

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Институт химии и инженерной экологии

(наименование института полностью)

Кафедра «Химия, химические процессы и технологии»

(наименование кафедры)

18.03.01 Химическая технология

(код и наименование направления подготовки, специальности)

Химическая технология органических веществ

(направленность (профиль)/специализация)

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

на тему «Модернизация стадии экстракции лактамного масла в
производстве капролактама»

Студент

И.А. Захаренко

(И.О.Фамилия)

(личная подпись)

Руководитель

Ю.В. Чариков

(И.О.Фамилия)

(личная подпись)

Допустить к защите

Заведующий кафедрой д.х.н., профессор Г.И. Остапенко

(ученая степень, звание, И.О. Фамилия)

(личная подпись)

«__» _____ 2019 г.

Тольятти 2019

АННОТАЦИЯ

Выпускная квалификационная работа 58 с., 10 рисунков, 15 таблиц, использовано 25 источника, 5 л. графического материала.

ПРОИЗВОДСТВО КАПРОЛАКТАМА, ЭКСТРАКЦИЯ, ЛАКТАМ-МАСЛО, РОТАЦИОННО-ДИСКОВОЙ ЭКСТРАКТОР, ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА

Цель работы: Интенсифицировать процесс экстракции капролактама из лактамного масла производства капролактама ПАО «Куйбышевазот».

Графическая часть работы выполнена на 5 листах и включает в себя технологическую схему экстракции капролактама, основной аппарат с детализацией, таблицы материального и теплового балансов.

Пояснительная записка включает в себя три раздела.

В теоретической части рассмотрены физико-химические основы процесса экстракции капролактама из лактам-масла, применяемые растворители и параметры процесса. Описан состав лактамового масла, .

В технологической части проведен анализ существующей установки экстракции капролактама ПАО «Куйбышевазот». Описаны возможности модернизации процесса.

В расчетной части приведены расчеты материального и теплового балансов существующей установки, материальный баланс проектируемого экстрактора, а также конструктивный расчет основного аппарата.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	4
1.1 Анализ состава лактамного масла	5
1.2 Способы извлечения капролактама из лактамного масла	8
1.2.1 Физико-химические основы процесса экстракции	11
1.2.2 Применяемые растворители	14
2 ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	19
2.1 Описание технологической схемы узла экстракции капролактама	19
2.2 Характеристики сырья и подпродуктов процесса	23
2.3 Аналитический контроль	24
2.4 Возможности модернизации	27
2.4.1 Применение барботажного экстрактора улучшенной конструкции	27
2.4.2 Применение ротационного экстрактора	31
3 РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ	35
3.1 Материальный баланс существующей установки	35
3.2. Тепловой баланс существующего экстрактора	42
3.3 Материальный баланс проектируемого экстрактора	44
3.4 Расчет экстрактора	47
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	55
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	56

ВВЕДЕНИЕ

Основной областью применения капролактама является производство из него нейлона-6. Материалы из нейлона-6 легко окрашиваются, имеют глубокие и яркие оттенки, обеспечивают высокую прочность и малый вес. Эти волокна могут использоваться в композициях с волокнами эластана и спандекса для обеспечения хороших свойств при растяжении. Волокно нейлон-6 обладает исключительной прочностью и отличными физическими свойствами.

Ожидается, что рынок капролактама увеличится с 13,1 млрд. долларов США в 2018 году до 15,6 млрд. долларов США к 2023 году, что составит 3,59% годовых за прогнозируемый период. Основными факторами, определяющими рынок капролактама, являются потребность в легких транспортных средствах, рост применения лакокрасочных материалов и пленок, а также экономический рост в развивающихся странах. Основным фактором, влияющим на качество готовой продукции из нейлона-6 является качество используемого капролактама.

Целью работы: интенсифицировать процесс экстракции капролактама из лактамного масла.

Основные задачи работы:

1. Проанализировать состав лактам-масла, поступающего на экстракцию;
2. Изучить физико-химические основы процесса экстракции капролактама, в т.ч. применяемые растворители.
3. Привести описание технологической схемы процесса экстракции производства капролактама ПАО «КуйбышевАзот»;
4. Предложить способ модернизации и произвести технологические расчеты.

1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Капролактамы, мономер нейлона-6, известен с 19 века. Коммерческий интерес к производству капролактама возрос в 1938 году, когда IG Farben выпустила первый спиннинговый полимер. С тех пор масштабы промышленного производства капролактама быстро росли, в результате чего мировой спрос в 2001 году составил 3,5 млн. тонн, а в 2005 году ожидался рост до 3,9 млн. тонн. Для капролактама были разработаны различные производственные процессы, которые сопровождаются постоянным изучением новых или усовершенствованных маршрутов синтеза. В промышленности, однако, 90% капролактама производится путем образования циклогексанона, оксимирования и, наконец, перегруппировки Бекмана. Восстановление капролактама из реакционной смеси начинается с нейтрализации, в результате чего образуется сырая верхняя фаза капролактама и водный слой сульфата аммония. С этого момента существует несколько различных путей, в рамках которых в большинстве промышленных процессов экстракция растворителем используется в качестве первого шага в дальнейшем восстановлении и очистке капролактама. Сырой слой капролактама извлекается органическим растворителем в так называемой прямой экстракции, за которой следует обратная экстракция водой. В настоящее время бензол, толуол или хлорированные углеводороды часто используются в промышленности в качестве растворителя. Из текущей рыночной ситуации следует, что в ближайшем будущем доминирующим направлением производства капролактама останется существующая технология. Однако растущая осведомленность о негативном воздействии используемых растворителей на здоровье и окружающую среду приводит к тому, что законодательство становится чрезвычайно жестким.

1.1 Анализ состава лактамного масла

Работа [1] представляет собой изучение концентрата лактамного масла (ЛМ, применяемое на приборе Finnigan Trace DSQ (рис. 1). По существующим масс-спектрам спектральной базы данных NIST идентифицированы соединения, приведенные в табл. 1; суммарное число примесей составляет 2% масс.

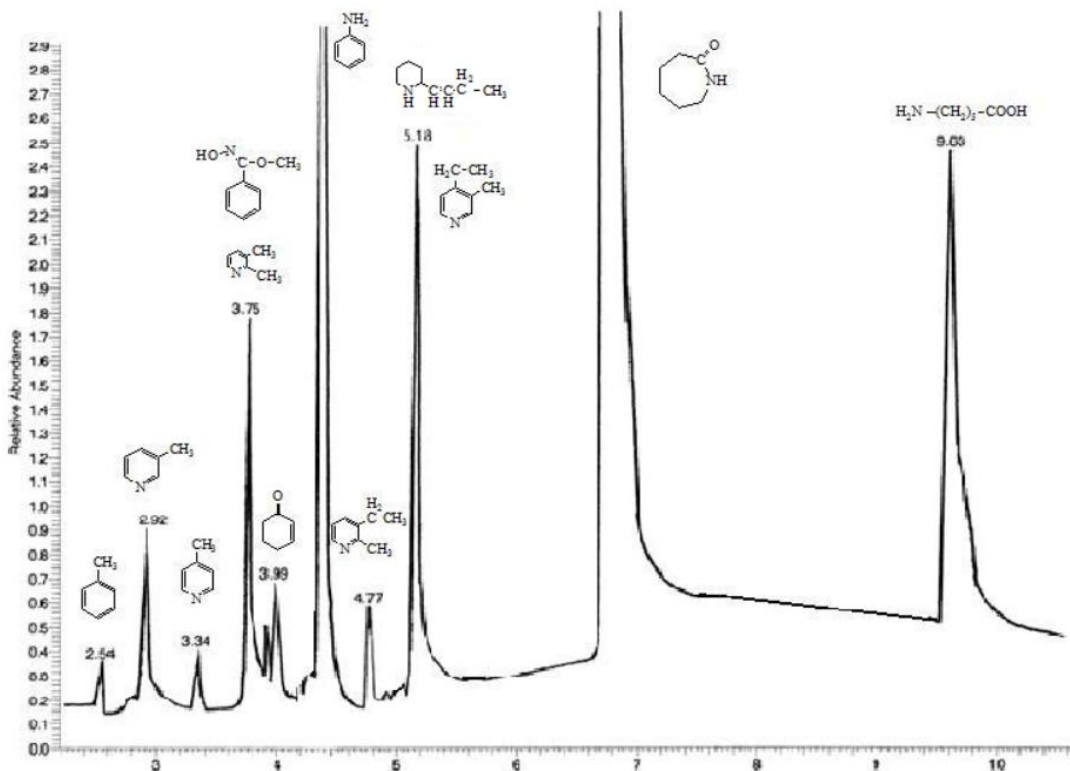


Рисунок 1 – Хроматограмма примесей в лактамном масле

Найденный толуол в лактамном масле(ЛМ), состоит в исходном бензоле, как примесь. В ходе реакции дегидрирования анона получается циклогексен-2-он-1, являющийся вредной примесью, которая имеет влияние на окисляемость капролактама; -аминокапроновая кислота является продуктом гидролиза капролактама.

Таблица 1 – Примеси в лактамном масле

№ пика	Характеристический ион, m/z	Название компонента	Формула	Относительное содержание примесей по отношению к толуолу	tкип.
1	91, 65	толуол	C ₆ H ₅ CH ₃	1	110,8
2	93, 66, 39	3-метилпиридин	C ₆ H ₇ N	3,8	144
3	93, 66, 39	4-метилпиридин	C ₆ H ₇ N	1,4	145
4	151, 133, 106, 93, 77	2,3-метилпиридин	C ₇ H ₉ N	9,6	163,7
5		метоксифенилоксим	C ₈ H ₉ NO ₂		
6	68, 39, 96	циклогексен-2-он-1	C ₆ H ₈ O	3,1	170,2
7	93, 66, 39	анилин	C ₆ H ₇ N	111	184
8	106, 120	2-метил-3-этилпиридин	C ₈ H ₁₁ N	2,2	178,8
9	106, 120, 82	3-метил-4-этилпиридин	C ₈ H ₁₁ N	11,4	180,2
10		2-бутенпиперидин	C ₉ H ₁₇ N		
11	30, 45, 72	-аминокапроновая кислота	C ₆ H ₁₃ NO ₂	10,4	возг.

* без учета капролактама

Анализ полученных результатов показал, что анилин является компонентом примесей с наибольшей концентрацией. Появление анилина в числе примесей может быть обусловлено образованием его в процессе перегруппировки оксима циклогексанона (по схеме А рис.2) или дегидрирования циклогексиламина, который в свою очередь является продуктом химических взаимодействий оксима циклогексанона и раствора ГАС(по схеме В рис.2) [2-5].

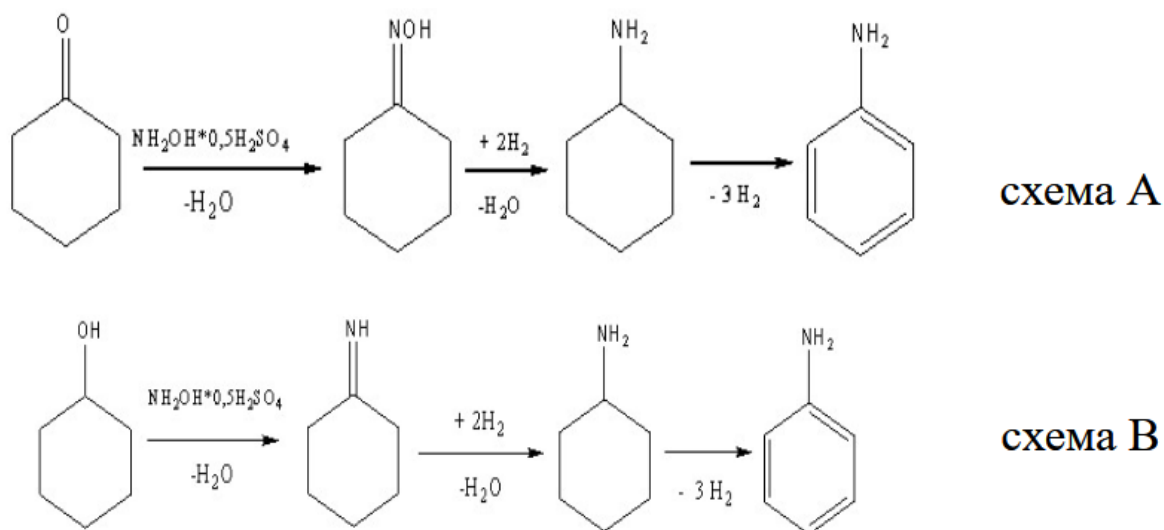


Рисунок 2 – Схемы образования анилина

Продукты ,имеющие в своем составе капролактамы, содержат 2-бутенпиперидин, алкилпроизводные пиридина, и метоксифенилоксим.

В процессе превращения толуола, образующийся метоксифенилоксим является предположительно побочным продуктом реакции. Тoluол имеет способность образовывать бензойную кислоту на стадии окисления, взаимодействующая со спиртами (побочными продуктами окисления циклогексана) с образованием эфиров бензойной кислоты, которые на стадии оксимирования способны образовывать метоксифенилоксим (схема С рис. 3); алкилпроизводные пиридина могут быть не только в роли сырьевой примеси, но и образованиями вторичных превращений на процессах оксимирования и дегидрирования. Спиртами С1-С5, которые получают в ходе окисления циклогексана на этапе дегидрирования, могут быть созданы альдегиды. Опираясь на реакции термической циклизации в природе аммиака существенно получение пиридиновых оснований (схема Д рис. 3).

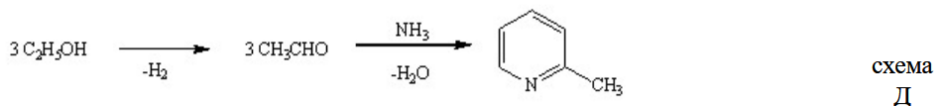
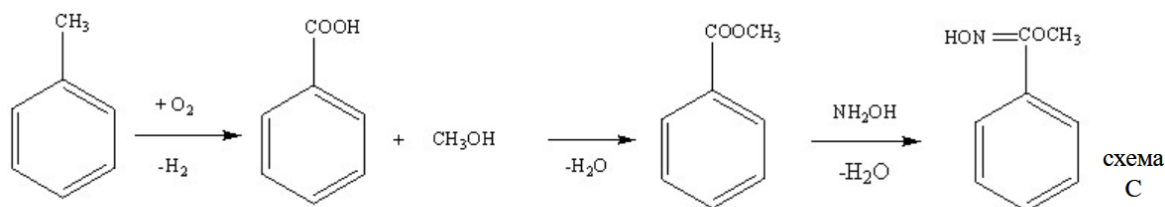


Рисунок 3 – Образование метоксифенилоксима и пиридиновых оснований

1.2 Способы извлечения капролактама из лактамного масла

Для отделения капролактама от реакционной смеси существуют два возможных пути. Первый способ - прямое извлечение капролактама из реакционной смеси. Для уменьшения притяжения между кислотой и капролактамом реакционную смесь разбавляют водой и, возможно, частично нейтрализуют. Преимущество этого подхода заключается в том, что он позволяет избежать стадии нейтрализации. Несмотря на это преимущество, прямое извлечение не применяется в коммерческих целях из-за больших капиталовложений и резкого увеличения затрат энергии. По второму варианту который применяется промышленно, перегруппированный продукт нейтрализуются газообразным или водным амиаком, в результате чего образуются две жидких фазы. Верхняя фаза сырого капролактама, которая состоит из 60-70% массы капролактама, 1-1,5% массы сульфата аммония и остальной воды, находящейся в равновесии с практически насыщенным 40% массы водным раствором сульфата аммония, содержащим от 1 до 1,5% массы остаточного капролактама [6-7].

В случае разделения этих двух фаз капролактама восстанавливается из обеих фаз и частично очищается путем экстракции растворителем. Сырая

фаза капролактама извлекается органическим растворителем с последующей перегонкой или обратной экстракцией водой. Преимуществом обратной экстракции является удаление органических примесей и более концентрированный поток продукта. Недостатком является то, что испарение воды по сравнению с органическим растворителем требует больших затрат энергии. Водный слой сульфата аммония извлекается органическим растворителем или обрабатывается испарением с последующей кристаллизацией, фильтрацией и рециркуляцией основного раствора. Недостатком прямой кристаллизации сульфата аммония из этого слоя является наличие примесей и, следовательно, менее качественного продукта. Другим недостатком является расход энергии на частичное испарение воды, необходимое для кристаллизации сульфата аммония. Преимуществом экстракции капролактама из водной фазы сульфата аммония является дополнительное удаление органических примесей из этой фазы. Недостатком является количество органического растворителя, необходимое для работы установки перед отправкой сульфатной фазы аммония на рекуперацию. Пример технологической схемы извлечения сырого капролактама и кристаллизации сульфата аммония приведен на рисунке 4 [8-9].

В случае процесса предварительной экстракции нецелированный продукт перегруппировки Бекмана обрабатывается органическим растворителем. Извлекается капролактама и образуется новая двухфазная смесь, которая разделяется. Верхний органический слой может быть промыт водой или водным раствором серной кислоты с последующей перегонкой или только дистилляцией. Преимуществом этапа промывки является удаление примесей типа сульфата аммония, но часть капролактама также промывается и подлежит дальнейшей переработке. Кроме того, промывка требует дополнительной работы агрегата. Водный слой дна сепаратора

может быть освобожден от капролактама путем извлечения, после чего восстанавливается сульфат аммония [10].

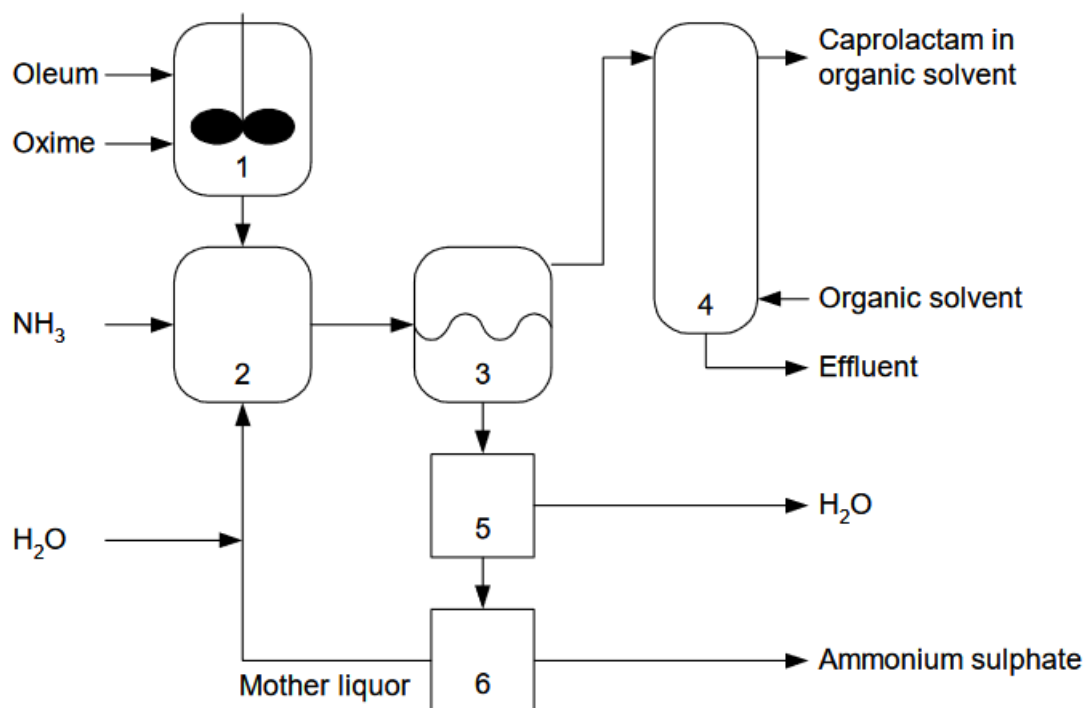


Рисунок 4 - Экстракция сырого капролактама:

1- перегруппировка Бекмана; 2 - нейтрализация; 3 - сепаратор жидкостей; 4: экстракция сырого капролактама; 5 - испарение; 6 - фильтрация.

Пример возможной схемы процесса предварительного извлечения показан на рисунке 5.

Исследуются различные новые процессы восстановления капролактама из нейтрализованной смеси перегруппировки Бекмана, водных растворов или потоков отходов, такие как кристаллизация капролактама из сырого капролактама с последующим выделением твердых частиц, выделение капролактама из водного потока, содержащего сульфат аммония и выделение капролактама из сырого капролактама с использованием электродиала. Однако, учитывая текущую ситуацию на рынке капролактама, регенерация

капролактама в ближайшем будущем будет осуществляться на основе существующих процессов с использованием известных технологий.

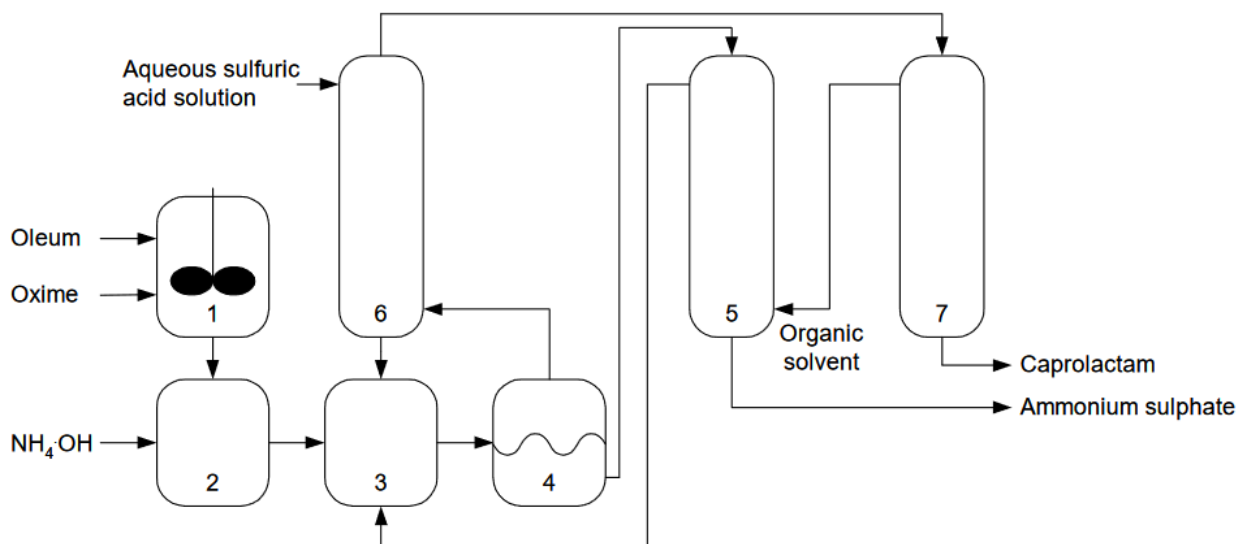


Рисунок 5 - Производство капролактама путем предварительной экстракции неочищенного капролактама:

1- перегруппировка Бекмана; 2: нейтрализация; 3: смеситель; 4: сепаратор жидкости; 5: экстракция сульфата аммония; 6: промывка сульфата аммония; 7: перегонка капролактама.

1.2.1 Физико-химические основы процесса экстракции

Из лактамного слоя сепаратора капролактама, вслед за стадией нейтрализации перегруппированного продукта, подвергается экстракции с помощью органических растворителей. Единственно стадия экстракции рассматривается еще как первая ступень очищения капролактама от посторонних примесей.

В процессах экстракции, которые имеют обширное значение современной технологии, самым существенным фактором выявляющим его аппаратное и технологическое оформление, становится коэффициент

распределения, предполагающий отношение растворимости одинакового соединения сразу в двух растворителях. Запрещается рассматривать данный коэффициент даже для единичной конкретной реакции экстракции в роли постоянной величины, т.к. его величина способна меняться лишь от значений рабочих концентраций.

Таким образом, при выделении капролактама из перегруппированного продукта (расслаивание отсутствует), коэффициент распределения в процессе экстракции бензолом с объемным соотношением фаз 1:1 равен 16. Перегруппированный продукт содержит в себе: капролактама 19%, сульфата аммония 32%, органических примесей 2% и воды 47%. По темпу уменьшения концентрации капролактама данная величина снижается до 5. Наличие одной экстракционной ступени недостаточно для всего извлечения капролактама. В основном, экстракция обычно проходит в многоступенчатых аппаратах сложного строения [11].

Оценка эффективности используемого экстрагента и расчет необходимого числа ступеней разделения рассчитывают с применением известного уравнения:

$$x_n = x_k \cdot \frac{p^{n+1} - 1}{p - 1},$$

где x_n – начальная концентрация раствора;

x_k – концентрация рафината;

p – фактор экстракции, равный mL/V (здесь m – коэффициент распределения; L/V – объемное отношение экстрагента к исходному раствору); n – число ступеней разделения.

В многих промышленных схемах основана разделительная экстракция капролактама из лактамного масла и из растворов сульфата аммония. Подобная схема дает возможность достичь наиболее качественных результатов по расходным коэффициентам, при этом обеспечивает

получение более высококачественного капролактама, если сравнивать с совмещенной экстракцией. При разделительной экстракции вероятность попадания в экстракт сульфата аммония и водорастворимых смол минимальная[12-15].

Экстракционное выделение капролактама имеет способность быть одно- или двухстадийным. Существуют схемы, где по окончанию экстракции капролактама с применением бензола при ректификации последнее удаляется с дальнейшим дистиллированием или ректификацией самого капролактама. Данные схемы имеют различие в компактности, энергетическими показателями. При этом существуют недостатки. Например, примеси, внедряющиеся в бензольный экстракт, остаются в нем, что усложняет процесс получения капролактама высокого качества. Однако, есть примеси, которые не поддаются удалению дистилляционными методами.

По этой причине, множество современных промышленных схем используют двухступенчатую экстракцию, где первая ступень представляет из себя экстракцию органическим растворителем, а вторая - реэкстракцию капролактама водой. Выбор экстрагента для первой стадии не имеет универсального решения. В промышленности используются такие продукты, как бензол, толуол, трихлорэтилен.

В ходе выбора экстрагента учитываются ниже представленные факторы. Трихлорэтилен обладает большей плотностью, если сравнивать его с бензолом и толуолом, за счет чего объем экстракционной аппаратуры при его применении меньше. Большая плотность у трихлорэтилена способствует лучшей разделяемости водного и органического слоев, а именно при реэкстракции водой. Помимо этого, трихлорэтилен имеет меньшую пожароопасность. В то же время при его регенерации, осуществляющейся ректификацией в условиях с повышенной температурой, определенная часть трихлорэтилена идет на разложение с образованием незначительного количества соляной кислоты. Это может способствовать коррозии

аппаратуры. Окончательным фактором является высокая стоимость трихлорэтилена по сравнению с бензолом и толуолом[17].

Различия в растворимостях капролактама в различных экстрагентах имеет влияние в случае работы с большими концентрациями капролактама. При 10-12%-ой концентрации эти различия нивелируются, и выбор растворителя определяется только перечисленными выше соображениями, и к тому же его доступностью.

В работе [18] представлены результаты изучения равновесия системы в зависимости от применяемого растворителя (трихлорэтилен, бензол, азеотропная смесь бензола с циклогексаном и четыреххлористый углерод). Температурный интервал эксперимента составлял от 20 до 40°C.

Описываемые системы характеризуются широким диапазоном изменения физических свойств: плотности, вязкости, граничного натяжения и т.п.

Данные о равновесии представлены на рис. 6 и 7.

1.2.2 Применяемые растворители

Взаимная растворимость органического растворителя в водной фазе требует фракционирующих колонок, которые восстановят органический растворитель для повторного введения в органический контур экстракции. Это увеличивает затраты на энергию, необходимую для рекуперации и потери растворителя. Это также снизит эффективность извлечения и увеличит потери капролактама через рафинат. Взаимная растворимость также повышает вероятность того, что примеси, которые будут селективно удаляться при экстракции, попадут в конечный продукт на этапе очистки экстракции. Минимизация взаимной растворимости снижает затраты на извлечение и повышает чистоту продукта.

Сплошная фаза дает более высоким коэффициенты сопротивления каплям, а более высокая вязкость в дисперсной фазе приводит к более высоким требованиям к мощности для разрушения капель. Низкая вязкость в непрерывной фазе приводит к снижению сопротивления движению капель и помогает при фазовом разделении. Интерфейсное натяжение имеет большое значение, так как оно определяет площадь поверхности, которая может быть достигнута в системе растворителя. Чем больше площадь поверхности, тем больше вероятность переноса растворителя, что повышает эффективность экстракции. Если площадь поверхности находится на минимальном уровне или близка к нему, то можно ожидать низкой эффективности извлечения. Более низкое межфазное натяжение означает, что будет больше разрушения капель и меньший размер капли, что означает большую площадь поверхности для переноса растворителя. Однако более высокое межфазное напряжение приводит к более быстрому разделению фаз. Поэтому важно найти растворитель, который имеет достаточно высокое поверхностное напряжение для фазового разделения, но достаточно низкое, чтобы капли дисперсной фазы могли быть разрушены в результате перемешивания для увеличения поверхности

Эффективность экстракции зависит от вида используемого в качестве экстрагента органического растворителя и его физико-химических характеристик: растворимости в водной фазе и селективности по отношению к капролактаму. Известно, что органические соединения могут быть извлечены из водных растворов органическими растворителями различных типов: спирты, эфиры, сложные эфиры, кетоны, фосфорсодержащие, азотсодержащие и сернистые органические оксиды, нитро- и галозамещенные ароматические углеводороды.

Вода является уникальным растворителем, обладающим постоянным дипольным моментом и водородной связью между молекулами, что приводит к высокому поверхностному натяжению. Поскольку вода вводится

на этапе нейтрализации после перегруппировки Бекмана, масло капролактама, отделенное от водного сульфата аммония, содержит 25-29% воды.

Вода и капролактамы образуют межмолекулярные водородные связи. Эта водородная связь между капролактамом и молекулами воды обеспечивает сильное сродство к капролактаму, растворенному в воде. Углеродная часть кольца, однако, обеспечивает небольшое сродство капролактама с органическими растворителями. Более высокие температуры увеличивают внутреннюю энергию среди воды и молекул капролактама и приводят к уменьшению водородного сцепления, тем самым увеличивая коэффициент раздела по сравнению с более низкими температурами до органической фазы. Вода удерживает соединения, способные к водородной связи, но не содержащие органических компонентов, таких как аммиак, сульфат аммония и диоксид серы. Некоторые соединения, такие как аминокaproновая кислота и олигомеры капролактама, как правило, остаются в водной фазе, однако некоторые из них проникают в органическую фазу экстракции.

В современной химической промышленности экстрагируется капролактамы из лактамового масла с трихлорэтиленом (ТХЭ). Этот экстрагент характеризуется высоким коэффициентом распределения капролактама, хорошим разделением фаз и пожаробезопасностью. Тем не менее, ТХЭ имеет следующие существенные недостатки: в процессе регенерации, ТХЭ частично разлагается для получения коррозионно-активного хлористого водорода; при окислении, а также при длительном воздействии световых лучей ТХЭ преобразуется в фосген; а при сжигании отходов, содержащих ТХЭ, образуются вредные для окружающей среды окислы.

Ароматические соединения, такие как бензол, толуол и ксилол, имеют четырехполюсные моменты, которые способны притягивать амидную группу

капролактама. Наибольший коэффициент распределения имеет бензол, наименьший - ксилол. Нитробензол имеет электронно-отводящую группу, которая представляет собой цивиттер-ион, который сильнее притягивает капролактамы, по сравнению с толуолом и ксилолом, однако функциональная группа также снижает удерживающие способности, поэтому толуол и ксилол не обладают такой растворяющей способностью, как бензол.

Ароматические соединения обычно имеют меньшую взаиморастворимость с водой по сравнению с большим количеством полярных органических растворителей, таких как спирты и алкилгалогениды. Однако бензол и вода обладают большей взаимной растворимостью по сравнению с ксилолом и водой или толуолом и водой. Это связано с возможным выравниванием молекул воды таким образом, чтобы атомы водорода воды могли взаимодействовать с ароматической поверхностью бензольного кольца, а атомы кислорода воды могли выравниваться с атомами водорода бензольной молекулы.

Недостатком бензола в качестве растворителя является то, что он канцерогенен. Нитробензол не является разумной альтернативой бензолу, поскольку он также считается канцерогеном и классифицируется как репродуктивный токсин. Толуол и параксилен являются лучшими альтернативами, и поскольку толуол обладает наибольшей емкостью капролактама, это лучший выбор из двух вариантов. Толуол и ксилол считаются не канцерогенными. Коэффициент распределения капролактама при равновесии между органической и водной фазами показывает повышенное сродство к бензолу по сравнению с толуолом.

Циклогексан, метилициклогексан, гексан, гептан и октан имеют единственные связи углерод-углерод и углерод-водород, которые не обладают потенциалом водородной связи. Единственное сродство между этими растворителями и капролактамом заключается в слабом неполярном притяжении между растворителем и алифатической частью молекулы

капролактама. Поэтому капролактама обладает очень низкой растворимостью в этих растворителях.

Циклогексанол является предшественником молекулы капролактама, которая рассматривается как потенциальная альтернатива бензолу в качестве растворителя при экстракции. Циклогексанол обладает высокой способностью к капролактаму, однако он обладает более высокой растворимостью в воде - около 40 граммов циклогексанола на литр воды. Такая взаиморастворимость приводит к плохому разделению примесей, потерям капролактама в экстракционных рафинатах и требует больших установок для регенерации растворителей.

По сравнению с циклогексанолом гептанол обладает гораздо меньшей взаиморастворимостью с водой, однако его растворяющая способность по отношению к капролактаму несколько ниже, чем это показатель у циклогексанола.

В качестве возможных альтернатив извлечению капролактама используются смеси растворителей. Как правило, в центре внимания этих исследований находится сочетание неполярной молекулы насыщенного углерода и полярного углеродного спирта или кетона. Неполярные растворители обладают минимальной взаимной растворимостью с водой, однако они также снижают способность к одному лишь капролактаму [19-21].

2 ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЧАСЬ

На промышленной территории ПАО «КуйбышевАзот» предполагается раздельная экстракция капролактама из лактамного масла и капролактама из раствора сульфата аммония. Первая стадия экстракции основывается на двух ступенях, в которой первой ступенью является экстракция капролактама трихлорэтиленом, во второй протекает реэкстракция капролактама водой.

Трихлорэтилен выступает в роли экстрагента, по причине того, что он менее взрывопожароопасен, чем бензол и толуол. Помимо этого трихлорэтилен обладает большей плотностью, за счет чего он предполагает использование меньшей экстракционной аппаратуры по объему и улучшает разделяемость водного и органического слоя, особенно при реэкстракции водой.

Для приведения вероятности попадания в экстракт сульфата аммония и водо-растворимых смол к минимуму используется раздельная экстракция капролактама из лактамного масла и капролактама из раствора сульфата аммония.

2.1 Описание технологической схемы узла экстракции капролактама

Стадия производится на внешней установке корпуса 709 блока «А».

Экстракторах вибрационного типа служат для извлечения капролактама трихлорэтиленом из лактамного масла с последующей реэкстракцией капролактама водой.

Из разделителя поз. 1 стадии нейтрализации при температуре не выше 45 °С лактамное масло (ЛМ) направляется в сборник - дозреватель поз. 2 и по переливу в поз. 3. Из сборника поз. 3 насосами поз. 4/1,2 лактамное масло, через узел автоматического регулирования FIRC-111 постоянно вводится в нижнюю часть экстракторов поз. 5/1,2. В разные по высоте места, находящиеся в верхней части экстрактора, по двум путям идет

регенерированный ТХЭ от насоса поз. 6/3, расход которого изменяется автоматически FIRC-132 и циркулирующий ТХЭ от насоса поз. 6/1,2, расход которого регулируется с помощью клапана FIRC-109. В среднюю зону экстракторов поз. 5/1,2 подается слабый раствор капролактама через распределительное устройство в ТХЭ из экстракторов поз. 21/1,2.

Вибрационные экстракторы поз. 5/1,2 можно описать как цилиндрические вертикальные агрегаты с верхней и нижней отстойными секциями, по вертикальной оси которых находится вал с собранными на нем тарелками, которые имеют просечки. Вращательное движение шкива электродвигателя с помощью редуктора и привода превращается в возвратно – поступательное движение вала и тарелок, которое осуществляется по вертикальной оси аппаратов.

Лактамное масло и трихлорэтилен в экстракторах поз. 5/1,2 имеют противоточное движение, где при прохождении сквозь просечки «вибрирующих» тарелок, жидкостные потоки дробятся и преобразуются в мелкодисперсное состояние, приводящее к увеличению поверхности контакта компонентов.

В данном случае, при растворении капролактама в ТХЭ и образуется расслоение раствора капролактама в ТХЭ и водного остатка. Рафинат(водный остаток) по верхней части экстракторов поз. 5/1,2, самотеком направляется в нижнюю часть экстрактора поз. 5/3, представляющий из себя вертикальный цилиндрический аппарат с вращающимся ротором. При извлечении капролактама, уносящегося рафинатом, в верхнюю зону экстрактора отправляется регенерированный ТХЭ от насоса поз. 6/3, расход которого регулируется автоматическим способом FIRC-132. Экстрактор поз. 5/3 работает аналогично экстракторам поз. 5/1,2. Водный остаток из верхней части экстрактора поз. 5/3 после очистки от капролактама самотеком подается в сборник поз. 7, где от него отделяется унесенный ТХЭ. В сборнике поз. 7 жидкость разделяется на 2 слоя: верхний слой – это водный

остаток, который по переливной трубе отводится в сборник стоков поз. 8 или на питание испарителя насосами поз. 9/1,2, а трихлорэтилен через нижнюю часть отстойника при применении утки отводится в сборник поз. 10/1,2.

Раствор капролактама в трихлорэтилене при подаче в разделительные емкости поз. 11/1,2,3 с нижней части экстракторов поз. 5/1,2,3, через «утку», имеет концентрацию не выше 19 % и температуру не превышающую 50 °С. Для отмывки раствора капролактама в ТХЭ от сульфата аммония и водорастворимых примесей, в линию вывода раствора капролактама в ТХЭ из экстракторов поз. 5/1,2,3 подается КСП от насосов поз. 12/1,2. Объем подающегося КСП измеряется и регулируется при использовании узла FIR-160, который состоит из ротаметра и вторичного прибора.

Верхний слой из разделителей поз. 11/1,2 в виде раствора сульфата аммония и капролактама в воде отводится в среднюю часть экстрактора поз. 13/3. Верхний слой с разделителя поз. 11/3 в разделительные емкости поз. 15/1-3.

Нижний слой представляет раствор капролактама в ТХЭ, который идет из разделителей поз. 11/1,2,3 в верхнюю часть виброэкстракторов поз. 13/1,2 и в роторный экстрактор поз. 13/3. В нижнюю зону экстракторов поз. 13/1,2,3 самостоятельно направляется конденсат без примесей, КСП или обессоленная вода из сборников поз. 16/1,2, через узел автоматического регулирования FIRC-110, который состоит из расходомера и регулирующего клапана типа «НЗ». Чистый конденсат преждевременно подвергается охлаждению в холодильнике поз. 2/04, после чего идет в емкости поз. 16/1,2. В среднюю часть экстрактора подается конденсат сокового пара из поз. 2/49 1,2 насосом поз. 1/031,2. Расход конденсата контролируется при помощи узла автоматического регулирования поз. FIRC-114, состоящего из ротаметра и клапана типа «НЗ». Движущиеся противотоком раствор капролактама в ТХЭ и конденсат перемешиваются, при этом капролактама экстрагируется водой. ТХЭ с содержанием капролактама не более 1% снизу экстракторов поз.

13/1,2,3, через «утку», отводится в сборники поз. 10/1,2. Водный раствор капролактама с концентрацией 22-32% сверху экстракторов поз. 13/1,2 самотеком поступает в сборники поз. 17/1,2, откуда насосом поз. 18/1,2 на установку отгонки ТХЭ из раствора лактам – воды.

Водный раствор капролактама сверху экстрактора поз. 13/3 самостоятельным путем подается в сборники поз. 14/1,2.

Предусмотрена подача легколетучей фракции дистиллята II-й степени стадии дистилляции от поз. 3/17 1,2 в сборник поз. 17/1,2 для уменьшения нагрузки на стадию экстракции.

Экстракция капролактама из раствора сульфата аммония производится трихлорэтиленом в вибрационных экстракторах поз. 17/1,2, которые представляют собой вертикальный цилиндрический аппарат, внутри которого по оси аппарата расположена штанга с тарелками, которая осуществляет возвратно – поступательные движения. Из сборника поз. 1/47 1,2 стадии перегруппировки и нейтрализации, насосами поз. 20/1-4 раствор сульфата аммония при температуре не выше 50 °С и наличием капролактама не больше 1,5 %, отправляется в нижнюю секцию экстракторов поз. 21/1,2. В экстракторах поз. 21/1,2, раствор сульфата аммония и трихлорэтилен перемешиваются при противоточном движении. В это же время капролактама растворяется в трихлорэтилене. Раствор капролактама в трихлорэтилене снизу экстракторов поз. 21/1,2, через «утку», самотеком отводится в экстракторы поз. 5/1,2. Раствор сульфата аммония сверху экстракторов поз. 21/1,2 поступает в разделители поз. 19/1,2, где от него отделяется унесенный трихлорэтилен.

Нижний слой в виде трихлорэтилена из разделителей поз. 19/1,2 циклически дренируется с помощью «утки» в сборники поз. 10/1,2 или в сборник поз. 7, а верхним слоем является раствор сульфата аммония с содержанием капролактама не выше 0,4 % и с массовой долей

трихлорэтилена не больше 0,06 %, самотеком подается в часть подготовки сырья и отпуска полупродуктов в хранилища поз. 11/011,2 корп. 713.

Воздушки сборников и аппаратов стадии экстракции выведены на хвостовой конденсатор поз. 2/58а, охлаждающийся захоложенной водой [22].

2.2 Характеристики сырья и продуктов процесса

В качестве экстрагента в процессе используется трихлорэтилен. По физико-химическим показателям трихлорэтилен должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Технические характеристики трихлорэтилена по ГОСТ 9976-94 [23]

Показатель	Норма	
	Высший сорт	Первый сорт
1. Содержание ТХЭ, % мас. не менее	99,9	98,5
2. Содержание винилиденхлорида, % мас. не более	0,01	не нормируется
3. Плотность при 20°C, г/см ³	1,463-1,465	1,462-1,466
4. Цветность, ед. Хазена, не более	15	25
5. Содержание нелетучего остатка, % мас. не более	0,0006	0,0030
6. pH водной вытяжки	9-10	9-11
7. Массовая доля воды, % мас. не более	0,01	0,02
8. Массовая доля хлорид-иона, % мас. не более	0,0001	0,0003
9. Проба на фосген	Выдерживает испытание по п. 5.9 настоящего стандарта	

Состав исходного капролактамосодержащего раствора представлен в табл. 3.

Таблица 3 – Состав сырья

Компонент	Содержание
Сульфат аммония	32
Капролактама	19
Вода	48,8
Примеси	0,2

Водный раствор капролактама является продуктом узла экстракции, который в своем составе имеет остаточное количество трихлорэтилена.

Во многих случаях, качество капролактама меняется в зависимости от чистоты трихлорэтилена, используемого для экстракции, потому циркулирующий трихлорэтилен, содержащий в себе примеси (продукты осмоления, сульфат аммония, циклогексанон и др.) постоянно выводится из системы и подвергается регенерации по двухступенчатой схеме.

2.3 Аналитический контроль

Таблица 4 – Аналитический контроль процесса экстракции

Наименование стадии, процесса, место отбора проб	Контролируемый параметр	Ед. изм-я	Норма	Метод испытания
1	2	3	4	5
Трубопровод раствора капролактама в трихлорэтилене после экстрактора поз.2/06 _{1, 2, 3} Ап 4-1 ₁ ; 4-1 ₂ ;4-1 ₃	Массовая доля капролактама	%	Не более 19	По плотности
Трубопровод водного остатка после экстракторов поз. 2/06 _{1, 2, 3} Ап 4-2 ₁ ; 4-2 ₂ ;4-2 ₃	а) массовая доля капролактама	%	Не более 2,5	Потенциометрический
	б) массовая доля трихлорэтилена	%	Не более 0,03	Хроматографический

Продолжение табл. 4

1	2	3	4	5
Трубопровод трихлорэтилена на входе в экстрактор поз. 2/06 _{1,2,3} Ап 4-3 ₁ ; 4-3 ₂ ; 4-3 ₃	Массовая доля капролактама в циркулирующем ТХЭ	%	Не более 1	Потенциметрический или хроматографический
Трубопровод раствора капролактама в трихлорэтилене после разделительного сосуда поз. 2/09 _{1,2,3} Ап 4-4 ₁ ; 4-4 ₂ ; 4-4 ₃	Массовая доля капролактама	%	Не более 19	По плотности
Трубопровод водного слоя после разделительного сосуда поз. 2/09 _{1,2,3} Ап 4-5 ₁ ; 4-5 ₂ ; 4-5 ₃	Массовая доля капролактама	%	Не нормируется	Рефрактометрический
Трубопровод конденсата перед экстрактором поз. 2/10 _{1,2,3} Ап 4-6 ₁ ; 4-6 ₂ ; 4-6 ₃	Массовая доля капролактама в конденсате	%	Не более 0,5	Рефрактометрический
Трубопровод раствора «лактама-вода» после экстрактора 2/10 _{1,2,3} Ап 4-7 ₁ ; 4-7 ₂ ; 4-7 ₃	а) массовая доля капролактама	%	22-32	По плотности
	б) удельная электропроводность	мкС м/см	Не более 100	Кондуктометрический
	в) рН	рН	5,0-9,0	Потенциметрический
	г) оптическая плотность		Не более 0,5	Спектрофотометрический
	д) перманганатный индекс (в пересчете на 100 %-ый лактам)	ед.	Не нормируется	Спектрофотометрический
Трубопровод циркуляционного трихлорэтилена после экстрактора поз. 2/10 _{1,2,3} Ап 4-8 ₁ ; 4-8 ₂ ; 4-8 ₃	Массовая доля капролактама	%	Не более 1,0	Потенциметрический или хроматографический
Сборник циркулирующего трихлорэтилена поз. 2/61 _{1,2} Ап 4-11 ₁ ; 4-11 ₂	Массовая доля капролактама	%	Не более 1	Потенциметрический или хроматографический

Продолжение табл. 4

1	2	3	4	5
Трубопровод раствора сульфата аммония после экстрактора поз. 2/37 _{1,2} Ап 4-12 ₁ ; 4-12 ₂	а) массовая доля капролактама	%	Не более 0,4	Спектрофотометрический
	б) массовая доля сульфата аммония	%	38-42	По плотности
	в) рН	рН	4,5-6,5	Потенциометрический
	г) бихроматная окисляемость (ХПК)	мгО/ дм ³	Не более 4000	Титриметрический
	д) массовая доля трихлорэтилена	%	Не более 0,06	Дина-Старка
Трубопровод раствора капролактама в трихлорэтилене после экстрактора поз. 2/37 _{1,2} Ап 4-14 ₁ ; 4-14 ₂	а) массовая доля капролактама	%	Не более 9	По плотности
	б) удельная электропроводность	мкС м/см	Не более 50	Кондуктометрический
Трубопровод раствора сульфата аммония после разделительного сосуда поз. 2/40 _{1,2} Ап 4-15 ₁ ; 4-15 ₂	а) массовая доля капролактама	%	Не более 0,4	Спектрофотометрический
	б) массовая доля трихлорэтилена	%	Не более 0,06	Дина-Старка.
Насос поз. 2/86, сточная вода Ап 4-17	а) массовая доля капролактама	%	Не нормируется	Потенциометрический
	б) массовая доля сульфата аммония	%	Не нормируется	Титриметрический
	в) массовая доля трихлорэтилена	%	Не более 0,03	Хроматографический
	г) рН	рН	3 - 8,5	Потенциометрическим
Трубопровод «лактама-воды» после колонны поз.1073 Ап 4-18	Массовая доля трихлорэтилена	%	Не более 0,01	Хроматографический
Трубопровод лактамного масла после насоса поз. 1125 _{1,2} Ап 4-19 _{1,2}	а) перманганатная потребность	мг К Мп О ₄ /к г	Не более 2000	Титриметрический
	б) рН	рН	4,5-6,5	Потенциометрический
	в) массовая доля капролактама	%	Не менее 60	Потенциометрический

2.4 Возможности модернизации

2.4.1 Применение барботажного экстрактора улучшенной конструкции

Для идентификации процесса экстракции возможно использовать многоступенчатый барботажный экстрактор, который может быть использован при разделении смеси «трихлорэтилен-капролактамы-вода».

Многоступенчатый барботажный экстрактор включает в себя вертикальный корпус, разделенный перегородками на секции-отстойники с расположенными внутри них смесительными устройствами, выполненными в виде двух концентрических патрубков, газораспределительные насадки с отверстиями, насадки для перетока тяжелой жидкости и переточные трубки для легкой жидкости с отверстиями. В каждой секции-отстойнике наружный патрубок смесительного устройства установлен на нижней перегородке, а его верхний срез расположен на середине высоты секции-отстойника. Внутренний патрубок смесительного устройства установлен с зазором к нижней перегородке, а в его верхнем торце выполнены отверстия для выхода газа из смесительного устройства. Газораспределительный насадок выполнен в виде перевернутого стакана с отверстиями в верхней крышке, расположенными выше нижнего среза внутреннего патрубка смесительного устройства. Нижний срез газораспределительного насадка расположен ниже отверстий для выхода газа из смесительного устройства нижележащей секции-отстойника. В полотно верхней крышки газораспределительного насадка концентрично смесительному устройству установлена переточная трубка для легкой жидкости, нижний срез которой расположен ниже отверстий для выхода газа из смесительного устройства нижележащей секции-отстойника, а отверстия в ее верхней части расположены внутри насадка для перетока тяжелой жидкости, нижний срез которого расположен ниже отверстий для выхода газа из смесительного устройства. Достижимый при этом технический результат заключается в расширении технологических возможностей экстрактора путем использования его для переработки

жидкостных систем, в которых диспергированию подвергается легкая жидкость, а тяжелая жидкость является сплошной средой.

Вертикальный корпус 1 экстрактора разбит перегородками 2 на отдельные секции-отстойники, в которых установлены вертикальные смесительные устройства, состоящие из концентрических внутренних 3 и наружных 4 патрубков. Внутренние патрубки 3 прикреплены к верхним перегородкам секций-отстойников и в их верхних торцах выполнены отверстия 5 для выхода инертного газа из смесительных устройств, а нижние торцы патрубков 3 установлены с зазором по отношению к нижним перегородкам секций-отстойников. Наружные патрубки 4 смесительных устройств установлены на нижней перегородке и их верхние срезы расположены на серединах высот секций-отстойников. В каждой перегородке 2 соосно смесительным устройствам закреплены газораспределительные насадки 6 в виде перевернутых стаканов, в верхних крышках которых выполнены отверстия 7 для подачи газа внутрь смесительных устройств. Соосно газораспределительным насадкам 6 в полотнах их верхних крышек закреплены переточные трубки 8 для легкой жидкости, которые в верхних заглушенных концах имеют отверстия 9. В каждой перегородке 2 соосно смесительным устройствам крепятся также насадки 10 для перетока тяжелой жидкости из отстойных частей вышележащих секций-отстойников в смесительные устройства нижележащих секций-отстойников.

Работает экстрактор следующим образом (рис. 6).

Тяжелая жидкость из отстойной части вышележащей секции-отстойника через насадок 10 поступает внутрь патрубка 3 смесительного устройства. Сюда же через отверстия 9 трубки 8 поступает легкая жидкость из отстойной части нижележащей секции-отстойника. При совместном движении жидкостей сверху вниз внутри патрубка 3 они интенсивно перемешиваются пузырьками инертного газа, которые поступают внутрь

патрубка 3 через отверстия 7 в верхних крышках газораспределительного насадка 6. Количество и размер отверстий 7 рассчитывается и подбирается таким образом, чтобы под перегородкой образовывалась газовая подушка высотой « h_1 », при этом ее величина должна быть больше размера « h_2 », который определяет величину опускания нижнего торца насадка 10 под перегородку 2. Наличие газовой подушки высотой « h_1 » необходимо для обеспечения равномерного распределения газа по всем параллельно работающим смесительным элементам секции-отстойника.

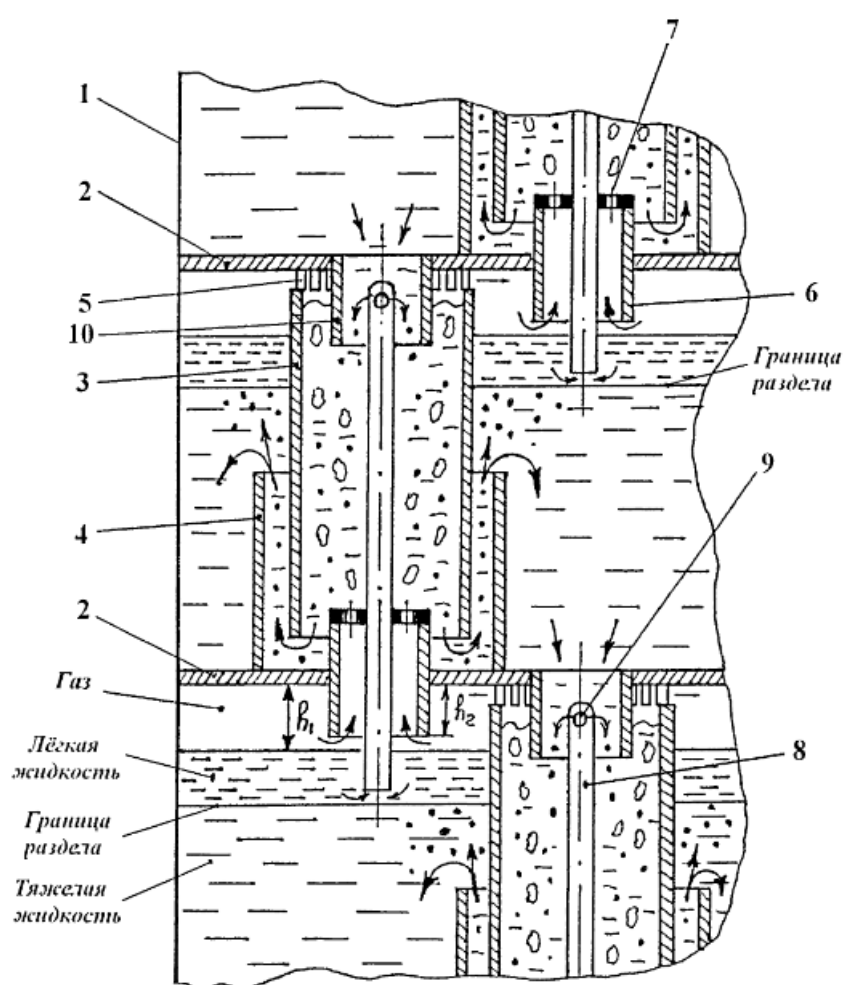


Рисунок 6 – Устройство экстрактора

Перемешанные внутри патрубка 3 жидкости проходят далее в зазор между патрубком 3 и перегородкой 2, движутся снизу вверх в кольцевом канале между патрубками 3 и 4 и выходят в отстойную часть секции-отстойника, где капли легкой жидкости оседают в сплошной слой, из

которого легкая жидкость перетекает в смесительное устройство вышележащей секции-отстойника по трубкам 8, а тяжелая жидкость перетекает в смесительное устройство нижележащей секции-отстойника по насадку 10. Границы раздела легкой и тяжелой жидкостей в секциях-отстойниках определяют выступающие под перегородки 2 нижние срезы переточных трубок 8 для легкой жидкости.

Расположение нижних срезов газораспределительных насадков 6 ниже отверстий 5 для выхода инертного газа из внутренних патрубков 3 смесительных устройств нижележащих секций-отстойников, но выше нижних срезов насадков 10, гарантирует наличие газового слоя высотой « h_1 » под верхними перегородками секций-отстойников, что препятствует выходу смеси жидкостей в отстойные части секций-отстойников через отверстия 5 и позволяет направить жидкости по вышеописанному пути внутри смесительных устройств. Расположение верхних крышек газораспределительных насадков 6 выше нижних срезов внутренних патрубков 3 смесительных устройств препятствует попаданию пузырьков газа в отстойные части секций-отстойников через кольцевой канал между патрубками 3 и 4, что мешало бы спокойному расслаиванию жидкостей там.

Производительность экстрактора определяется числом параллельно работающих в секции-отстойнике смесительных устройств, а необходимая степень извлечения целевого компонента - числом секций-отстойников.

Испытания моделей экстрактора на системах "трихлорэтилен-капролактан-вода" (трихлорэтилен - тяжелая жидкость, вода - легкая жидкость) с использованием в качестве инертного газа - азота показали высокую эффективность процесса экстракции и возможность использования аппарата при любом объемном соотношении "тяжелая жидкость : легкая жидкость", начиная с «3:1» и более. Визуальные наблюдения сквозь стеклянные обечайки секций за процессом расслоения жидкостей в отстойных частях показали, что указанный процесс происходит без

присутствия пузырьков азота, а это свидетельствует о прохождении инертного газа только внутри внутренних патрубков смесительных устройств, т.е. о хорошей гидродинамической обстановке в каждой секции в целом.

Использование данного многоступенчатого барботажного экстрактора для промышленных систем, в которых диспергированию подвергается легкая жидкость, а тяжелая является сплошной средой, позволяет добиться высокой эффективности процесса путем простого регулирования количества подаваемого в аппарат инертного газа, а также достигать практически неограниченной производительности экстрактора ввиду возможности установки в каждой секции-отстойнике любого количества параллельно работающих смесительных устройств [24].

2.4.2 Применение ротационного экстрактора

Роторно-дисковые экстракторы (РДЭ) представляют собой конструкцию с механическим приводом, которая широко используется в промышленности благодаря своей эффективности в жидкостных системах с низким межфазным натяжением. РДЭ имеет вал, расположенный внутри по центру колонны, а перемешивание осуществляется от верхней части колонны при помощи двигателя. На валу находится ряд круглых дисковых контакторов, которые перемешивают жидкости в дисперсной фазе.

Поддержание размера дисперсных капель по всей длине колонны обеспечивает необходимую межфазную площадь поверхности, необходимую для эффективной работы колонны. Эта колонна также имеет кольцеобразные статоры, которые расположены на внутренних стенках колонны, характеризующиеся большим диаметром по сравнению с дисками.

Назначение статоров - обеспечить секции вдоль стенки колонны для каждого дискового контактора, что позволяет дополнительно диспергировать фазы.

Поскольку противоток жидкости зависит от плотности, в каждом статорном отсеке существует сложный режим смешивания. Сначала жидкости контактируют с вращающимся диском, где сила сдвига разрушает капли и заставляет диспергированную фазу вращаться в том же направлении, что и диск из-за отсутствия условий скольжения по поверхности диска. Существуют также горизонтальные вихри. Сочетание горизонтального вращения жидкости и вихревого потока приводит к возникновению тороидальных вихрей в каждом отсеке, создавая турбулентность в жидкости, что приводит к разрушению капель диспергированной фазы.

В работе [25] приводятся результаты исследования применения внутренней конструкции экстрактора, представленной на рис. 7, в процессе экстракции капролактама.

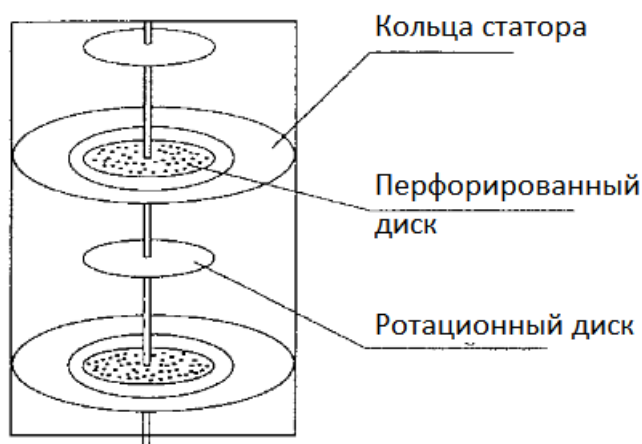


Рисунок 7 – Внутреннее устройство экстрактора

В качестве перфорированных дисков в работе предлагается использование модификаций, представленных на рис. 8.

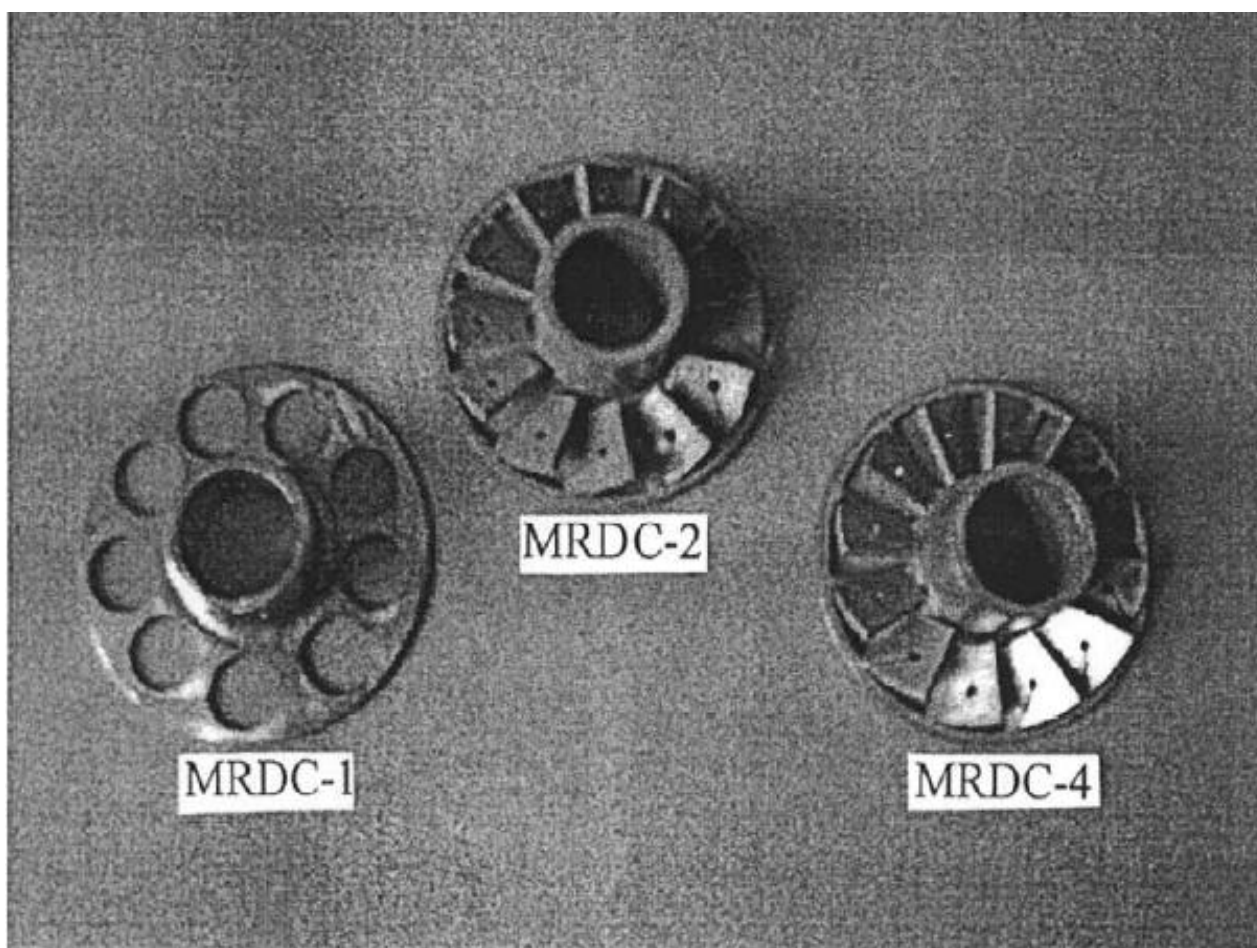
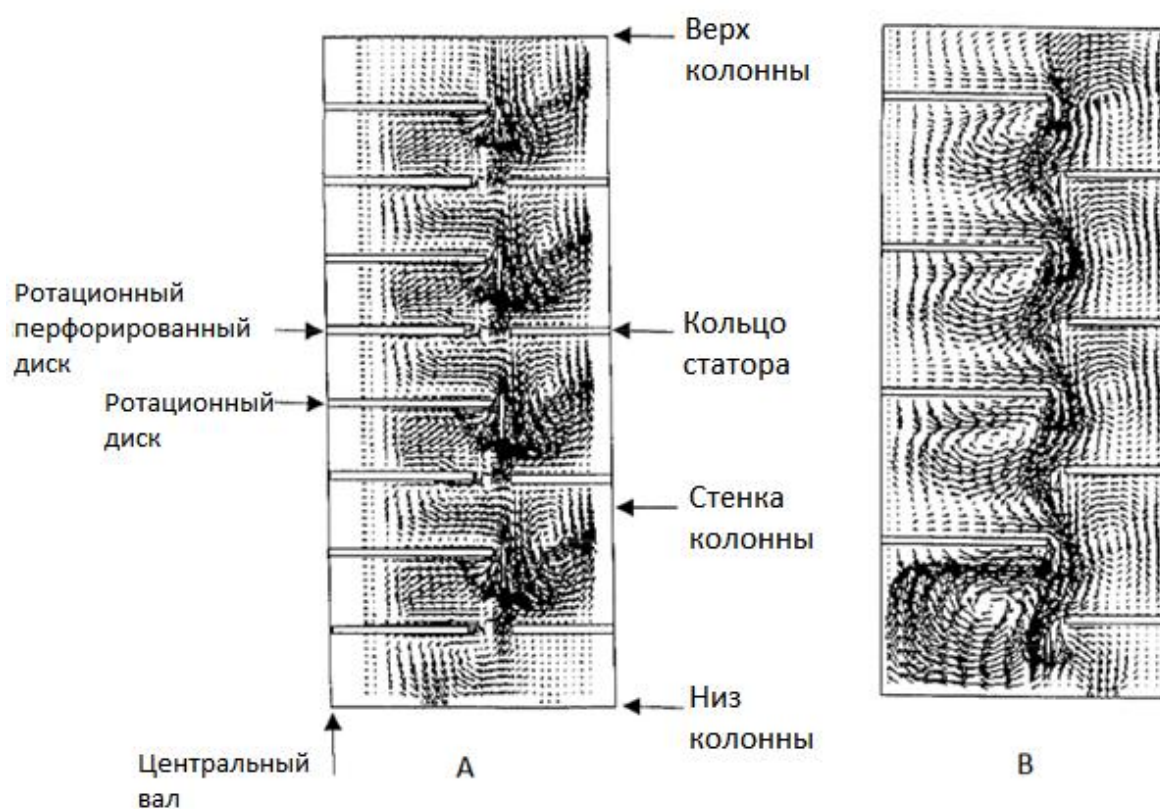


Рисунок 8 – Конструкции перфорированных дисков

Рисунок 9 показывает, что завихрения между вращающимися дисками были эффективно подавлены путем перехода от обычного ротационно-дискового экстрактора к модифицированной его конструкции.

Предлагаемые модифицированные ротационно-дисковые экстракционные колонны обладают следующими преимуществами:

- высокой массопередачи;
- высокой удерживающей способностью дисперсной фазы;
- высоким коэффициентом использования свободного объема по сравнению с традиционной конструкцией роторно-дискового экстрактора.



А – колонна с модифицированными дисками, В – колонна с обычными дисками

Рисунок 9 – Распределение материальных потоков внутри экстрактора

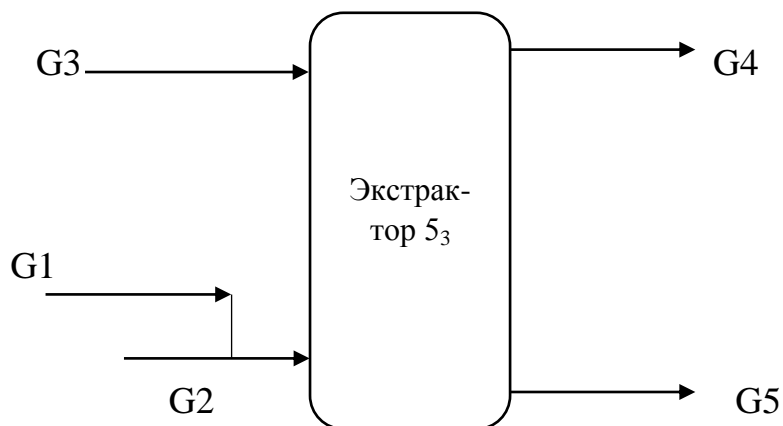
Экспериментальные результаты показывают, что при одинаковых условиях проведения процесса эффективность массообмена увеличивается на 20-35% по сравнению с традиционными конструкциями аппарата.

Предлагаемые конструкции были испытаны при реконструкции промышленной колонны экстракции капролактама с увеличением мощности на 40%. Концентрация капролактама в рафинате, полученном экстракцией на предлагаемых устройствах, снизилась с 0,5% (вес) до 0,1-0,2% (вес).

3 РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ

3.1 Материальный баланс существующей установки

Схема материальных потоков экстрактора представлена на рис. 10.



G1 – лактамное масло; G2 – рафинат экстракторов 2/06_{1,2}; G3 – раствор ТХЭ;
G4 – водный остаток; G5 – раствор капролактама в ТХЭ

Рисунок 10 – Схема материальных потоков экстрактора 2/06₃

Исходные данные к расчету:

1. Состав лактамного масла представлен в табл. 5.
2. Состав регенерированного раствора ТХЭ представлен в табл. 6.

Таблица 5 – Состав лактамного масла

Компонент	Содержание, % масс.
Сульфат аммония	1
Капролактама	65
Вода	33,5
Примеси	0,5

Таблица 6 - Регенерированный ТХЭ

Компонент	Содержание, % масс.
Капролактам	0,5
ТХЭ	99,5

3. Содержание капролактама в отходящем верхнем потоке составляет 0,5%;

4. Содержание капролактама в органическом слое на выходе из экстрактора не более 16%.

5. Массовое соотношение потоков $G_1:G_2 = 1:0,7$

6. Содержание капролактама в G_2 составляет 2,5 %.

7. Расход лактамного масла на очистку 7500 кг/ч; расход ТХЭ 28000 кг/ч

Состав лактам-воды на очистку:

$$G_i^1 = G_1 \cdot W_i^1,$$

где G_1 – расход лактамного масла, кг/ч;

W_i^1 – содержание i -го компонента в масле, % масс.

Мольный расход компонента:

$$g_i^1 = \frac{G_i^1}{M_i},$$

где M_i – молярная масса i -го компонента.

Результаты расчета сведены в табл. 7.

Таблица 7 – Состав потока G1

Компонент	% масс.	кг/ч	кг/кмоль	кмоль/ч
Сульфат аммония	1	75	132	0,57
Капролактамы	65	4875	113	43,14
Вода	33,5	2512,5	18	139,58
Примеси	0,5	37,5		
Итого:	100	7500		183,29

Поток G2 представляет собой смесь рафинатов с экстракторов 2/06_{1,2}. Потоки рафинатов идентичны по составу и содержат в себе 2,5 % капролактама, 97% от исходного количества сульфата аммония, перешедшего из исходного масла. А также 1,1% ТХЭ.

Состав потока G2 представлен в табл. 8.

Таблица 8 – Состав потока G2

Компонент	% масс.	кг/ч	кг/кмоль	кмоль/ч
Сульфат аммония	2,73	145,50	132	1,10
Капролактамы	2,50	133,43	113	1,18
Вода	92,27	4924,50	18	273,58
Примеси	1,40	75,00		
ТХЭ	1,10	58,71	131	0,45
Итого:	100	5337,137		276,31

Состав суммарного потока лактамного масла на очистку (G1+G2) представлен в таблице 9.

Таблица 9 – Состав масла на очистку

Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.
Сульфат аммония	220,5	1,67	1,72
Капролактam	5008,43	44,32	39,02
Вода	7437	413,17	57,93
Примеси	112,5		0,88
ТХЭ	58,71	0,45	0,46
Итого:	12837,14	459,61	100,00

Количество ТХЭ в потоке G3:

$$G_{\text{ТХЭ}}^3 = G_3 \cdot 99,5/100$$

$$G_{\text{ТХЭ}}^3 = 28000 \cdot \frac{99,5}{100} = 27860 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{ТХЭ}}^3 = \frac{27860}{131} = 212,67 \text{ кмоль/ч}$$

Количество капролактама в потоке G3:

$$G_{\text{к-м}}^3 = G_3 - G_{\text{ТХЭ}}^3$$

$$G_{\text{к-м}}^3 = 28000 - 27860 = 140 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{к-м}}^3 = \frac{140}{113} = 1,30 \text{ кмоль/ч}$$

Статья прихода материального баланса представлена в табл. 10.

В процессе экстракции практически весь капролактam из водного слоя переходит в органический. Конечное содержание капролактама в рафинате составляет 0,5%. Количество ТХЭ в водном слое составляет на выходе 1,1 %.

Раствор ТХЭ в процессе экстракции насыщается капролактамом до содержания последнего не более 19 % мас. При этом раствор загрязняется примесями, некоторым количеством воды и сульфата аммония.

Таблица 10 – Статья прихода

Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.
- лактамное-масло			
Сульфат аммония	75	0,57	1
Капролактам	4875	43,14	65
Вода	2512,5	139,58	33,5
Примеси	37,5		0,5
- рафинат экстракторов б _{1,2}			
Сульфат аммония	145,50	1,10	2,73
Капролактам	133,43	1,18	2,50
Вода	4924,50	273,58	92,27
Примеси	75,00		1,40
ТХЭ	58,71	0,45	1,10
- регенерированный ТХЭ			
ТХЭ	27860	212,67	99,5
Капролактам	140	1,24	0,5
ИТОГО:	40837,14	673,51	100

Состав рафината, покидающего экстрактор, представлен в табл. 11.

Таблица 11 – Состав рафината (поток G4)

Компонент	% масс.	кг/ч	кг/кмоль	кмоль/ч
Сульфат аммония	2,78	213,89	132	1,62
Капролактам	0,50	38,41	113	0,34
Вода	94,88	7288,26	18	404,90
Примеси	0,73	56,25		
ТХЭ	1,10	84,49	131	0,64
Итого:	100,00	7681,30		407,51

Количество капролактама в составе органического слоя:

$$G_{\text{к-л}}^5 = G_{\text{к-л}}^{1-2} + G_{\text{к-л}}^3 - G_{\text{к-л}}^4$$

$$G_{\text{к-л}}^5 = 5008,43 + 140 - 38,41 = 5110,02 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{к-л}}^5 = \frac{5194,08}{113} = 45,965 \text{ кмоль/ч}$$

Количество сульфата аммония в составе органического слоя:

$$G_{\text{СА}}^5 = 220,5 - 213,89 = 6,61 \text{ кг/ч}$$

Количество воды в органическом слое:

$$G_{\text{H}_2\text{O}}^5 = 7437 - 7288,26 = 148,74 \text{ кг/ч}$$

Количество примесей в органическом слое:

$$G_{\text{прим}}^5 = 112,5 - 56,25 = 56,25 \text{ кг/ч}$$

Расход ТХЭ:

$$G_{\text{ТХЭ}}^5 = 58,71 + 27860 - 84,49 = 27834,22$$

Концентрация капролактама в потоке G5:

$$W_{\text{к-л}}^5 = \frac{G_{\text{к-л}}^5}{G_{\text{к-л}}^5 + G_{\text{СА}}^5 + G_{\text{H}_2\text{O}}^5 + G_{\text{прим}}^5 + G_{\text{ТХЭ}}^5} \cdot 100\%$$

$$W_{\text{к-л}}^5 = \frac{5110,02}{5110,02 + 6,61 + 148,74 + 56,25 + 27834,22} \cdot 100\% = 15,4$$

Материальный баланс процесса представлен в табл. 12.

Таблица 12 – Материальный баланс

Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.	Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.
- лактамное-масло				- рафинат			
Сульфат аммония	75	0,57	1	Сульфат аммония	213,89	1,62	2,78
Капролактам	4875	43,14	65	Капролактам	38,41	0,34	0,50
Вода	2512,5	139,58	33,5	Вода	7288,26	404,90	94,88
Примеси	37,5		0,5	Примеси	56,25		0,73
- рафинат экстракторов б _{1,2}				ТХЭ	84,49	0,64	1,1
Сульфат аммония	145,50	1,10	2,73	- раствор капролактама в ТХЭ			
Капролактам	133,43	1,18	2,50	Сульфат аммония	6,61	0,05	0,02
Вода	4924,50	273,58	92,27	Капролактам	5110,02	45,22	15,41
Примеси	75,00		1,40	Вода	148,74	8,26	0,45
ТХЭ	58,71	0,45	1,10	Примеси	56,25		0,17
- регенерированный ТХЭ				ТХЭ	27834,22	212,47	83,95
ТХЭ	27860	212,67	99,5				
Капролактам	140	1,24	0,5				
ИТОГО:	40837,14	673,51	100	ИТОГО:	40837,14	673,51	100

3.2. Тепловой баланс существующего экстрактора

Исходные данные к расчету:

1. Температура раствора капролактама, покидающего нижнюю часть экстрактора равна 45°C;
2. Температура раствора ТХЭ, поступающего в экстрактор, 40°C;
3. Температура лакмам-масла на стадию экстракции 50°C.

Основное уравнение теплового баланса:

$$Q_1 + Q_2 = Q_3 + Q_4 + Q_5$$

где Q_1 – физическое тепло лактам-масла на входе в экстрактор, кДж/ч;

Q_2 – физическое тепло регенерированного ТХЭ, кДж/ч;

Q_3 – физическое тепло рафината, кДж/ч;

Q_4 – физическое тепло раствора капролактама в ТХЭ;

Q_5 - потери тепла, кДж/ч.

Физическое тепло компонента потока рассчитывается по формуле:

$$Q_i = c \cdot G_i \cdot t,$$

где c – удельная теплоемкость компонента смеси при данной температуре, кДж/кг·град;

G_i – массовый расход компонента смеси, кг/ч;

t – температура смеси, °С.

Т.к. регенерированный ТХЭ содержит в своем составе незначительные примеси капролактама, теплоемкостью капролактама можно пренебречь. Тогда теплоемкость ТХЭ при температуре 40°C будет равна:

$$c_{\text{ТХЭ}}^{40} = 0,9769 \text{ кДж/кг} \cdot \text{град}$$

Водный раствор капролактама также содержит в своем составе малое количество примесей, в т.ч. и сульфата аммония. Теплоемкость 40% раствора капролактама при температуре 50°C равна:

$$c_{к-м}^{50} = 3,4355 \text{ кДж/кг} \cdot \text{град}$$

Количество физического тепла от входящих потоков:

$$Q_1 = 3,4355 \cdot 12837,14 \cdot 45 = 1984589,75 \text{ кДж/ч}$$

$$Q_2 = 0,9767 \cdot 28000 \cdot 40 = 1093904 \text{ кДж/ч}$$

Суммарный приход тепла:

$$Q_{\text{прих}} = Q_1 + Q_2$$

$$Q_{\text{прих}} = 1984589,75 + 1093904 = 3078493,75 \text{ кДж/ч}$$

Рассчитаем физическое тепло кубового продукта экстрактора:

- теплоемкость капролактама при температуре $c_{к-м}^{45} = 1,97 \text{ кДж/кг} \cdot \text{К}$

- теплоемкость ТХЭ при температуре 45°C

$$c_{\text{ТХЭ}}^{45} = 0,9804 \text{ кДж/кг} \cdot \text{К}$$

- тепло, покидающее экстрактор вместе с кубовым продуктом

$$Q_4 = 1,97 \cdot 5110,02 + 0,9804 \cdot 27834,22 \cdot 40 = 1494216,35 \text{ кДж/ч}$$

Потери тепла в аппарате примем равными 3% от прихода. Тогда:

$$Q_5 = 0.03 \cdot Q_{\text{прих}}$$

$$Q_5 = 0.03 \cdot 3078493,75 = 92354,81 \text{ кДж/ч}$$

Тогда количество теплоты, покидающее реактор вместе с верхним продуктом:

$$Q_3 = Q_{\text{прих}} - Q_4 - Q_5$$

$$Q_3 = 3078493,75 - 1494216,35 - 92354,81 = 1491922,59 \text{ кДж/ч}$$

Средняя теплоемкость водного раствора сульфата аммония на выходе из аппарата в диапазоне температур от 40 до 50°C:

$$c_{CA}^{40-50} = 4,033 \text{ кДж/кг} \cdot \text{град}$$

Температура потока, отходящего сверху экстрактора:

$$t = \frac{Q_3}{G_4 \cdot c_{CA}^{40-50}}$$

$$t = \frac{1491922,59}{7681,30 \cdot 4,033} = 48^\circ\text{C}$$

3.3 Материальный баланс проектируемого экстрактора

Материальный баланс проектируемого экстрактора рассчитывается исходя из данных [25]. Согласно результатам промышленных испытаний, описанных в работе, концентрация капролактама в рафинате уменьшается до 0,1-0,2% при этом эффективность массообмена увеличивается в среднем на 30% по сравнению с существующим процессом.

Согласно данным материального баланса существующего экстрактора количество сульфат аммония, перешедшего в органический слой:

$$G_{CA} = G_{CA}^5 = 6,61 \text{ кг/ч}$$

При улучшенном массообмене данная величина будет ниже:

$$G'_{CA} = 6,61 - 6,61 \cdot 0,3 = 4,63 \text{ кг/ч}$$

Количество ТХЭ, уносимого водным слоем, также будет снижено:

$$G'_{ТХЭ} = 84,49 - 84,49 \cdot 0,3 = 59,14 \frac{\text{кг}}{\text{ч}}$$

Количество воды в составе ТХЭ:

$$G'_{H_2O} = 148,74 - 148,74 \cdot 0,3 = 104,12 \text{ кг/ч}$$

Состав рафината, покидающего экстрактор в верхней части его колонны представлен в табл. 13.

Таблица 13 – Состав рафината

Компонент	% масс.	кг/ч	кг/кмоль	кмоль/ч
Сульфат аммония	2,81	215,87	132	1,64
Капролактам	0,10	7,67	113	0,07
Вода	95,58	7332,88	18	407,38
Примеси	0,73	56,25		
ТХЭ	0,77	59,14	131	0,45
Итого:	100	7671,81		409,54

Состав кубового продукта представлен в табл. 14.

Таблица 14– Состав раствора капролактама в ТХЭ

Компонент	% масс.	кг/ч	кг/кмоль	кмоль/ч
Сульфат аммония	0,01	4,63	132	0,04
Капролактам	15,50	5140,76	113	45,49
Вода	0,31	104,12	18	5,78
Примеси	0,17	56,25		
ТХЭ	84,00	27859,57	131	212,67
Итого:	100	33165,33		263,98

Предполагаемый материальный баланс процесса представлен в табл. 15.

Таблица 15 – Материальный баланс

Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.	Компонент	кг/ч	кмоль/ч	% масс.
- лактамное-масло				- рафинат			
Сульфат аммония	75	0,57	1	Сульфат аммония	215,87	1,64	2,81
Капролактam	4875	43,14	65	Капролактam	7,67	0,07	0,10
Вода	2512,5	139,58	33,5	Вода	7332,88	407,38	95,58
Примеси	37,5		0,5	Примеси	56,25		0,73
- рафинат экстракторов б _{1,2}				ТХЭ	59,14	0,45	0,77
Сульфат аммония	145,50	1,10	2,73	- раствор капролактама в ТХЭ			
Капролактam	133,43	1,18	2,50	Сульфат аммония	4,63	0,04	0,01
Вода	4924,50	273,58	92,27	Капролактam	5140,76	45,49	15,50
Примеси	75,00		1,40	Вода	104,12	5,78	0,31
ТХЭ	58,71	0,45	1,10	Примеси	56,25		0,17
- регенерированный ТХЭ				ТХЭ	27859,57	212,67	84,00
ТХЭ	27860	212,67	99,5				
Капролактam	140	1,24	0,5				
ИТОГО:	40837,14	673,51	100	ИТОГО:	40837,14	673,51	100

Количество капролактама дополнительно переходящее в органический слой:

$$G_{к-л} = 5140,76 - 5110,02 = 30,74 \text{ кг/ч}$$

Таким образом предлагаемый способ оптимизации стадии экстракции позволяет выделить дополнительное количество капролактама, равное 243,5 т/год (при работе установки 330 дней в году). Параметры процесса при этом остаются неизменными.

3.4 Расчет экстрактора

Размеры капель:

$$d = 16.7 \cdot \frac{\mu_c^{0.3} \cdot \sigma^{0.5}}{(nD_p)^{0.9} \rho_c^{0.8} \cdot g^{0.2} N^{0.23}}$$

где μ_c – вязкость сплошной фазы (ТХЭ) Па*с;

ρ_c – плотность сплошной фазы, кг/м³;

N – число дисков в экстракторе;

$D_p = \frac{2}{3} \cdot D$ – диаметр дисков, м;

σ -коэффициент поверхностного натяжения водного раствора капролактама, ;

n – частота вращения, с⁻¹.

$$d = 16.7 \cdot \frac{0,58 \cdot 10^{-3} \cdot 0,3 \cdot 0,0491^{0.5}}{0,2 \cdot 0,91465^{0.8} \cdot 9.81^{0.2} 24^{0.23}} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$$

Скорость свободного осаждения капель трихлорэтиленом:

$$w_0 = \frac{\Delta \rho g d (\mu_d + \mu_c)}{6 \mu_c (2 \mu_c + 3 \mu_d)}$$

где μ_c, μ_d – вязкости соответственно сплошной и дисперсной фаз;

$\Delta\rho$ – разность плотностей фаз.

$$w_0 = \frac{1465 - 1021 \cdot 9,81 \cdot 1,5 \cdot 10^{-3} \cdot (2,237 + 0,566)}{6 \cdot 0,566 \cdot (2 \cdot 0,566 + 3 \cdot 2,237 \cdot)} = 6,94 \text{ см/с}$$

Характеристическая скорость капель:

$$\alpha = \frac{(D_c + D_p)}{D} \cdot \frac{D_c + D_p}{D}^2 + \frac{h}{D}^{2 \cdot 0,5}$$

где $D_c = \frac{3}{4} \cdot D$ – диаметр колец статора;

$h = \frac{1}{3} \cdot D$ – высота секции.

$$\alpha = \frac{(D_c + D_p)}{D} \cdot \frac{D_c + D_p}{D}^2 + \frac{h}{D}^{2 \cdot 0,5}$$

$$\alpha = \frac{3}{4} + \frac{2}{3} \cdot \frac{900 - 800}{1200}^2 + \frac{1}{3}^{2 \cdot 0,5} = 0,486$$

Характеристическая скорость капель равна:

$$w_{\text{хар}} = \alpha \cdot w_0$$

$$w_{\text{хар}} = 0,486 \cdot 6,94 = 3,376 \text{ см/с}$$

Фиктивная суммарная скорость фаз при захлебывании из уравнения:

$$w_d + w_{c_3} = 1 - 4 \cdot \Phi_3 + 7 \cdot \Phi_3^2 - 4 \cdot \Phi_3^3 \cdot w_{\text{хар}}$$

где $\Phi = \frac{V_d}{(V_d + V_c)}$ – объемная доля дисперсной фазы в рабочей зоне

экстрактора (удерживающая способность).

$$\Phi = \frac{12837,14/1021}{(12837,14/1021 + 28000/1465)} = 0,397$$

$$w_d + w_{c_3} = 1 - 4 \cdot 0,397 + 7 \cdot 0,397^2 - 4 \cdot 0,397^3 \cdot 3,376 = 0,894 \text{ м/с}$$

Минимально возможный диаметр колонны:

$$D_{min} = \frac{4(V_d + V_c)}{\pi w_d + w_c}$$

$$D_{min} = \frac{4(12837,14/1021 + 28000/1465)}{3600 \cdot 3,14 \cdot 0,894} = 1,11 \text{ м}$$

Принимаем внутренний диаметр колонны равным 1.2 м. Основные внутренние устройства экстрактора имеют следующие размеры:

$$D_p = \frac{2}{3} \cdot D = 0,800 \text{ м}$$

$$D_c = \frac{3}{4} \cdot D = 0,900$$

$$h = \frac{1}{3} \cdot D = 0,400 \text{ м}$$

Частота вращения ротора:

$$n = nD_p / D_p$$

$$n = \frac{0,2}{0,8} = 0,25 \text{ с}^{-1}$$

Скорость движения фаз от скорости захлебывания составляют 0,6 ÷ 0,8, тогда:

$$w_c + w_d = 0,6 \div 0,8 \cdot w_3$$

Принимаем:

$$w_c + w_d = 0,7 \cdot 0,894 = 0,626 \text{ м/с}$$

Скорость движения дисперсной фазы $w_d = 0,417 \text{ м/с}$; сплошной - $w_c = 0,209 \text{ м/с}$.

Удерживающая способность для противоточных колонн:

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + 1 + \frac{w_d}{w_{\text{хар}}} - \frac{w_c}{w_{\text{хар}}} \Phi - \frac{w_d}{w_{\text{хар}}} = 0$$

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + 1 + \frac{0,417}{3,376} - \frac{0,209}{3,376} \Phi - \frac{0,417}{3,376} = 0$$

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + 1,061 \cdot \Phi - 0,123 = 0$$

$$\Phi = 0.160$$

Удельная поверхность контакта фаз равна:

$$a = \frac{6\Phi}{d}$$

$$a = \frac{6 \cdot 0.160}{1.5 \cdot 10^{-3}} = 640 \text{ м}^2/\text{м}^3$$

Коэффициенты продольного перемешивания в сплошно и дисперсной фазе рассчитываются из уравнений:

$$E_c = 0,5 \frac{w_c \cdot h}{1 - \Phi} + 0,09 \cdot \frac{D_p}{D} \cdot \frac{D_c}{D} - \frac{D_p}{D} n D_p h$$

$$E_d = 0,5 \frac{w_d \cdot h}{1 - \Phi} + 0,09 \cdot \frac{D_p}{D} \cdot \frac{D_c}{D} - \frac{D_p}{D} n D_p h$$

Тогда:

$$E_c = 0,5 \frac{0,209 \cdot 0,4}{1 - 0,160} + 0,09 \cdot \frac{2}{3} \cdot \frac{3}{4} - \frac{2}{3} \cdot 0,2 \cdot 0,8 \cdot 0,4 = 0,050$$

$$E_d = 0,5 \frac{0,417 \cdot 0,4}{1 - 0,160} + 0,09 \cdot \frac{2}{3} \cdot \frac{3}{4} - \frac{2}{3} \cdot 0,2 \cdot 0,8 \cdot 0,4 = 0,0995$$

Относительная скорость капель в колонне:

$$w_{\text{от}} = \frac{w_d}{\Phi} + \frac{w_c}{1 - \Phi}$$

$$w_{\text{от}} = \frac{0,417}{0,160} + \frac{0,209}{1 - 0,160} = 2,855 \text{ см/с}$$

Критерий Рейнольдса:

$$Re = \frac{\rho_c w_{от} d}{\mu_c}$$

$$Re = \frac{1465 \cdot 2,855 \cdot 10^{-2} \cdot 1,5 \cdot 10^{-3}}{0,566} = 110,84$$

Параметр Т из уравнения:

$$T = 4 \cdot \Delta \rho g d^2 P^{0,15} / 3 \sigma$$

где:

$$P = \rho_c^2 \sigma^3 / \Delta \rho g \mu_c^4$$

$$P = \frac{1465^2 \cdot 0,0491^3}{1465 - 1021 \cdot 9,81 \cdot (0,566)^4} = 0,568$$

$$T = 4 \cdot \frac{1465 - 1021 \cdot 9,81 \cdot 1,5 \cdot 10^{-3} \cdot 0,568^{0,15}}{3 \cdot 0,0491} = 0,266$$

Так как $T < 70$, то капли не осциллируют.

Рассчитаем коэффициенты массоотдачи:

- для сплошной фазы

Критерий Нуссельта:

$$Nu_c = 0,6 \cdot Re^{0,5} Pr_c^{0,5},$$

где:

$$Pr_c = \mu_c \cdot \frac{c_c}{\varepsilon}$$

где c_c – теплоемкость сплошной фазы, Дж/моль·К;

ε – коэффициент теплопроводности среды, Вт/м·К.

Критерий Прандтля:

$$Pr_c = 0,566 \cdot 122,6 / 0,106 = 654$$

Тогда:

$$Nu_c = 0.6 \cdot 110.84^{0.5} 654^{0.5} = 161.54$$

Коэффициент массоотдачи:

$$\beta_c = Nu_c \cdot \frac{D_c}{d}$$

где D_c - коэффициент диффузии сплошной фазы:

$$D_c = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} (\varphi \cdot M)^{0.5} T}{\mu_c \vartheta^{0.6}}$$

где M – молярная масса ТХЭ;

φ – фактор ассоциации растворителя;

ϑ – мольный объем капролактама.

$$D_c = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} \cdot 1 \cdot 131^{0.5} 318}{0,566 \cdot 133,9^{0.6}} = 2,52 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2/\text{с}$$

$$\beta_c = 169,49 \cdot \frac{2,52 \cdot 10^{-9}}{1,5 \cdot 10^{-3}} = 2,84 \cdot 10^{-4}$$

- для дисперсной фазы

Для определения коэффициента массоотдачи в дисперсной фазе задаемся высотой колонны $H=N \cdot h=24 \cdot 0,4=13$ м. Тогда:

$$D_d = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} \cdot 2,6 \cdot 18^{0.5} 318}{2,237 \cdot 133,9^{0.6}} = 3,8 \cdot 10^{-10} \text{ м}^2/\text{с}$$

$$\tau = \frac{\Phi H}{w_d}$$

$$\tau = \frac{0,160 \cdot 13}{0,417 \cdot 10^{-2}} = 499 \text{ с}$$

Диффузионный критерий Фурье:

$$Fo'_d = \frac{4D_d\tau}{d^2}$$

$$Fo'_d = \frac{4 \cdot 3.8 \cdot 10^{-10} \cdot 499}{(1.5 \cdot 10^{-3})^2} = 0.337$$

Число Вебера:

$$We = \frac{\rho_c \cdot w_{ог}^2 \cdot d}{\sigma}$$

$$We = \frac{1021 \cdot 0,02855^2 \cdot 1.5 \cdot 10^{-3}}{0.0491} = 0.0254$$

Число Прандтля:

$$Pr_d = \frac{\mu_d}{\rho_d \cdot D_d}$$

$$Pr_d = \frac{2,237 \cdot 10^{-3}}{1021 \cdot 3.8 \cdot 10^{-10}} = 5766$$

Число Нуссельта:

$$Nu_d = 31,4 \cdot 0.337^{-0,34} \cdot 5766^{0,12} \cdot 0.0254^{0,37} = 31.8$$

Коэффициент массоотдачи:

$$\beta_d = 31.8 \cdot \frac{3.8 \cdot 10^{-10}}{1.5 \cdot 10^{-3}} = 0.08 \cdot 10^{-4}$$

Коэффициент массопередачи:

$$K_x = \frac{1}{\beta_x} + \frac{1}{m\beta_y}^{-1},$$

где $m = 0.4$ – коэффициент распределения капролактама в ТХЭ [25].

$$K_x = \frac{1}{2.84 \cdot 10^{-4}} + \frac{1}{0,4 \cdot 0.08 \cdot 10^{-4}}^{-1} = 3.16 \cdot 10^{-6}$$

Высота единицы переноса:

$$H_{ox} = \frac{w_c}{K_x \cdot a}$$

$$H_{ox} = \frac{0,209 \cdot 10^{-2}}{3,16 \cdot 10^{-6} \cdot 640} = 1,033 \text{ м}$$

Число единиц переноса:

$$n_{ox} = \frac{m \cdot V_y}{m \cdot V_y} \frac{V_x}{V_x - 1} \ln \frac{m \cdot c_{xn} - c_{yn}}{m \cdot c_{xk} - c_{yk}}$$

где c_{xn} , c_{xk} – начальная и конечная концентрация капролактама в воде, кг/м³;

c_{yn} , c_{yk} – начальная и конечная концентрация капролактама в ТХЭ.

$$n_{ox} = \frac{0,4 \cdot 19,11}{0,4 \cdot 19,11} \frac{12,57}{12,57 - 1} \ln \frac{0,4 \cdot 398,44 - 3,07}{0,4 \cdot 227,17 - 1} = 8,5$$

Высота реакционной зоны:

$$H = H_{ox} \cdot n_{ox} = 1,033 \cdot 8,5 = 8,78 \text{ м}$$

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основными результатами представленной работы являются:

1. Проанализирован состав лактам-масла, поступающего на стадию экстракции;
2. Описаны способы выделения капролактама из лактам-масла. Изучены физико-химические основы процесса экстракции, а также применяемые растворители;
3. Изучены данные регламента установки по производству капролактама ПАО «Куйбышевазот», приведено описание технологической схемы. Предложены варианты модернизации процесса экстракции;
4. В качестве модернизации действующей установки предложена замена внутренних дисков роторно-дискового экстрактора на модифицированные конструкции.
5. Осуществлены технологические расчеты материального и теплового балансов существующего экстрактора, а также материального баланса проектируемого аппарата. Произведен конструктивный расчет экстрактора
6. Результатом предлагаемой технологии является снижение концентрации капролактама в рафинате экстракции до 0,01%, что частично снижает нагрузку на установку утилизации стоков производства капролактама; а также предлагаемый способ оптимизации стадии экстракции позволяет выделить дополнительное количество капролактама, равное 243,5 т/год (при работе установки 330 дней в году). Параметры процесса при этом остаются неизменными.

Таким образом, предлагаемое в работе решение является эффективным.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Елькова О. Ценовая конъюнктура рынка капролактама и метанола. // The Chemical Journal. 2008. № 4. С. 58-61.
2. Ким С. Куда текут адипиновые реки. // The Chemical Journal. 2008. № 10. С. 36-39.
3. Мизеровский Л.Н., Пайкачев Ю.С., Шоличев Н.В. О влиянии качества капролактама на кинетику его полимеризации и свойства получаемого полимера // Известия Вузов. Химия и химическая технология. 1973. Т. 16. № 7. С.1091-1094.
4. Овчинников В.И., Ручинский В.П. Производство капролактама. М.: Химия, 1977, С. 264.
5. Калечиц И.В. Новые нефтехимические процессы и перспективы развития нефтехимии. М.: Химия, 1970, С.328.
6. Y. Izumi et al. Development and Industrialization of the Vapor-Phase Beckmann Rearrangement Process // The Chemical Society of Japan. 2007, vol. 80, №7, p. 1280-1287.
7. Березин КВ., Денисов Е.Г., Эммануэль Н.М. Окисление циклогексана. М.: изд. МГУ, 1962, С. 302.
8. Лупанов П.А., Чичагов В.Н., Чадаев В.П., Ленский Г.В. и др. Качество капролактама, получаемого по схеме окисления циклогексана. // Химическая промышленность. 1975, № 5, С. 336-338.
9. Селиванов Н.М., Потехин В.М., Проскуряков В.А. Изучение состава продуктов окисления метилциклогексана кислородом воздуха // Журнал прикладной химии. 1971, т. 44, № 2, С. 394-398.
10. Фурман М.С., Гольдман А.М. и др. Производство циклогексана и адипиновой кислоты окислением циклогексана. М.: Химия, 1967, С. 240.
11. Зильберман Е.Н. Получение мономера высокой степени чистоты для полиамидных смол. // Химическая промышленность. 1964, № 6, С. 408416.

12. Зшъберман Е.Н., Ивчер Т.С. и др. Образование циклогексен-2-она-1 при дегидрировании циклогексанола // Нефтехимия. 1962, № 1, С.110.
13. Фрейдлин Л.Х., Шарф В.З., Смолян З.С. О составе продуктов дегидрирования циклогексанола на цинковом катализаторе и о превращении получающегося кубового остатка в циклогексанон // Журнал прикладной химии. 1959, т. 32, № 4, С. 901.
14. O. Fukumoto, J. Chem. Soc. Japan. II Ind. Chem. Sec., 1961, т. 64 С. 1668.
15. Карасева С.Я., Красных Е.Л., Леванова С.В. и др. К вопросу о качестве капролактама и полиамида // Российский химический журнал. 2006. Т. L. № 3. С. 54-58.
16. Mikula F. II Chem. Prumysl. 1968, v. 18/43, № 11-12 p. 589-594.
17. Ганков Н.П., Ненов Д.П., Раденков Ф.Д. Зависимость получаемого поликапроамида от качества капролактама. // Журнал прикладной химии. 2005, т. 78, вып. 10, С. 1750-1752.
18. Заявка на изобретение № 454162. Япония. Способ очистки растворов, содержащих капролактамы. Заявл. 22.06.1990, опубл. 12.02.1992. РЖХ-9514Н78П.
19. Glazko, I., Yu, A., Levanova, S. Performance and Selectivity of Organic Solvents in Extraction of Caprolactam from Lactam Oil. Russian J. Appl. Chem. 80 (2007) pp. 941-944.
20. Tettamanti, K., Nogradi, M., Sawinsky, J. Equilibria of the Ternary System Caprolactam / Water / Organic Solvent, in the Liquid State. Periodica Polytechnica. 4 (1960) pp. 201-217.
21. Poraicu, M., Davidescu, C., Pacurariu, C. Hydroquinone Extraction from Acid Solutions. Chem. Bull. Politechnica. 42 (1997) pp 139-143.
22. ПОСТОЯННЫЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ №24 Производство капролактама Цех лактама № 24 (в двух томах) Том I, ПАО «КуйбышевАзот», Тольятти, 2000.
23. ГОСТ 9976-94 Трихлорэтилен технический. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1997.

24. Патент РФ № 2521966ю Барботажный экстрактор. Способ управления экстракцией капролактама/ ФГБОУ ВПО "Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова", 2014.
25. DAVID A. SATO. EXTRACTION OF CAPROLACTAM IN A ROTATING DISK CONTACTOR EXTRACTOR/ Department of Chemical Engineering College of Engineering// KANSAS STATE UNIVERSITY Manhattan, Kansas, 2016.