, вследствие высокой коррелированности факторов X_5 и X_6, $r(X_5, X_6) = 0{,}952$ произошло смешение эффектов факторов. В модель следует включать только один из них.

На следующем шаге в модель включен фактор X_4 – подача пара в узел синтеза (5)

$$Y_1 = 71{,}72 - 4{,}57 \cdot X_1 - 0{,}116 \cdot X_5 - 1{,}612 \cdot X_4, \quad (5)$$
$$(4{,}14) \quad (0{,}832) \quad (0{,}047) \quad (1{,}21)$$

Показатели статистики: $D = 0{,}397$, $F = 36{,}2$, $S = 3{,}27$. Значительно снизилась величина критерия Фишера и вследствие значимой корреляции факторов X_5 и X_4, $r = 0{,}25$ резко возросла ошибка в оценке эффекта фактора X_4. Следовательно X_4 не целесообразно включать в регрессионную модель.

На следующем шаге в модель включили два фактора X_2 и X_3, имеющие почти одинаковые коэффициенты корреляции с Y_1 (6).

$$Y_1 = 61{,}34 - 7{,}55 \cdot X_1 - 0{,}067 \cdot X_5 + 0{,}361 \cdot X_2 + 5{,}13 \cdot X_3, \quad (6)$$
$$(3{,}21) \quad (0{,}957) \quad (0{,}045) \quad (0{,}170) \quad (1{,}96)$$

Статистика: $D = 0{,}444$, $F = 32{,}9$, $S = 3{,}151$, показывает некоторое улучшение показателей адекватности модели при заметном росте ошибок в оценке коэффициентов регрессии.

Предпочтительной для целей управления является модель:

$$Y_1 = 67{,}74 - 5{,}196 \cdot X_1 - 0{,}108 \cdot X_5,$$
$$(2{,}88) \quad (0{,}705) \quad (0{,}045)$$

Уравнение регрессии для содержания ДМ в реакционной смеси в зависимости от подачи ОЭ имеет вид (7):

$$Y_2 = 25{,}778 + 1{,}322 \cdot X_1, \quad (7)$$
$$(0{,}724) \quad (0{,}283)$$

Показатели адекватности модели $D = 0{,}115$, $F = 22{,}05$, $S = 1{,}548$ свидетельствуют о ее невысокой прогностической силе. Дополнение модели другими коррелированными эффектами приводит к росту ошибок в оценке коэффициентов регрессии.

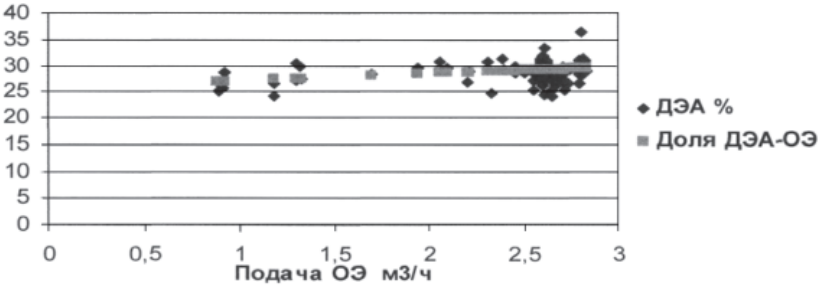

Рис. 4. Доля ДЭА в продукте перед разделением в зависимости от подачи ОЭ

Уравнение регрессии для зависимости доли ТЭА в продукте синтеза от подачи ОЭ (8):

$$Y_3 = \underset{(1,38)}{10,48} + \underset{(0,54)}{4,834} \cdot X_1, \qquad (8)$$

Показатели статистического анализа: $D = 0.323$, $F = 80.23$, $S = 2.945$.

Включение в модель дополнительных факторов приводит к увеличению коэффициента детерминации, но при этом к росту ошибок в оценке коэффициентов регрессии. Наиболее приемлемой для целей управления является вышеприведенная модель, а также несколько расширенная модель (8):

$$Y_3 = \underset{(2,94)}{8,471} + \underset{(0,781)}{5,796} \cdot X_1 + \underset{(0,043)}{0,088} \cdot X_5 - \underset{(0,157)}{0,394} \cdot X_2, \qquad (9)$$

с показателями адекватности; $D = 0б393$, $F = 35б9$, $S = 3б033$. Полученные выше регрессионные модели пригодны для целей прогнозирования состава продукта синтеза и для управления составом в зависимости от спроса.

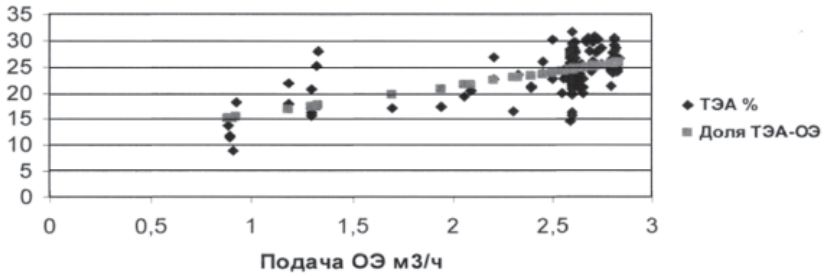

Рис. 5. Доля ТЭА в продукте перед разделением в зависимости от подачи ОЭ

Список литературы

1. Закгейм А. Ю. Введение в моделирования химико-технологических процессов. – М.: Химия, 1982. – 288 с.

2. Избачков Ю.С., Петров В.Н. Информационные системы. – СПб.: Питер, 2005. – 656 с.

3. Катков М.С. Непрерывные системы адаптивного управления с идентификаторами. – М.: Изд-во МПИ «Мир книги», 1992. – 385 с.

4. Сажин С.Г. Приборы контроля состава и качества технологических сред. – СПб.: Изд-во «Лань», 2012. – 431 с.

5. Харазов В.Г. Интегрированные системы управления технологическими процессами. –СПб.: Профессия, 2009. – 590 с.

References

1. Zakgejm A.Y. Vvedenie v modelirovaniya himiko-tehnologicheskih processov (Introduction to the modeling of chemical-technological processes). Moscow, Khimiya, 1982. 288 p.

2. Izbachkov Y.S., Petrov V. N. Informacionnye sistemy (Information systems). SPb., Peter, 2005. 656 p.

3. Katkov M.S. Nepreryvnye sistemy adaptivnogo upravleniya s identifikatorami (Continuous adaptive control system IDs). Moscow, publishing house IPI «Mir knigi», 1992. 385 p.

4. Sazhin S.G. Pribory kontrolya sostava i kachestva tehnologicheskih sred (Devices of the control of the composition and quality of technological environments). SPb., publishing house «LAN», 2012. 431 p.

5. Harazov V.G. Integrirovannye sistemy upravleniya tehnologicheskimi processami. (Integrated control systems of technological processes). SPb., Profession, 2009. 590 p.

Рецензенты:

Луконин В.П., д.т.н., профессор, генеральный директор ФГУП «НИИ полимеров им. академика В.А. Каргина», г. Дзержинск;

Никандров И.С., д.т.н., профессор кафедры «Автомобильный транспорт и механика» Дзержинского политехнического института (филиал) ФГБОУ ВПО Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, г. Дзержинск.

Работа поступила в редакцию 06.11.2013.