

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ 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 узла выделения возвратного циклогексанона стадии
оксимиrowания в производстве капролактама»

Студент

А.Ф. Низамова

(И.О. Фамилия)

(личная подпись)

Руководитель

И.В. Цветкова

(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)

« ____ » _____ 2018г.

Тольятти 2018

АННОТАЦИЯ

Выпускная квалификационная работа содержит 56 страниц, 2 рисунка, 13 таблиц.

Объектом исследования является производство капролактама на ПАО «КуйбышевАзот».

МОДЕРНИЗАЦИЯ УЗЛА ВЫДЕЛЕНИЯ ВОЗВРАТНОГО ЦИКЛОГЕКСАНОНА СТАДИИ ОКСИМИРОВАНИЯ В ПРОИЗВОДСТВЕ КАПРОЛАКТАМА.

Цель работы – повысить КПД и диапазон устойчивой работы тарелки на стадии оксимирования в колонне отгонки циклогексанона.

В работе проанализирована действующая колонна отгонки, выявлены её слабые места, предложена модернизация установки. Выполнен расчет материального и теплового баланса колонны отгонки циклогексанона.

Выпускная квалификационная работа выполнена в текстовом редакторе Microsoft Word 2016.

Технологические и конструкционные расчеты выполнены в программе Microsoft Excel 2016.

Чертежи выполнены в графическом редакторе КОМПАС – 3D V16.

ABSTRACT

The final qualifying work contains 56 pages, 2 figures, 13 tables.

The object of the study is the production of caprolactam at PJSC "KuibyshevAzot".

MODERNIZATION OF THE UNIT OF RECYCLING CYCLOHEXXANONE OF THE STAGE OF OXIMATION IN THE PRODUCTION OF CAPROLACTAM.

The purpose of the work is to increase the efficiency and range of stable operation of the dish during the oximation stage in the cyclohexanone distillation column.

In the work the active column of distillation is analyzed, its weak points are revealed, modernization of the installation is proposed. The material and heat balance of the cyclohexanone distillation column is calculated.

The final qualifying work was carried out in the text editor Microsoft Word 2016.

Technological and structural calculations are performed in the program Microsoft Excel 2016.

The drawings are made in the graphic editor KOMPAS-3D V16.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	7
1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ.....	8
1.1. Литературный обзор.....	8-10
1.2. Технология производства капролактама.....	10-19
1.3. Физико-химические основы процесса.....	19-20
1.4. Общая характеристика и свойства.....	20-23
1.5. Патентная часть.....	23-25
1.6. Предлагаемое техническое решение.....	25
1.7. Принцип работы колпачковых тарелок.....	26-27
2. ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	28
2.1. Описание технологической схемы стадии оксимирования	28-30
2.2. Аналитический контроль производства.....	30-33
3. РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ.....	34
3.1. Материальный баланс	34-37
3.2. Тепловой баланс.....	37-41
3.3. Технологический и конструкционный расчет колонны	42
3.3.1. Расчет числа теоретических тарелок	42-43
3.3.2. Определение скорости пара и диаметра колонны.....	43-45
3.3.3. Определение высоты колонны	46
3.3.4. Определение толщины стенки обечайки.....	46
3.3.5. Определение диаметров штуцеров	46-48
3.3.6. Расчет гидравлического сопротивления.....	48-52
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	53
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИСТОЧНИКОВ.....	54-56

ВВЕДЕНИЕ

Капролакта́м является одним из наиболее востребованных и широко применяемых на мировом рынке химических продуктов. Капролакта́м применяют для производства капрона (нейлона-6, полиамид), который, в свою очередь, используется для изготовления волокон, конструкционных пластмасс, полиамидных пленок.

Наибольшие мощности производства сосредоточены в США (20 %), Японии (16 %), Бельгии (9 %) и России (8 %). В России капролакта́м выпускают всего три предприятия: ПАО «КуйбышевАзот» (г. Тольятти), ОАО «Азот» (г. Кемерово) и ОАО «Щекиноазот» (г. Щекино). На 2016 г. доля ПАО «КуйбышевАзота» в производстве капролакта́ма в Российской Федерации составляет 55 %. [1] ПАО «КуйбышевАзот» является лидером в производстве капролакта́ма, полиамида, текстильных и технических нитей в России, СНГ и странах Восточной Европы. Входит в первую десятку предприятий отечественной азотной промышленности. Годовая мощность выпуска капролакта́ма составляет 95000 тонн в год.

На сегодняшний день в промышленности для производства капролакта́ма в качестве сырья используют фенол, бензол и толуол. Но во всех методах промежуточной стадией является оксимирование циклогексанона в циклогексаноноксим, из которого с помощью перегруппировки Бекмана получают капролакта́м.

Цель работы – модернизация узла выделения возвратного циклогексанона стадии оксимирования в производстве капролакта́ма.

Для достижения поставленной цели необходимо:

- Заменить клапанные тарелки в существующей колонне на колпачковые тарелки;
- Выполнить расчет колонны отгонки циклогексанона.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1.1. Литературный обзор

Капролакта́м — это кристаллическое вещество белого цвета и маслянистое на ощупь, которое хорошо растворяется в воде, бензоле, ацетоне и эфире и обладает сравнительно низкой температурой плавления 69,2 °C - впервые было получено в 1899 г. немецким химиком-органиком О. Валлахом. [2]

Циклогексанон является самым известным органическим предшественником капролактама и для его получения используют бензол, а также по реакции гидрирования фенола, либо путем окисления циклогексана. Реакция взаимодействия с сульфатом гидроксиламина, который получают из аммиака, приводит к образованию оксима циклогексанона, который подвергается Бекмановской перегруппировке с образованием семичленного кольцевого ϵ -капролактама. Капролакта́м был впервые успешно полимеризован в Perlon в 1938 году И. Г. Фарбенем, и связанная с ним технология была приобретена в рамках послевоенных репараций западных союзников и бывшего СССР. К 1965 году в других странах, например, в Италии и Японии, были разработаны собственные процессы получения капролактама, каждый из которых включал нитрозирование алифатического кольца.

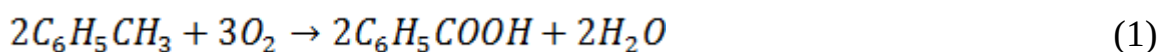
На сегодняшний день разработаны многие методы производства капролактама. Все промышленные процессы основаны на бензоле или толуоле и являются многоступенчатыми процессами, в которых в качестве побочного продукта образуются сульфат аммония, а иногда и органические соединения. Большие количества сульфата аммония нежелательны при производстве капролактама. От этого зависит рентабельность процесса.

Самые большие и мощные процессы в промышленности используют в качестве исходного сырья циклогексанон, циклогексан или толуол. Примерно 90 % капролактама получают из циклогексанона, полученного

путем каталитического окисления воздухом циклогексана или путем гидрирования фенола и дегидрирования побочного продукта циклогексанола. Конверсия циклогексанона в оксим циклогексанона с последующей перегруппировкой Бекмана дает капролактамы. Выход из циклогексанона приближается к 98%.

Около 10 % капролактама получают путем фотонитрования циклогексана или путем нитрозирования циклогексанкарбоновой кислоты, которую получают из толуола, в присутствии серной кислоты. [3]

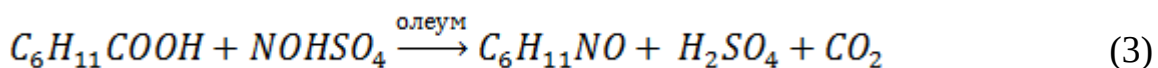
В 1960 году Snia Viscosa разработала процесс получения капролактама на основе толуола, который протекает в 3 стадии. [4] Первой стадией является окисление толуола воздухом до бензойной кислоты в присутствии катализатора:



Второй стадией является реакция присоединения водорода к бензойной кислоте с получением циклогексанкарбоновой кислоты:

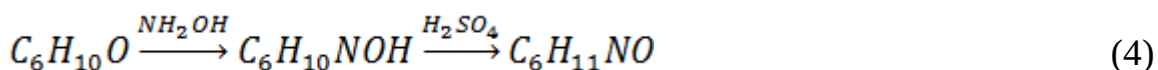


Далее полученная кислота нитрозодекарбоксилированием в присутствии олеума превращается в капролактамы:

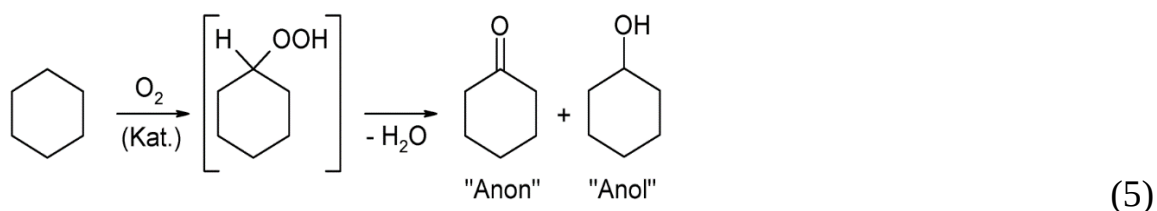


На последней стадии образуются нитрозоциклогексан и циклогексаноноксим. Оксим циклогексанона сразу же подвергается перегруппировке в капролактамы.

Схема, в которой в качестве исходного сырья используют фенол, называется фенольной, и она состоит из следующих стадий: гидрирование фенола до циклогексанола, который затем дегидрируется до циклогексанона, из которого реакцией в избытке водного раствора ГАС получают оксим циклогексанона и далее перегруппировкой Бекмана капролактамы:



Окислительная схема использует бензол в качестве исходного сырья. В таком процессе происходит сначала образование циклогексана из исходного сырья по реакции гидрирования, и дальнейшее его превращение в циклогексанол с помощью реакции окисления и путем реакции отщепления водорода превращается в циклогексанон, который, в свою очередь реакцией оксимирования превращается в оксим и Бекмановской перегруппировкой в среде олеума образуется капролактамы.



Наиболее перспективным на ближайшие годы оказалось производство капролактама через циклогексанон, получаемый окислением циклогексана воздухом. [5]

В мире самые большие производства капролактама основаны на бензоле и составляют 84 % от всего мирового промышленного производства, на основе фенола составляет 12 %, а из толуола 4%. [6]

В основе производства капролактама на ПАО «КуйбышевАзот» лежит окислительная схема, исходным сырьем которой является бензол.

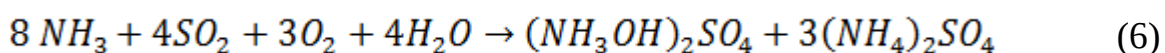
1.2. Технология производства капролактама

Обычно технология производства капролактама основана на ключевом промежуточном циклогексаноне, который получают при окислении циклогексана, но также он может быть получен из фенола. Гидроксиламин сульфат отдельно получают по реакции окисления аммиака до закиси азота, который затем подвергают реакции гидрирования в присутствии серной кислоты. Затем гидроксиламинсульфат подвергают взаимодействию с циклогексаноном с образованием циклогексаноноксида. После этого следует перегруппировка Бекмана в присутствии олеума для получения капролактама. [7]

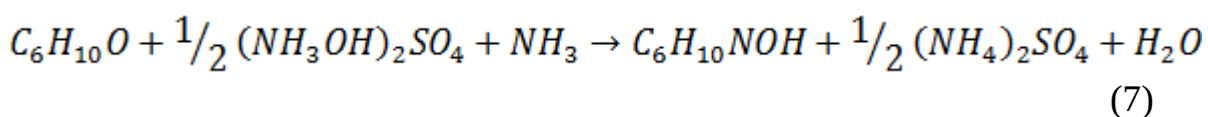
В первых коммерческих процессах капролактама функциональность азота в оксиде циклогексанона вводилась через промежуточный гидроксиламинсульфат, который был получен восстановлением нитрита диоксидом серы. Когда гидроксиламинсульфат подвергают взаимодействию с циклогексаноном с образованием оксима и аммиака, добавленных для нейтрализации оксима, потребляется до 2,7 т сульфата аммония (и, необязательно, сульфата натрия) на тонну оксима циклогексанона [8]. Для увеличения выхода оксидов азота и уменьшения количества солевых сульфатных солей были реализованы различные улучшения. Обычно эти процессы называются процессами Рашига, названными в честь немецкого химика Фридриха Рашига, который изобрел новый синтез, основанный на реакции нитрита с сульфитами для образования промежуточного гидроксилamina в 1887 году [9].

Стоимость значительного количества солевых сульфатных солей в значительной степени влияет на желание производить капролактамы процессом Рашига. Все процессы типа Рашига, все еще работающие, производят только сульфат аммония в качестве побочного продукта и обычно называются модифицированным процессом Рашига. Явным преимуществом процессов типа Рашига является отсутствие потребности в расходных материалах, таких как водород или чистый кислород.

В модифицированном процессе Рашига первый гидроксиламинсульфат образуется из сырья аммиака, диоксида углерода, диоксида серы, воды и кислорода (воздуха) в соответствии с общим уравнением (6):

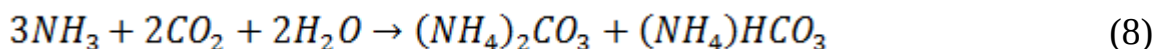


Впоследствии циклогексаноноксим образуется реакцией гидроксилamina сульфата и циклогексанона:



Основные этапы реакции описаны ниже:

1) Газообразный аммиак смешивают с водой, в которой углекислый газ абсорбируют с образованием водного раствора карбоната/бикарбоната аммония.

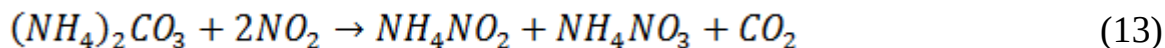
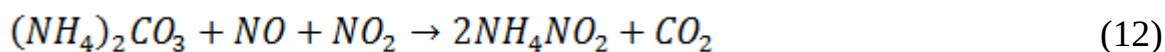


2) Газообразный аммиак смешивают с воздухом и сжигают (катализаторы Pt / Rh) при 800-850 °С с образованием NO_x и воды. Горячие газы охлаждают, в результате чего выделяется тепло экзотермического окисления и конденсируется вода в виде побочного продукта разбавленной азотной кислоты.

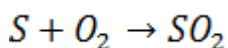


Полученную газовую смесь, содержащую NO и NO₂, дополнительно подвергают окислению и затем охлаждают, в результате чего снова конденсируют воду и получают некоторую азотную кислоту в качестве побочного продукта.

3) Нитрит аммония образуется путем смешивания смеси закиси азота и раствора карбоната/бикарбоната аммония при щелочности 15. Температура реакции образования нитрита аммония должна быть ниже 10 °С для предотвращения разложения образовавшегося нитрита.



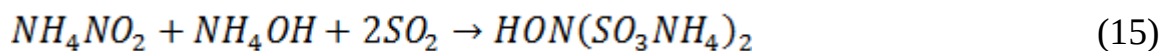
4) SO₂-газ (10-20 % об.) получают путем сжигания серы, в результате чего выделяется теплота реакции для получения пара.



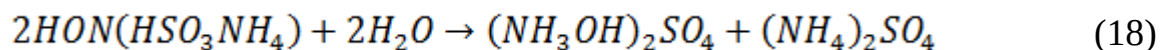
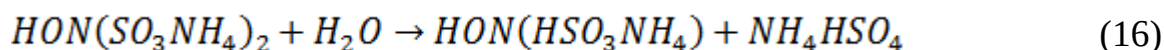
(14)

5) Гидроксимидодисульфоновую кислоту, ранее называемую гидроксиламиндисульфоновой кислотой (сокращенно HADSA), образуется в результате реакции SO₂ с водной смесью раствора нитрита аммония и

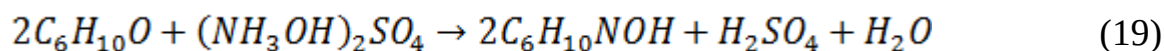
гидроксида аммония. Как температуру, так и молярное отношение $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{NO}_2$ следует тщательно контролировать, чтобы предотвратить интенсивное образование побочных продуктов.



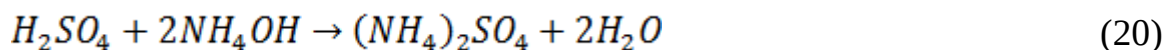
6) Гидроксиламинсульфат или бис(гидроксиламмоний) сульфат или HAS образуется из гидроксимидодисульфоновой кислоты с помощью двухстадийного механизма гидролиза и нейтрализации через промежуточный N-гидроксисульфамат аммония.



7) Окисление циклогексанона гидроксиламинсульфатом, в результате чего оксил циклогексанона образуется при pH 4,5 и температуре 50-100 °C.



8) Во время процесса оксимирования подают водный аммиак для нейтрализации освобожденной серной кислоты. Полученный сульфат аммония извлекают путем испарительной кристаллизации.

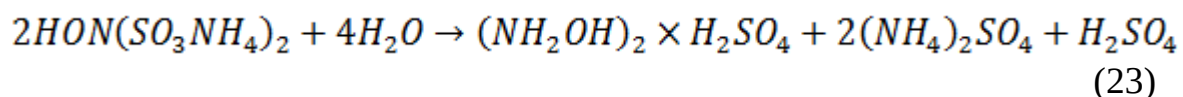
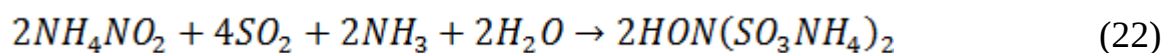
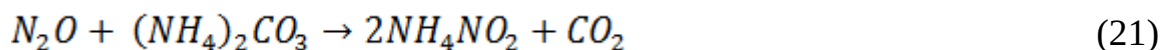


Помимо сульфата аммония, нитрата аммония и (разбавленной) азотной кислоты побочными продуктами процесса Рашига являются закиси азота в отходящих газах образования нитритов, газообразного азота, образующегося в результате разложения нитрита аммония, и газа N_2O из различных реакций разложения. Вспомогательный CO_2 может быть переработан в значительной степени.

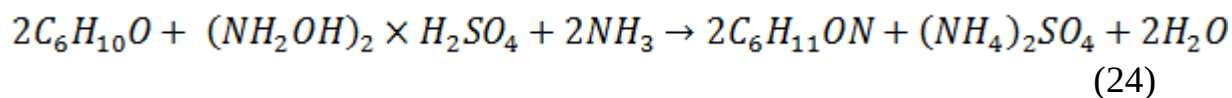
Рассмотрим способы получения капролактама от других химических и нефтехимических предприятий, которые используются в других странах:

1) AlliedSignal

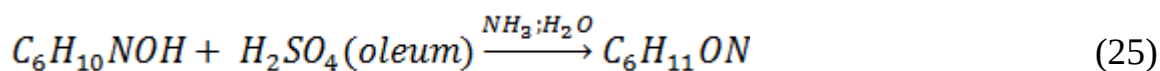
Циклогексанон получают с выходом 98 % при 95% -ной конверсии путем жидкофазного каталитического гидрирования фенола. Гидроксиламинсульфат получают в водном растворе обычным методом Рашига, где NO_x из каталитического окисления аммиака воздухом абсорбируется в растворе карбоната аммония в виде нитрита аммония (уравнение 21). Последний восстанавливают диоксидом серы до гидроксиламина дисульфоната (уравнение 22), который гидролизуют до кислого раствора сульфата гидроксиламина (уравнение 23).



Одновременная нейтрализация и реакция получения оксима циклогексанона протекает по уравнению 24:

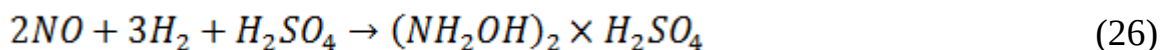


Концентрации веществ контролируют с получением слоя продукта оксима циклогексанона в жидком состоянии и насыщенного раствора аммония сульфата (около 40 % масс.). Сульфат аммония около 125 % (теоретический) или 2,9 кг на килограмм капролактама получают в результате побочных реакций в синтезе гидроксиламина. Циклогексаноноксим количественно превращается в капролактам путем перегруппировки Бекмана в присутствии олеума, который обладает достаточной прочностью для потребления нескольких процентов воды в жидком циклогексаноноксиме. Реакционную массу нейтрализуют водным раствором аммиака до сырого капролактамного слоя и насыщенным раствором сульфата аммония. Очистка осуществляется многоступенчатой вакуумной кристаллизацией из водного раствора по уравнению 24:



2) BASF

В процессе Бадиша циклогексанон образуется путем реакции окисления циклогексана в воздухе в жидкой фазе до масла КА в присутствии катализаторов, который представляет собой смесь циклогексанола и циклогексанона, после чего происходит каталитическое дегидрирование в паровой фазе циклогексанола в смеси. Общий выход составляет от 75 % при 10 %-ной конверсии циклогексана до 80 % при 5 %-ной конверсии циклогексана. Гидроксиламинсульфат получают прямым восстановлением водорода оксидом азота над платиновым катализатором в присутствии серной кислоты. На килограмм капролактама вырабатывается только 0,9 кг сульфата аммония, но за счет потребления водорода. Концентрированный поток оксида азота получают каталитическим окислением аммиака кислородом. В качестве растворителя используется пар, чтобы избежать работы во взрывоопасных пределах для системы. После окисления происходит конденсация пара. Реакция протекает по уравнению 11:

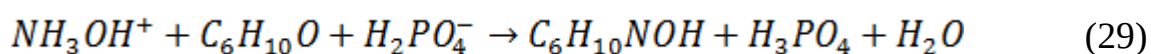
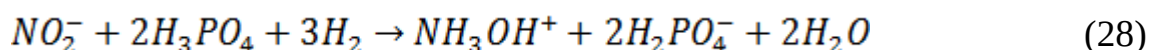


Образование циклогексаноксима и его перегруппировка в капролактамы являются стандартными процессами, как на всех предприятиях. Очистку осуществляют путем вакуумной дистилляции. Процесс получения чистого капролактама после перегруппировки Бекмана циклогексаноксима запатентован компанией BASF.

3) Dutch State Mines (Stamicarbon)

Парофазное каталитическое гидрирование фенола в циклогексанон с катализатором на основе палладия на оксиде алюминия, лицензированное Stamicarbon, инженерным подразделением голландских государственных шахт (DSM), дает 95 %-ный выход при высокой конверсии плюс дополнительные 3 % путем дегидрирования циклогексанола по сравнению с медным катализатором. Окисление циклогексана, приводящее к образованию циклогексанона, используется в Соединенных Штатах и в Азии DSM. В дополнение к обычному методу Рашига для гидроксиламина DSM разработал процесс гидроксиламинфосфат-оксим для циклогексаноксима, в результате

которого не образуется побочный продукт сульфат аммония. Каталитический процесс окисления аммиака сопровождается абсорбцией NO_x в буферном водном растворе фосфорной кислоты (уравнение 27), восстановлением водорода на палладиевом катализаторе (уравнение 28) и двухфазной реакцией с циклогексаноном в толуоле-растворителе в фазе циклогексаноноксима-толуола и рециркулированную водную фазу (уравнение 29):

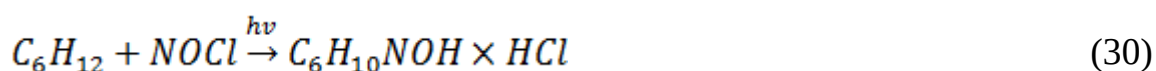


Циклогексаноноксим превращается в капролактам с помощью перегруппировки Бекмана. Нейтрализация аммиаком дает около 1,8 кг сульфата аммония на килограмм капролактама. Очистка осуществляется путем вакуумной дистилляции. Процесс DSM существенно уменьшил побочный продукт сульфата аммония до 1,5 т на тонну капролактама. Значительные исследования были проведены DSM с Du Pont и Shell для производства капролактама из бутадиена или адипонитрила. Известно о производстве, в котором гександиовая кислота взаимодействует с водородом и аммиаком в присутствии гетерогенных катализаторов и уникальных растворителей, не реагирующих с аммиаком. Катализаторы содержат рутений, палладий, родий, осмий, иридий и/или платину. Капролактамы и его производные могут быть получены с помощью ферментационных бульонов, содержащих диадиат диаммония, адипат моноаммония и/или адипиновую кислоту.

4) Toray

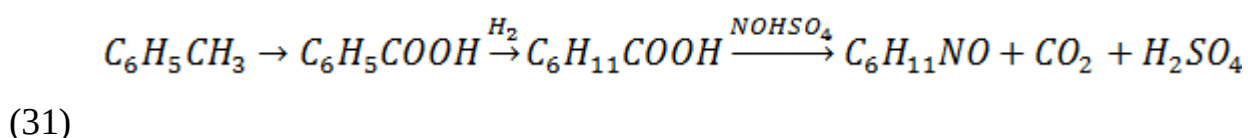
Процесс фотонитрования заключается в прямом превращении циклогексана в гидрохлорид оксима путем реакции с нитрозилхлоридом в присутствии УФ-света. Перегруппировка Бекмана гидрохлорида оксима циклогексанола в среде олеума приводит к выделению хлористого водорода,

рециркулирующего с образованием NOCl реакцией с нитрозилсерной кислотой. Последний получают путем обычного поглощения NO_x от окисления аммиака в олеуме. Нейтрализация аммиаком реакционной массы перегруппировки дает 1,7 кг сульфата аммония на килограмм капролактама. Очистка осуществляется путем вакуумной дистилляции. Реакция фотонитрования протекает по уравнению 30:



5) Snia Viscosa

Реакция окисления воздухом толула в присутствии катализатора дает бензойную кислоту с выходом около 90 %. Бензойную кислоту гидрируют в присутствии катализатора на основе палладия, с образованием кислоты циклогексанкарбоновой, которая превращается в сырой капролактам путем нитрозирования с помощью нитрозилсерной кислоты. Нитрозилсерную кислоту получают путем обычного поглощения NO_x в олеуме. Обычно реакционную массу нейтрализуют аммиаком с образованием 4 кг сульфата аммония на килограмм капролактама. В несульфатном варианте процесса реакционную массу разбавляют водой и экстрагируют алкилфенольным растворителем. Водную фазу подвергают термическому разложению для извлечения диоксида серы, который рециркулируют. Основная реакция процесса протекает по уравнению 31:



Очистка включает химическую обработку и вакуумную дистилляцию.

6) «Green» Processes

Недостатком нынешней технологии является то, что образуется большое количество сульфата аммония до 4,5 т на тонну капролактама. Sumitomo может производить капролактам (процесс перегруппировки Бекмана) без образования побочного продукта сульфата аммония. Этот процесс также позволяет значительно сократить количество использованного

сырья, а также сократить производственный процесс. Используется титаносиликатный катализатор. Капролактамы получают из лизина, тогда как лизин получают из биомассы.

7) EniChem

Описывают новый процесс получения циклогексаноноксима, промежуточного продукта в производстве капролактама. Реакция аммоксимирования протекает через промежуточное соединение гидроксиламина, которое образуется при окислении аммиака пероксидом водорода и катализируется TiS.

Активность центров титана в катализаторе обусловлена:

- изолированной и тетракоординированной структурой атомов титана, вставленных в каркас силикалита;
- их способность координировать с двумя новыми лигандами (вода, аммиак);
- их реакционной способности в отношении перекиси водорода с образованием видов гидропероксо.

Деактивация катализатора связана с:

- 1) медленным растворением каркаса с накоплением титана на внешней поверхности оставшегося твердого вещества;
- 2) частичной экстракцией титана из каркаса.

Основными преимуществами новой технологии являются:

- 1) упрощение всего процесса производства капролактама;
- 2) значительное сокращение производства сульфата аммония;
- 3) полная ликвидация выбросов NO_x и SO_2 .

Полученные результаты имеют очень высокое применение в промышленности. Новый процесс может быть легко применен ко всем современным технологиям производства капролактама, которые основаны на циклогексаноноксиме (90 % мирового производства капролактама). Новая технология также подходит для производства многих других оксимов.

Промышленная демонстрационная единица капролактама равна 12 кт в год и была создана на территории Porto Marghera и сейчас находится на начальной стадии. После преобразования всей промышленной линии на участке Porto Marghera (135 кт в год капролактама) в новую технологию EniChem, она будет работать с наиболее эффективным, экономичным и экологически чистым процессом капролактама. [10]

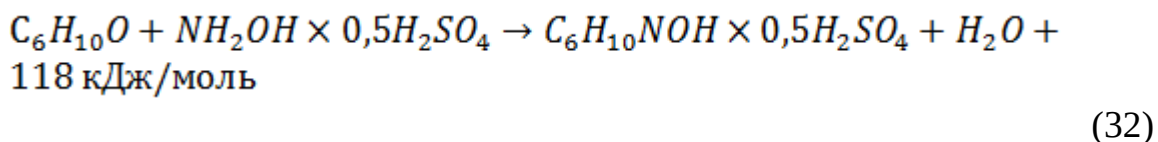
1.3. Физико-химические основы процесса

Стадия оксимирования является общей для схем, использующих в качестве исходного сырья фенол и бензол, промышленного производства капролактама. В каждой из схем основными промежуточными продуктами являются циклогексанон и ГАС, взаимодействующие между собой. [2]

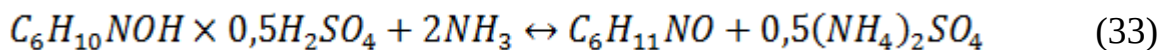
Оксим циклогексанона (далее по тексту оксим) получают по реакции присоединения слабого азотистого основания гидроксилamina к циклогексанону. В 1882 г. химик-органик из Германии Мейер обнаружил эту реакцию. Учитывая небольшую прочность водных растворов гидроксилamina и особенность его промышленного получения в данной реакции, её осуществляют между ГАС и аноном. [11]

Процесс оксимирования проводят в две ступени в реакторах с турбинными мешалками при атмосферном давлении и температурах: до 57 °С на первой ступени и 72-85 °С на второй ступени. [12]

Реакция процесса оксимирования протекает по следующему уравнению:



Газообразный аммиак вводят в реакционную смесь для сдвига равновесия реакции вправо, что приводит к образованию оксима циклогексанона и побочного сульфата аммония, а также для поддержания рН среды:

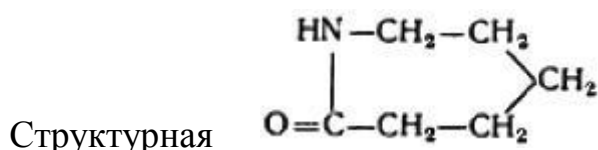


Оптимальным значением pH для осуществления реакции оксимирования является 3-4,5. В реальных условиях процесс проводят при pH 4,5-5,5.

1.4. Общая характеристика и свойства

Капролактam (лактam ε-аминокапроновой кислоты) имеет следующие формулы:

Эмпирическая $C_6H_{11}NO$



Капролактam представляет собой белое, гигроскопичное кристаллическое твердое вещество с характерным запахом. Он хорошо растворяется в воде и в большинстве обычных органических растворителей, таких как бензол, ацетон, спирт и редко растворяется в высокомолекулярных алифатических углеводородах. Расплавленный капролактam является сильным растворителем для полярных и неполярных органических соединений.

Полимеризация является важнейшим химическим свойством капролактама. Кольцо гидролизуетcя при 260-270 °C. Линейные полимерные цепи образуются путем поликонденсации. [13] Капролактam также реагирует непосредственно полиприсоединением с полимерными цепями. Эти реакции приводят к равновесию между полимером и капролактамом, благоприятствующим 90 % превращений в полимер. Капролактam также можно полимеризовать путем анионной полимеризации при низком содержании влаги. Необходима катализаторная и сокатализаторная система. Температура реакции ниже, чем при гидролитической полимеризации.

Капролакта́м может подвергаться всем циклическим амидным реакциям, таким как окисление, гидролиз, N-алкилирование, фосфогенирование и нитрование.

Расплавленный капролакта́м поглощает кислород в атмосфере. Кислород реагирует при 75 °С с капролакта́мом для получения небольшого количества пероксида, а при температуре выше 100 °С образуется адипиновая кислота. [14] Капролакта́м термостабилен в отсутствие кислорода. [15]

Капролакта́м количественно превращают в ε-аминокапроновую кислоту путем гидролиза водными кислотами или щелочами. [16] Обработка газообразным метанолом в присутствии дегидратирующего катализатора дает N-метил-ε-капролакта́м, который является универсальным растворителем. Капролакта́м реагирует с фосгеном с образованием эфира ε-капролакта́ма хлормуравьиной кислоты. [17] Нитрование дает нитрокапролакта́м и последующее восстановление аминокaproлакта́ма. L-лизин образуется из аминокaproлакта́ма путем гидролиза и рацемата. [18] Реакции с другими химическими реагентами не имеют промышленного значения.

Таблица 1 – Характеристика капролакта́ма

Систематическое название	гексагидро-2Н-азепин-2-он
1	2
Традиционное название	Капролакта́м
Молекулярная формула	$C_6H_{11}NO$
Молекулярная масса	113,16 г/моль
Плотность	1,01 г/см ³
Температура кипения	262,5°С
Температура плавления	69,2

По физическим и химическим показателям капролакта́м должен соответствовать нормам ГОСТ 7850-2013 «Капролакта́м. Технические условия», которые указаны в таблице 2. [19]

Таблица 2 – Аналитические показатели качества капролактама

Номер	Наименование показателя	Норма для высшего сорта
1	2	3
1	Перманганатный индекс, ед., не более	4
2	Цвет водного р-ра с масс. долей 50%, ед. Хазена, не более	3,0
3	Содержание летучих оснований, ммоль/кг, не более	0,4
4	Температура кристаллизации, °C, не ниже	68,8
5	Масс. доля железа, %, не более	0,00002
6	Масс. доля оксима, %, не более	0,002
7	Оптическая плотность капролактама с масс. долей 50%, не более	0,04
8	Щелочность, ммоль/кг, не более	0,1
9	Кислотность, ммоль/кг, не более	0,05
10	pH 20%-ного водного раствора	6,7-7,3
11	Масс. доля воды, %, не более	0,07

Капролактама используется главным образом в производстве нейлоновых волокон и смол. Около 54 % используется для нейлоновых волокон и 43 % для нейлоновых смол и пленок. Нейлоновые волокна используются в текстильной, ковровой и промышленной промышленности пряжи. Нейлоновые смолы используемые в качестве инженерных пластмасс с применением в автомобильной промышленности, особенно пленка для пищевых продуктов и проволоки и кабеля.

Капролактама имеет низкий уровень токсичности, о чем свидетельствуют результаты многочисленных и различные токсикологические тесты, и он не представляет ощутимого вреда здоровья

человека, если он правильно обработан. Длительное воздействие пыли или паров вызывает раздражение слизистой оболочки глаза и кожи; ингаляция может вызвать раздражение дыхательных тканей. Контакт с кожей, если он длительный, может вызвать покраснение и затягивание кожи, появление и ощущение, которого похоже на солнечный ожог. Для удаления капролактама с тела достаточно промыть водой или водой с мылом, так как капролактамы очень хорошо растворяются в воде. [6]

1.5. Патентная часть

Отчет о исследованиях патентов представлен в таблице 3 [20], где содержится патентная документация.

Таблица 3 – Патентная документация

Номер документа	Название документа	Патентообладатель	Имя изобретателя
1	2	3	4
Патент РФ №95116368 Заявлен 26.09.1995	Способ получения капролактама	Матвеева Н.А.Лебедева Н.Г.	Пьетро Делогу[IT], Иво Донати[IT]
Патент РФ №2240312 Заявлен 14.02.2002	Способ получения эпсилон-капролактама	Асахи Касеи Кабусики Кайся (JP)	ЦУНОДА Такаси (JP), АКАГИСИ Кендзи (JP), СЕКИГУТИ Мицухиро (JP)
1	2	3	4
Патент РФ №2317977	Установка оксимирования	ОАО “КуйбышевАзот”	Болдырев А.П. Огарков А.А.

Заявлен 17.01.2006	циклогексанона	Болдырев А.П.	Ардамаков С.В.
	в производстве	Огарков А.А.	Лебедев П.В
	капролактама	Ардамаков С.В.	Рюмин А.Н.
		Лебедев П.В	
		Рюмин А.Н.	

Исследуемая тема индексируется международной патентной классификацией по следующим классам: C07D 201/04, B01J 29/035, C07C 249/04, C07C 251/44.

Таблица 4 – Назначение патента

Номер документа	Назначение патента
1	2
Патент РФ №95116368	Способ получения капролактама путем перегруппировки Бекмана оксима циклогексанона с олеумом в присутствии кислоты отличается тем, что указанная кислота является ациклическая и/или циклоалифатической углеродной кислотой, содержащей от 1 до 20 атомов углерода, предпочтительно от 1 до 10 атомов углерода.
Патент РФ №2240312	Изобретение относится к способу получения ϵ -капролактама перегруппировкой оксима с кислотным твердым катализатором в газофазном процессе. Указанный катализатор кислотного типа получают кальцинированием высушенного предшественника катализатора. Технический результат - повышение выхода ϵ -капролактама при высокой селективности реакции и увеличении срока службы катализатора, обладающего высокой механической прочностью.
1	2

Патент №2317977	РФ Изобретение относится к технологии реакции оксимирования анона в производстве капролактама. Установка оксимирования включает две ступени, контуры циркуляции на первой и второй ступенях, смесители циклогексанона, сульфата гидроксиламина и аммиака рецилинг СА, насосы, теплообменники, разделительные сосуды, емкости смешения и осушители, датчики для контроля и клапаны для регулирования рН-среды подачей аммиака. Технический результат – увеличение производительности установки и повышение качества циклогексаноксима за счет низкого содержания влаги.
--------------------	--

1.6. Предлагаемое техническое решение

На стадии оксимирования циклогексанона гидроксиламинсульфатом используется колонна отгонки циклогексанона с 30-ю клапанными тарелками. Производительность такой установки ограничивается высоким гидравлическим сопротивлением при малых расходах газа, при большом подъеме клапанов и низких и средних нагрузках по газу увеличивается утечка жидкости и ухудшается диспергирование газа вследствие увеличения поперечного размера газовых факелов, что уменьшает эффективность контакта фаз, возможность закапсюлирования клапана или его срыва при гидравлическом ударе, а также более низким КПД и диапазоном устойчивой работы тарелки. [21]

Для решения проблемы предлагается установить в существующую колонну колпачковые тарелки.

Такая конструкция повысит КПД, что позволит их использовать в случае нестабильных и значительных изменениях нагрузки по газу и жидкости. Выступающие над поверхностью тарелки патрубки не позволяют жидкости сливаться вниз даже при малых скоростях газа, что расширяет диапазон устойчивой работы колпачковой тарелки. [22]

1.7. Принцип работы колпачковых тарелок

Тарелка колпачковая на рисунке 1 содержит основание 1 с отверстиями в виде круга и установленными в них патрубками 2, закрепленными на специально изогнутых болтах 3 колпачки 4 с прорезями 5 в нижней части. На верхней части каждого колпачка 4 закреплен элемент 6 с положительной плавучестью.

Внутри элемента 6 с положительной плавучестью осесимметрично с ним установлена втулка 7, имеющая возможность скольжения вдоль верхней вертикальной части болта 3. В нижней вертикальной части болта 3 закреплена опорная шайба 8, а на резьбе в верхней части болта 3 установлена шайба 9 и гайка 10.

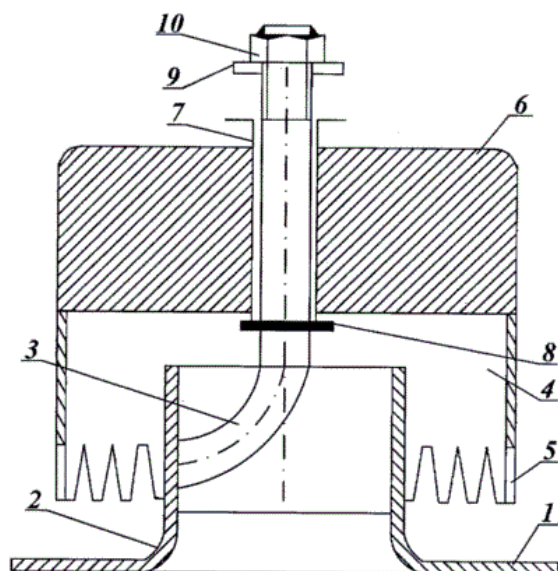


Рисунок 1 – Вид колпачка

При подаче жидкости на основание 1 колпачок 4 всплывает за счет элемента 6 с положительной плавучестью. Газ или пар, проходя через прорези 5, барботирует с образованием пузырьков. При всяком изменении уровня жидкости на основании 1 колпачки 4 за счет элемента 6 с положительной плавучестью либо всплывают вместе с увеличением этого уровня, либо опускаются вниз при его уменьшении, сохраняя постоянной высоту столба жидкости между прорезями 5 и поверхностью жидкости, так как втулка 7 имеет возможность скольжения относительно вертикальной части болта 3. Опорная шайба 7 предупреждает опускание втулки 7 на

изогнутую часть болта 3 вместе с колпачком 4 и элементом 6 и заклинивание втулки 7, колпачка 4 и элемента 6 на этой изогнутой части болта 3, а шайба 9 с гайкой 10 предупреждают демонтаж колпачка 4 с элементом 6 и втулкой 7 с болта 3 при высоком повышении уровня жидкости на основании 1, так как гайкой 10 можно регулировать максимальную высоту всплывания колпачка 4 с элементом 6 и втулкой 7 относительно основания 1.

Таким образом, закрепление на верхней части колпачка 4 элемента 6 с положительной плавучестью и осесимметричная установка внутри нее втулки 7, имеющей возможность скольжения вдоль верхней вертикальной части болта 3, позволяет поддерживать постоянную высоту столба жидкости между уровнем жидкости на тарелке и прорезями 5, через которые барботирует газ или пар с образованием пузырьков при любых колебаниях уровня жидкости над основанием 1. Это стабилизирует поток пузырьков газа или пара, обеспечивает наибольшую скорость тепло- и массопереноса и способствует высокой производительности при колебаниях уровня жидкости на тарелке. [23]

2. ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2.1. Описание технологической схемы стадии оксимирования

По информации изложенной в регламенте ПАО «КуйбышевАзот», «Стадия оксимирования протекает в две ступени. На 1-ой ступени создают избыток циклогексанона в реакторе 1 при температуре не более 57 °С. На 2-ой ступени процесс протекает в избытке ГАС в реакторе 2 при температуре 72-85 °С.» [12]

Циклогексанон поступает на всас циркуляционного насоса 19 первой ступени стадии оксимирования, туда же из сборника 5 насосом 20 направляется раствор сульфата аммония, в котором содержится непрореагированный гидроксиламинсульфат (ГАС). В трубопроводе ГАС реагирует с аноном, и образовавшееся смесь поступает на всас насосов 20 и далее направляется в споло 6, проходя через смеситель. В сопле 6 производится ослабление серной кислоты, которая выделяется в результате реакции. Реакционная смесь после сопла 6 охлаждается в холодильнике 7 и затем поступает в куб реактора 1, где при интенсивном перемешивании оставшийся сульфат гидроксиламина реагирует с циклогексаноном.

Продукты реакции с реактора 1 поступают на разделение в емкость 8, смесь делится на два слоя: органический и неорганический – раствор СА, содержащий не более 0,2 % анона.

Верхний слой из разделительной емкости 8 поступает на всас насоса 21 2-ой ступени оксимирования. В эту же линию подается ГАС. Серная кислота, которая образуется в результате реакции, нейтрализуется аммиаком газообразным, подаваемым в смесительное сопло 10 на пути циркулирования перед теплообменниками 9.

Для разогрева реакционной смеси при пуске или охлаждения во время работы, реактор 2 снабжен змеевиком, в который подается пар или обратная вода.

Реакционная смесь с реактора 2 поступает в среднюю часть реактора – разделителя 3. За счет разности плотностей происходит разделение органического и неорганического слоев. Нижний слой – сульфат аммония, содержащий непрореагировавший гидроксиламинсульфат, через разделительный стакан поступает в сборник 5. Верхний слой – циклогексаноксим, по переливу самотеком поступает в разделительную емкость 4. Сюда же подается раствор аммония сульфата с концентрацией 38-42 % со стадии доупарки, охлажденный в теплообменнике 11, для удаления избыточной влаги из оксима. Для поддержания pH реакции, в трубопровод раствора сульфата аммония со стадии доупарки подают газообразный аммиак.

Нижний слой с разделителя 4 – раствор сульфата аммония направляется в сборник 5. Верхний слой с разделителя 4 – оксим циклогексанона, содержащий до 0,2 % циклогексанона и не более 5 % воды, поступает в сборник 12, откуда насосом 22 подается на стадию перегруппировки Бекмана.

Раствор сульфата аммония с концентрацией 25-32 % с разделителя 8 поступает в сборник 13, откуда насосом 23 по двум вводам подается в колонну отгонки циклогексанона 14.

Отгонка циклогексанона осуществляется в колонне 14, температура в кубе колонны составляет не больше 120 °С, и затем поступает в испаритель 15. Температура верха колонны не более 107 °С, давление верха колонны 0,01-0,06 МПа. Паровой конденсат после испарителя 15 поступает в сборник 16 и затем идет в следующий цех.

25-32 % раствор сульфата аммония из куба колонны 14 насосом 23 подается на стадию доупарки сульфата аммония. Пары амона и воды с верха колонны 14 в состоянии азеотропной смеси конденсируются в теплообменнике 17 и поступают в разделитель 8. Несконденсированные пары циклогексанона проходят через гидрозатвор 18, в котором происходит

абсорция раствором аммония сульфата, подаваемого насосом 23, и далее направляются в сборник 13.

2.2. Аналитический контроль производства

Аналитический контроль производства представлен в таблице 5.

Таблица 5 – Аналитический контроль производства [12]

Место отбора	Контролируемый параметр	Частота контроля	Норма	Метод испытания	Кто проводит
1	2	3	4	5	6
Циклогексанон на входе	а)оптическая плотность	По требованию	Не более 0,1	Спектрофотометрический	Лаборант ОТК
	б)пенманганатный индекс	По требованию	Не более 20 ед.	Спектрофотометрический	Лаборант ОТК
	в)масс. доля анона	По требованию	Не менее 99,98 %	Хроматографический	Лаборант ОТК
	г)масс. доля анола	По требованию	Не более 0,01 %	Хроматографический	Лаборант ОТК
	д)масс. доля гептанон+спирты	По требованию	Не более 0,01 %	Хроматографический	Лаборант ОТК
Продукты реакции из реактора 1	Нижний слой: рН раствора	По требованию	Не нормируется	Потенциометрический	Лаборант ОТК
Продукты реакции из реактора 2	а)верхний слой: масс. доля анона	По требованию	Не более 0,2 %	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	б)нижний слой: масс. концентрация ГАС	По требованию	15-60 г/дм ³	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	в)рН раствора	По требованию	4,5-5,8	Потенциометрический	Лаборант ОТК

1	2	3	4	5	6
Продукты реакции из разделителя 3	а)верхний слой: масс. доля анона	По требованию	Не более 0,2 %	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	б)нижний слой: масс. концентрация ГАС	4 раза в смену	15-60 г/дм ³	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	в)рН раствора	4 раза в смену	4,5-5,8	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	г)масс. доля СА	По требованию	Не нормируется	По плотности	Лаборант ОТК
Оксим на выходе из разделителя 4	а)масс. доля анона	1 раз в смену	Не более 0,2 %	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	б)масс. доля воды	По требованию	Не нормируется	Дина-.Старка	Лаборант ОТК
Раствор СА после разделительной емкости 9	Масс. доля СА	По требованию	25-32 %	По плотности	Лаборант ОТК
Раствор СА на выходе из колонны отгонки анона 15	а)масс. доля СА	По требованию	25-32 %	По плотности	Лаборант ОТК
	б)рН раствора	По требованию	Не нормируется	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	в)бихроматная окисляемость (ХПК)	1 раз в смену	Не более 1000 мгО/дм ³	Титриметрический	Лаборант ОТК

1	2	3	4	5	6
ГАС после сборника 6	Масс. концентрация ГАС	По требованию	15-60 г/дм ³	Потенциометрический	Лаборант ОТК
Оксим после сборника 13	а)масс. доля воды	1 раз в смену	Не более 5 %	Дина-Старка	Лаборант ОТК
	б)масс. доля анона	1 раз в смену	Не более 0,2 %	потенциометрический	Лаборант ОТК
СА после осушки оксима в разделительной емкости 4	а)масс. доля СА	По требованию	38-42 %	По плотности	Лаборант ОТК
	б)рН раствора	По требованию	4,5-5,5	Потенциометрический	Лаборант ОТК
	в)масс. концентрация ГАС	По требованию	Не нормируется	Потенциометрический	Лаборант ОТК

3. РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ

3.1. Материальный баланс

По данным технологического регламента ПАО «КуйбышевАзот» «материальный баланс составлен на полную мощность цеха, которая обеспечивает годовой выпуск 95000 тонн капролактама при 8000 часов работы в год. Производительность установки 11481,5743 кг/ч.» [12]

Исходные данные для расчета материального баланса представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Исходные данные

Компонент	% масс.		
	Состав питания на колонну	Состав дистиллята	Состав кубового продукта
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	28,06	0,7	38,9
$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	0,54	0,15	0,04
H_2O	71,4	99,15	61,06
Итого	100	100	100

Количество и состав раствора СА на осушку от циклогексанона и воды представлен в таблице 7:

Таблица 7 – Количество и состав раствора СА на осушку от циклогексанона и воды

Компонент	% масс.	М, кг/кмоль	Кмоль/ч	Кг/ч
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	28,06	128	25,17	3221,729
$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$	0,54	98	0,633	62,0013
H_2O	71,4	18	455,436	8197,844
Итого	100		481,239	11481,5743

11481,5743 кг/ч – 100 % масс.

X кг/ч – 28,06 % масс.

$$X = \frac{11481,5743 \times 28,06}{100} = 3221,729 \text{ кг/ч}$$

Уравнение материального баланса для установки колонны отгонки циклогексанона [24]:

$$F = P + W \quad (34)$$

$$F \times X_F = P \times X_P + W \times X_W \quad (35)$$

Где F – нагрузка на колонну;

P – дистиллят;

W – кубовый продукт;

X_F, X_P, X_W – массовые доли компонента.

Рассчитаем общее количество дистиллята и кубового остатка. Расчет ведем по сульфату аммония.

$$11481,5743 = P + W$$

$$11481,5743 \times 0,2806 = P \times 0,007 + W \times 0,389$$

$$3218,2853 = P \times 0,07 + W \times 0,389$$

$$P = 11481,5743 - W$$

$$3218,2853 = 0,007 \times (11481,5743 - W) + W \times 0,389$$

$$3218,2853 = 80,371 + 0,382 \times W$$

$$0,382 \times W = 3137,9143$$

$$W = 8214,4353 \text{ кг/ч}$$

$$P = 11481,5743 - 8214,4353 = 3267,139 \text{ кг/ч}$$

Состав и количество дистиллята из колонны представлен в таблице 8.

Таблица 8 – Состав и количество дистиллята из колонны

Компонент	% масс.	Кг/ч	Кмоль/ч
1	2	3	4
(NH ₄) ₂ SO ₄	0,7	22,871	0,1787
C ₆ H ₁₀ O	0,15	4,9	0,05

1	2	3	4
H ₂ O	99,15	3239,368	179,965
Итого	100	3267,139	180,1937

3267,139 кг/ч – 100 % масс.

X кг/ч – 99,15 % масс.

$$X = \frac{3267,139 \times 99,15}{100} = 3239,368 \text{ кг/ч}$$

Состав и количество кубового продукта из колонны представлен в таблице 9.

Таблица 9 – Состав и количество кубового продукта из колонны

Компонент	% масс.	Кг/ч	Кмоль/ч
(NH ₄) ₂ SO ₄	38,9	3195,4153	24,964
C ₆ H ₁₀ O	0,04	3,2858	0,0257
H ₂ O	61,06	5015,7342	278,6519
Итого	100	8214,4353	303,6416

8214,4353 кг/ч – 100 % масс.

X кг/ч – 38,9 % масс.

$$X = \frac{8214,4353 \times 38,9}{100} = 3195,4153 \text{ кг/ч}$$

Сводная таблица материального баланса колонны отгонки циклогексанона представлена в таблице 10.

Таблица 10 – Сводная таблица материального баланса

Приход			Расход		
Компонент	Кг/ч	% масс.	Компонент	Кг/ч	% масс.
1	2	3	4	5	6
Питание колонны	11481,5743	100	Дистиллят	3267,139	28,46

1	2	3	4	5	6
			Кубовый продукт	8214,4353	71,54
Итого	11481,5743	100	Итого	11481,5743	100

3.2. Тепловой баланс

Расчет для теплового баланса ведем по схеме тепловых потоков из рисунка 2:

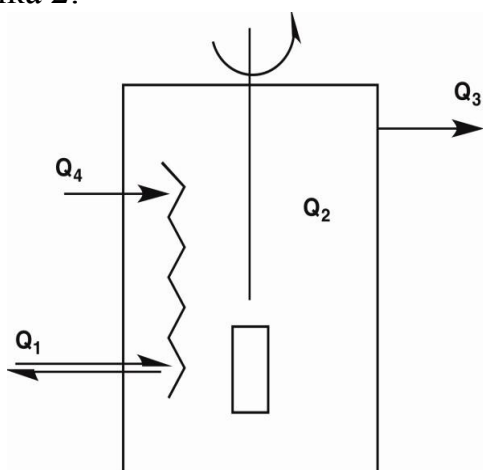


Рисунок 2 – Схема тепловых потоков

Q_1 – тепло с питанием;

Q_2 – тепло из кипятильника;

Q_3 – тепло с дистиллятом;

Q_4 – тепло с кубовым продуктом;

Q_5 – тепловые потери.

Тепловой баланс можно выразить следующим равенством:

$$Q_1 + Q_2 = Q_3 + Q_4 + Q_5 \quad (36)$$

Исходные данные для расчета теплового баланса:

Температура раствора СА на входе в колонну – 107 °С;

Температура дистиллята – 100 °С;

Температура в кубе колонны – 120 °С;

Тепловые потери составляют около 3-х % от общего расхода;

Давление пара в кипятильнике 0,5 МПа.

Рассчитаем приход тепла с питанием колонны:

$$Q_1 = m_1 \times C_1 \times t_1 \quad (37)$$

Где m_1 – масса, кг/с;

C_1 – теплоемкость, Дж/(кг×К);

t_1 – температура на входе колонны.

$$m_1 = \frac{11481,5743}{3600} = 3,19 \text{ кг/с}$$

$$C_1 = \frac{C_p \times 1000}{M} \quad (38)$$

Где C_p – молярная теплоемкость.

$$C_p = A_0 + A_1 \left(\frac{T}{1000} \right) + A_2 \left(\frac{T}{1000} \right)^2 + A_3 \left(\frac{T}{1000} \right)^3 + A_{-2} \left(\frac{T}{1000} \right)^{-2} \quad (39)$$

Где $A_0, A_1, A_2, A_3, A_{-2}$ – коэффициенты общего уравнения. [25]

$$C_{p, \text{анон}} = -106,3 + 794,1 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right) - 492,7 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^2 + 108,6 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^3 + 1,79 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{анон}} = 130,52972 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{p, \text{анон}} = \frac{130,52972 \times 1000}{98} = 1331,936 \text{ Дж/(кг} \times \text{К)}$$

$$C_{p, \text{CA}} = 83,3 + 345,3 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right) + 492,7 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^2 + 263,2 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^3 - 0,95 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{CA}} = 157,67322 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{1, \text{CA}} = \frac{157,67322 \times 1000}{128} = 1231,822 \text{ Дж/(кг} \times \text{К)}$$

$$C_{p, \text{вода}} = 30,2 + 6,7 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right) + 6,5 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^2 - 2,3 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^3 + 0,08 \times \left(\frac{273 + 107}{1000} \right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{вода}} = 33,57 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{1, \text{вода}} = \frac{33,57 \times 1000}{18} = 1864,997 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_1 = C_{1, \text{анон}} \times X_F + C_{1, \text{CA}} \times X_F + C_{1, \text{вода}} \times X_F = 1684,45 \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \times \text{К}}$$

$$Q_1 = 3,19 \times 1684,45 \times 107 = 574953,318 \text{ Вт}$$

Рассчитаем расход тепла с кубовым продуктом:

$$Q_4 = m_4 \times C_4 \times t_4 \quad (40)$$

$$m_4 = \frac{8214,4353}{3600} = 2,28 \text{ кг/с}$$

$$C_{p, \text{анон}} = -106,3 + 794,1 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right) - 492,7 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^2 + 108,6 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^3 + 1,79 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{анон}} = 136,5529 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{4, \text{анон}} = \frac{136,5529 \times 1000}{98} = 1393,397 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_{p, \text{CA}} = 83,3 + 345,3 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right) - 492,7 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^2 + 263,2 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^3 - 0,95 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{CA}} = 158,7352 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{4, \text{CA}} = \frac{158,7352 \times 1000}{128} = 1240,11875 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_{p, \text{вода}} = 30,2 + 6,7 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right) + 6,5 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^2 - 2,3 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^3 + 0,08 \times \left(\frac{273 + 120}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p, \text{вода}} = 33,709776 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{4, \text{вода}} = \frac{33,709776 \times 1000}{18} = 1872,765 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_4 = C_{4,\text{анон}} \times X_W + C_{4,\text{CA}} \times X_W + C_{4,\text{вода}} \times X_W = 1626,474 \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \times \text{К}}$$

$$Q_4 = 2,28 \times 1626,474 \times 120 = 445003,286 \text{ Вт}$$

Рассчитаем расход тепла с дистиллятом:

$$Q_3 = m_3 \times C_3 \times t_3 + m_3 \times \Delta H \quad (41)$$

$$Q_3 = Q_{3.1} + Q_{3.2} \quad (42)$$

$$m_3 = \frac{3267,139}{3600} = 0,9075 \text{ кг/с}$$

$$C_{P,\text{анон}} = -106,3 + 794,1 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right) - 492,7 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^2 + 108,6 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^3 + 1,79 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p,\text{анон}} = 127,2353 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{3,\text{анон}} = \frac{127,2353 \times 1000}{98} = 1298,3193 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_{P,\text{CA}} = 83,3 + 345,3 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right) - 492,7 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^2 + 263,2 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^3 - 0,95 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p,\text{CA}} = 157,074668 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{3,\text{CA}} = \frac{157,074668 \times 1000}{128} = 1227,1458 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_{P,\text{вода}} = 30,2 + 6,7 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right) + 6,5 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^2 - 2,3 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^3 + 0,08 \times \left(\frac{273+100}{1000}\right)^{-2}$$

$$C_{p,\text{вода}} = 33,4952098 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \times \text{К}}$$

$$C_{3,\text{вода}} = \frac{33,4952098 \times 1000}{18} = 1860,845 \text{ Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$$

$$C_{3.1} = C_{3,\text{анон}} \times X_P + C_{3,\text{CA}} \times X_P + C_{3,\text{вода}} \times X_P = 1855,565 \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \times \text{К}}$$

$$Q_{3.1} = 0,9075 \times 1855,565 \times 100 = 168392,524 \text{ Вт}$$

$$Q_{3.2} = m_3 \times \Delta H \quad (43)$$

Где ΔH – теплота испарения.

$$\Delta H_{\text{СА}} = 70,3 \frac{\text{Дж}}{\text{моль}} = 549,22 \frac{\text{Дж}}{\text{кг}}$$

$$\Delta H_{\text{анон}} = 431,63 \frac{\text{Дж}}{\text{кг}}$$

$$\Delta H_{\text{вода}} = 44 \frac{\text{Дж}}{\text{моль}} = 2444,44 \frac{\text{Дж}}{\text{кг}}$$

$$\Delta H = \Delta H_{\text{СА}} \times X_{\text{СА}} + \Delta H_{\text{анон}} \times X_{\text{анон}} + \Delta H_{\text{вода}} \times X_{\text{вода}} = 2428,1542 \frac{\text{Дж}}{\text{кг}}$$

$$Q_{3.2} = 0,9075 \times 2428,15424 = 2203,55 \text{ Вт}$$

$$Q_3 = 170596,074 \text{ Вт}$$

Рассчитаем тепловые потери:

$$Q_5 = (Q_3 + Q_4) \times 0,03 \quad (44)$$

$$Q_5 = (170596,074 + 445003,286) \times 0,03 = 18467,9808 \text{ Вт}$$

Общая теплота расхода будет равна:

$$Q_3 + Q_4 + Q_5 = 634067,4 \text{ Вт}$$

Рассчитаем приход тепла из кипятильника:

$$Q_2 = Q_3 + Q_4 + Q_5 - Q_1 = 59114,0228 \text{ Вт}$$

Сводная таблица теплового баланса представлена в таблице 11.

Таблица 11 – Сводная таблица теплового баланса

Статьи прихода	Вт	Статьи расхода	Вт
1	2	3	4
Тепло с питанием	574953,318	Тепло с дистилятом	170596,074
Тепло из кипятильника	59114,0228	Тепло с кубовым продуктом	445003,286
		Теплопотери	18467,9808
Итого	634067,341	Итого	634067,341

3.3. Технологический и конструкционный расчет колонны

3.3.1. Расчет числа теоретических тарелок [24]

Определим мольную долю низкокипящего компонента в дистилляте:

Н.К. – вода, $t_{\text{кип}}=100\text{ }^{\circ}\text{C}$

В.К. – сульфат аммония, $t_{\text{кип}}=107\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$N = \frac{N}{\sum N} \quad (45)$$

Где N – содержание воды в дистилляте, кмоль/ч

$\sum N$ – содержание всех компонентов в смеси

$$N_{\text{н.к.}}^P = \frac{179,965}{180,1937} = 0,9987$$

Определим мольную долю низкокипящего компонента в питании колонны:

$$N_{\text{н.к.}}^F = \frac{455,436}{481,239} = 0,9464$$

Определим мольную долю низкокипящего компонента в кубовом продукте:

$$N_{\text{н.к.}}^W = \frac{278,6519}{303,6416} = 0,9177$$

Теперь определим мольные доли высококипящего компонента в дистилляте, в питании колонны и в кубовом продукте:

$$N_{\text{в.к.}}^P = \frac{0,1787}{180,1937} = 0,00099$$

$$N_{\text{в.к.}}^F = \frac{25,17}{481,239} = 0,0523$$

$$N_{\text{в.к.}}^W = \frac{24,964}{303,6416} = 0,0822$$

Определим константы фазового равновесия [26]:

В дистилляте при температуре $100\text{ }^{\circ}\text{C}$:

$$K_{\text{н.к.}} = 0,981$$

$$K_{B.K.} = 0,109$$

В кубовом продукте при температуре 120 °С:

$$K_{H.K.} = 0,919$$

$$K_{B.K.} = 0,102$$

Рассчитаем минимальное число тарелок по формуле Фенске [27]:

$$N_{min+1} = \frac{\log \left[\left(\frac{X_{H.K.}^P}{X_{B.K.}^P} \right) \times \left(\frac{X_{H.K.}^W}{X_{B.K.}^W} \right) \right]}{\log \sqrt{\left(\frac{K_{H.K.}^P}{K_{B.K.}^P} \right) \times \left(\frac{K_{H.K.}^W}{K_{B.K.}^W} \right)}} \quad (46)$$

$$N_{min+1} = \frac{\log \left[\frac{0,9987}{0,00099} \times \frac{0,9177}{0,0822} \right]}{\log \sqrt{\frac{0,981}{0,109} \times \frac{0,919}{0,102}}} = 4,24 \approx 4 = 4 - 1 = 3 \text{ тарелк}$$

Определим теоретическое число тарелок по графику Джиллиленда [27]:

$$R = 0,3 - 0,5, \text{ тогда}$$

$$X = \frac{R - R_{min}}{R + 1} = \frac{0,5 - 0,3}{0,5 + 1} = 0,13 \quad (47)$$

$$\text{По графику: } Y = 0,51$$

Число теоретических тарелок будет равно:

$$N_{\text{теор.}} = \frac{Y + N_{min}}{1 - Y} = \frac{0,51 + 3}{1 - 0,49} = 7,16 \approx 7 \text{ тарелок} \quad (48)$$

Тогда действительное число тарелок в исчерпывающей части колонны при КПД=0,5.

$$N_{\text{дейст.}} = \frac{N_{\text{теор.}}}{\text{КПД}} = \frac{7}{0,5} = 14 \text{ тарелок} \quad (49)$$

Принимаем столько же тарелок в укрепляющей части колонны. Тогда общее число тарелок в колонне будет равно:

$$N = 14 \times 2 = 28 \text{ тарелок} \quad (50)$$

3.3.2. Определение скорости пара и диаметра колонны

Рассчитаем диаметр колонны по следующей формуле:

$$D_{K.} = \sqrt{\frac{4 \times V_{\text{сек.}}}{\pi \times W_{\pi}}} \quad (51)$$

Где $W_{\text{п}}$ – скорость пара, м/с;

$V_{\text{сек.}}$ – объемная скорость пара, м³/с.

Найдем объемную скорость пара по уравнению:

Определим объемную скорость пара по следующей формуле:

$$V_{\text{сек.}} = \frac{G_P \times (R+1) \times 22,4 \times (273 + t_{\text{ср.}})}{273 \times M_P \times 3600} \quad (52)$$

Где G_P – масса дистиллята, кг/ч;

$$M_P = X_{\text{н.к.}}^P \times M_{\text{н.к.}} + M_{\text{в.к.}} \times (1 - X_{\text{н.к.}}^P) \quad (53)$$

$$M_P = 0,9987 \times 18 + 128 \times (1 - 0,9987) = 18,143 \text{ кг/кмоль}$$

$$t_{\text{ср.}} = \frac{(t_P + t_W)}{2} = \frac{(100 + 120)}{2} = 110^\circ\text{C} \quad (54)$$

$$V_{\text{сек.}} = \frac{3267,139 \times (0,5 + 1) \times 22,4 \times (273 + 110)}{273 \times 18,143 \times 3600} = 2,36 \text{ м}^3/\text{с}$$

Для того, чтобы определить оптимальную скорость пара в колонне, воспользуемся формулой:

$$W = C \times \sqrt{\frac{\rho_{\text{ж}} + \rho_{\text{п}}}{\rho_{\text{п}}}} \quad (55)$$

Где C – коэффициент, зависящий от конструкции тарелок, расстояния между ними;

$\rho_{\text{ж}}$ – плотность жидкости, кг/м³;

$\rho_{\text{п}}$ – плотность пара, кг/м³.

Определим среднюю плотность жидкости по следующей формуле:

$$\rho_{\text{ж}} = \frac{\rho_{\text{ж}}^P + \rho_{\text{ж}}^W}{2} \quad (56)$$

Для того, чтобы найти среднюю плотность жидкости, необходимо рассчитать плотность жидкости в верхней и нижней частях колонны:

$$\rho_{\text{ж}}^P = \rho_{\text{н.к.}} \times X_{\text{н.к.}}^P + \rho_{\text{в.к.}} \times (1 - X_{\text{н.к.}}^P) \quad (57)$$

$$\rho_{\text{н.к.}}(H_2O) = 958 \text{ кг/м}^3$$

$$\rho_{\text{в.к.}}((NH_4)_2SO_4) = 1160 \text{ кг/м}^3$$

$$X_{\text{ср.}}^P = \frac{X_{\text{н.к.}}^F + X_{\text{н.к.}}^P}{2} = \frac{0,9464 + 0,9987}{2} = 0,9726 \quad (58)$$

$$\rho_{\text{ж}}^P = 958 \times 0,9726 + 1160 \times (1 - 0,9726) = 963,5348 \text{ кг/м}^3$$

$$X_{\text{ср.}}^W = \frac{X_{\text{н.к.}}^F + X_{\text{н.к.}}^W}{2} = \frac{0,9464 + 0,9177}{2} = 0,932 \text{ кг/м}^3 \quad (59)$$

$$\rho_{\text{ж}}^W = 958 \times 0,932 + 1160 \times (1 - 0,932) = 971,736 \text{ кг/м}^3$$

И тогда средняя плотность жидкости будет равна:

$$\rho_{\text{ж}} = \frac{971,736 + 963,5348}{2} = 967,6354 \text{ кг/м}^3$$

Также, для того, чтобы рассчитать оптимальную скорость пара в колонне, необходимо определить плотность пара, которую можно найти по выражению:

$$\rho_{\text{п}} = \frac{273 \times M_{\text{ср.}}}{22,4 \times (273 + t_{\text{ср.}})} \quad (60)$$

$$M_{\text{ср.}} = \frac{M_W + M_P}{2} \quad (61)$$

$$M_W = X_{\text{н.к.}}^W \times M_{\text{н.к.}} + M_{\text{в.к.}} \times (1 - X_{\text{н.к.}}^W) \quad (62)$$

$$M_W = 0,9177 \times 18 + 128 \times (1 - 0,9177) = 27,053 \text{ кг/кмоль}$$

$$M_{\text{ср.}} = \frac{27,053 + 18,143}{2} = 22,598 \text{ кг/кмоль}$$

$$\rho_{\text{п}} = \frac{273 \times 22,598}{22,4 \times (273 + 110)} = 0,719 \text{ кг/м}^3$$

Следовательно, оптимальная скорость пара равна:

$$W = 0,05 \times \sqrt{\frac{967,6354 + 0,719}{0,719}} = 1,835 \text{ м/с}$$

Тогда диаметр колонны будет равен:

$$D_{\text{к.}} = \sqrt{\frac{4 \times 2,36}{3,14 \times 1,835}} = 1,35 \text{ м}$$

Так как данный диаметр колонны больше 1,2 м и ближе к 1,4 м, то принимаем колонну стандартного размера по ОСТ 26-01-66-86 [28]:

$$D_k = 1,4 \text{ м} = 1400 \text{ мм}$$

3.3.3. Определение высоты колонны

Определим высоту тарельчатой части колонны, для этого воспользуемся следующей формулой:

$$H_T = h \times (N - 1) \quad (63)$$

Где h – расстояние между тарелками;

N – общее число тарелок.

$$H_T = 800 \times (28 - 1) = 21600 \text{ мм}$$

Общая высота колонны будет равна:

$$H_{\text{общ}} = H_T + H_{\text{сеп}} + H_{\text{куб}} \quad (64)$$

Где $H_{\text{сеп}}$ – высота сепарационной части колонны, выбираем по справочнику в зависимости от диаметра колонны [29];

$H_{\text{куб}}$ – высота в кубе колонны.

$$H_{\text{общ}} = 21600 + 800 + 2000 = 24400 \text{ мм}$$

3.3.4. Определение толщины стенки обечайки

$$S_R = \frac{P \times D_k}{2 \times |\sigma| \times \varphi - P} \quad [30] \geq SR + C \quad (65)$$

Где $|\sigma|$ – допускаемое напряжение;

φ – коэффициент прочности сварного шва;

C – прибавка на коррозию.

$$S_R = \frac{0,5 \times 1400}{2 \times 170,5 \times 1 - 0,5} = 2,06 \text{ мм} \geq 2,06 + 1,0 + 0,62 = 3,68 \approx 4 \text{ мм}$$

Так как среда коррозионная, то принимаем $S=17$ мм.

Толщину днища и крышки принимаем равными 17 мм.

3.3.5. Определение диаметров штуцеров

Диаметр штуцера рассчитывается по следующей формуле:

$$d = \sqrt{\frac{v}{0,785 \times W}} \quad (66)$$

Где V – подача сырья, м³/ч;

W – скорость потока, м/с. [31]

Рассчитаем диаметр штуцера для подачи сырья:

$$d_{\text{вход}} = \sqrt{\frac{11481,5743}{0,785 \times 950 \times 3600 \times 0,5}} = 0,0925 \text{ м}$$

Принимаем $d_{\text{вход}}=100$ мм.

Рассчитаем диаметр штуцера на выходе пара:

$$d_{\text{пара}} = \sqrt{\frac{3267,139}{0,785 \times 950 \times 3600 \times 0,5}} = 0,049 \text{ м}$$

Принимаем $d_{\text{пара}}=50$ мм.

Рассчитаем диаметр штуцера для кубового продукта:

$$d_{\text{куб}} = \sqrt{\frac{8214,4353}{0,785 \times 1160 \times 3600 \times 0,5}} = 0,071 \text{ м}$$

Принимаем $d_{\text{куб}}=80$ мм.

К исполнению принимается колонна отгонки циклогексанона с колпачковыми тарелками:

Таблица 12 – Параметры колонны

Параметр колонны	Значение
1	2
Диаметр колонны	1400 мм
Высота колонны	24400 мм
Рабочее давление	0,5 МПа
Количество тарелок	28 шт.
Материал колонны	10X17H13M2T
Диаметр штуцеров:	
Входа	100 мм
Выхода	50 мм
Куба	80 мм

1	2
Толщина обечайки	17 мм
Толщина днища и крышки	17 мм

3.3.6. Расчет гидравлического сопротивления

Общее гидравлическое сопротивление колпачковой тарелки с переливным устройством можно рассчитать по следующему уравнению [29]:

$$\Delta p = \Delta p_c + \Delta p_{\text{ж}} \quad (67)$$

Где Δp_c – сопротивление сухой тарелки, Па;

$\Delta p_{\text{ж}}$ – сопротивление слоя жидкости на тарелке, Па.

Сопротивление сухой тарелки равно:

$$\Delta p_c = \varepsilon \frac{W_0^2 \times \rho_{\text{п}}}{2} \quad (68)$$

Где W_0 – скорость пара, м/с;

ε – коэффициент сопротивления сухой тарелки.

Определим скорость пара в паровых патрубках:

$$W_0 = \frac{V_{\text{п}}}{F_0} \quad (69)$$

Где $V_{\text{п}}$ – объемная скорость пара, м³/с;

F_0 – площадь прохода пара, м². [27]

$$W_0 = \frac{2,36}{0,162} = 14,568 \text{ м/с}$$

Тогда сопротивление сухой тарелки будет равно:

$$\Delta p_c = 4 \times \frac{0,719 \times 14,568^2}{2} = 305,2 \text{ Па}$$

Сопротивления слоя жидкости $\Delta p_{\text{ж}}$ можно определить по следующей формуле:

$$\Delta p_{\text{ж}} = \left(h_{\text{г.б.}} + \frac{h_{\text{пр.}} + \Delta h}{2} \right) \times \rho_{\text{ж}} \times g \quad (70)$$

Где $h_{\text{г.б.}}$ – высота глубины барботажа, м;

$h_{\text{пр.}}$ – высота прорези колпачка, м;

Δh – высота давления жидкости на тарелки по пути ее движения, м.

Высоту глубины барботажа рассчитаем по формуле:

$$h_{\text{г.б.}} = \left(\frac{0,7}{\rho_{\text{ж}}} \right) \times P^{0,35} \quad (71)$$

$$h_{\text{г.б.}} = \left(\frac{0,7}{967,6354} \right) \times (0,5 \times 10^6)^{0,35} = 0,032 \text{ м}$$

Высота прорези в колпачке равна:

$$h_{\text{пр.}} = 0,46 \times \sqrt[3]{\left(\frac{V_{\text{п}}}{mzb} \right)^2 \times \left(\frac{\rho_{\text{п}}}{\rho_{\text{ж}} - \rho_{\text{п}}} \right)} \quad (72)$$

Где m – количество колпачков на тарелке;

z – количество прорезей в одном колпачке;

b – расчетная ширина прорезе.

$$h_{\text{пр.}} = 0,46 \times \sqrt[3]{\left(\frac{2,36}{49 \times 26 \times 0,004} \right)^2 \times \left(\frac{0,719}{967,6354 - 0,719} \right)} = 0,025 \text{ м}$$

Найдем величину перепада уровня жидкости на тарелке по уравнению:

$$\Delta h = 0,1 \lambda_{\text{ж}} \times \frac{l_{\text{ж}} \times V_{\text{ж}}^2}{\Pi^2 (h_{\text{пор.}} + h_{\text{сл.}})^3 \times g} \quad (73)$$

Где $\lambda_{\text{ж}}$ – эквивалентный коэффициент сопротивления перетока жидкости по тарелке;

$l_{\text{ж}}$ – длина пути жидкости на тарелке, м;

Π – периметр слива, м;

$h_{\text{пор.}}$ – высота сливного порога, м;

$h_{\text{сл.}}$ – высота подпора жидкости над сливным порогом, м.

$$V_{\text{ж}} = \frac{G_W}{3600 \times \rho_{\text{ж}}} = \frac{8214,4353}{3600 \times 967,6354} = 0,0024 \text{ м}^3/\text{с}$$

Высота подпора жидкости над сливным порогом равна:

$$h_{\text{сл.}} = 0,68 \times \left(\frac{V_{\text{ж}}}{\Pi} \right)^{0,67} = 0,68 \times \left(\frac{0,0024}{1,09} \right)^{0,67} = 0,0113 \text{ м}$$

Определим высоту сливного порога:

$$h_{\text{пор.}} = h_{\text{г.б.}} - h_{\text{сл.}} + h_{\text{пр.}} + h_y \quad (74)$$

Где h_y – высота установки колпачка, которая равна 0-10 мм.

$$h_{\text{пор.}} = 0,032 - 0,0113 + 0,025 + 0,01 = 0,056 \text{ м}$$

Тогда перепад уровня жидкости на тарелке по пути ее движения будет равен:

$$\Delta h = 0,1 \times 16 \times \frac{0,933 \times 0,0024^2}{1,09^2 \times (0,056 + 0,0113)^3 \times 9,81} = 0,0024 \text{ м}$$

Определим сопротивление слоя жидкости на тарелке:

$$\Delta p_{\text{ж}} = \left(0,032 + \frac{0,025 + 0,0024}{2} \right) \times 967,6354 \times 9,81 = 433,8 \text{ Па}$$

Тогда общее гидравлическое сопротивление тарелки будет равно:

$$\Delta p = 305,2 + 433,8 = 739 \text{ Па}$$

Теперь найдем общее гидравлическое сопротивление для клапанной тарелки, которое можно рассчитать по формуле 67:

$$\Delta p = \Delta p_c + \Delta p_{\text{ж}}$$

Сопротивление сухой тарелки рассчитаем по уравнению 68:

$$\Delta p_c = \varepsilon \frac{W_0^2 \times \rho_{\text{п}}}{2}$$

$$\Delta p_c = 3,6 \times \frac{0,719 \times 14,568^2}{2} = 274,66 \text{ Па}$$

Сопротивления слоя жидкости $\Delta p_{\text{ж}}$ можно определить по следующей формуле:

$$\Delta p_{\text{ж}} = (h_{\text{г.б.}} + \Delta h) \times \rho_{\text{ж}} \times g \quad (75)$$

Где $h_{\text{г.б.}}$ – высота глубины барботажа, м;

Δh – перепад давления жидкости на тарелке по пути ее движения, м.

Высоту глубины барботажа рассчитаем по формуле 71:

$$h_{\text{г.б.}} = \left(\frac{0,7}{\rho_{\text{ж}}} \right) \times P^{0,35}$$

$$h_{\text{г.б.}} = \left(\frac{0,7}{967,6354} \right) \times (0,5 \times 10^6)^{0,35} = 0,032 \text{ м}$$

Найдем величину перепада уровня жидкости на тарелке по уравнению 73:

$$\Delta h = 0,1\lambda_3 \times \frac{l_{\text{ж}} \times V_{\text{ж}}^2}{\Pi^2 (h_{\text{пор.}} + h_{\text{сл.}})^3 \times g}$$

$$V_{\text{ж}} = \frac{G_W}{3600 \times \rho_{\text{ж}}} = \frac{8214,4353}{3600 \times 967,6354} = 0,0024 \text{ м}^3/\text{с}$$

Высота подпора жидкости над сливным порогом равна:

$$h_{\text{сл.}} = 0,68 \times \left(\frac{V_{\text{ж}}}{\Pi} \right)^{0,67} = 0,68 \times \left(\frac{0,0024}{1,09} \right)^{0,67} = 0,0113 \text{ м}$$

Определим высоту сливного порога для клапанной тарелки:

$$h_{\text{пор.}} = h_{\text{г.б.}} - h_{\text{сл.}} \quad (76)$$

Где h_y – высота установки колпачка, которая равна 0-10 мм.

$$h_{\text{пор.}} = 0,032 - 0,0113 = 0,0207 \text{ м}$$

Тогда перепад уровня жидкости на тарелке по пути ее движения будет равен:

$$\Delta h = 0,1 \times 8 \times \frac{0,933 \times 0,0024^2}{1,09^2 \times (0,0207 + 0,0113)^3 \times 9,81} = 0,011257 \text{ м}$$

Определим сопротивление слоя жидкости на тарелке:

$$\Delta p_{\text{ж}} = (0,032 + 0,011257) \times 967,6354 \times 9,81 = 4410,62 \text{ Па}$$

Тогда общее гидравлическое сопротивление клапанной тарелки будет равно:

$$\Delta p = 274,66 + 410,62 = 685,28 \text{ Па}$$

В таблице 13 приведено сравнение колонны отгонки с клапанными тарелками и колонны отгонки с колпачковыми тарелками.

Таблица 13 – Сравнение колонны отгонки с действующими клапанными тарелками с предлагаемыми колпачковыми тарелками.

Параметр	Клапанная тарелка	Колпачковая тарелка
1	2	3
КПД	0,55-0,70	0,75-0,80

1	2	3
Диапазон устойчивой работы	3,5	4,5
Гидравлическое сопротивление	685,28 Па	739 Па
Количество тарелок	30	28
Влияние нагрузки по газу	Уменьшается эффективность контакта фаз вследствие диспергирования газа из-за низких и средних нагрузках по газу	Безопасное использование оборудования в случае нестабильных и значительных изменениях нагрузки по пару и жидкости

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В представленной бакалаврской работе предложена модернизация действующей колонны отгонки циклогексанона стадии оксимирования путем замены клапанных тарелок на колпачковые тарелки.

В работе подробно рассмотрены существующие способы получения капролактама в промышленности как в стране, так и за рубежом. Оценены технологические показатели установок.

Показано, что с целью повышения глубины переработки циклогексанона, непрореагировавший реагент – циклогексанон отгоняется и возвращается в процесс. Отгонная колонна снабжена клапанными тарелками, характеризующимися нестабильной работой.

Показано, что замена клапанных тарелок на колпачковые приводит к повышению КПД и безопасному использованию оборудования в случае нестабильных и значительных изменениях нагрузки по газу и жидкости.

Выполнены расчеты материального и теплового баланса. Проведены технологический и конструкционный расчеты (расчет числа теоретических тарелок, определение скорости пара и диаметра колонны, определение высоты колонны, определение толщины стенки обечайки, определение диаметров штуцеров, расчет гидравлического сопротивления).

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИСТОЧНИКОВ

1. Обзор рынка в странах СНГ
2. Производство капролактама/ Под ред. В.И. Овчинникова, В.Р. Ручинского.-М.: Химия, 1977.
3. W. B. Fisher: Caprolactam, “Kirk Othmer Encyclopedia of Chemical Technology”, 5th edition, John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, online DOI: 10.1002/0471238961. 0301161806091908.a01.
4. Snia Viscosa, IT 603606, 1960; 604795, 1960; 608873, 1960.
5. Технология основного органического синтеза/ И.И. Юкельсон.-М., Издательство «Химия», 1968 г.
6. “Polyamides (Caprolactam)” in ECT 3rd ed., Vol. 18, pp. 425–436, by W. B. Fisher and L. Crescentini, Allied Corp.: in ECT 4th ed., Vol. 4, pp. 827–838, by William B. Fisher and L. Crescentini, AlliedSignal, Inc.; posted on-line Dec. 4, 2000
7. MICHAEL TUTTLE MUSSER, E. I. Du Pont de Nemours & Co., Sabine River Laboratory, Orange, Texas 77631, United States
8. Jubb, A.H. (1971) Education in Chemistry, 8, 23–25.
9. Raschig, F. (1887) DE 41987; (1908) DE 216747. (1911) US 1010177. (1899) Chemische Berichte, 32, 394; (1906) Chemische Berichte, 39, 245.
10. Caprolactam via Ammoximation/ G. Petrini^{1,3}, G. Leofanti^{1,3}, M. A. Mantegazza^{1,3}, and F. Pignataro² IEniChem S.p.A.-Centro ricerche, Via S. Pietro 50, 20021 Bollate (Milan), Italy 2EniChem S.p.A, Via Taramelli 26, 20100 Milan, Italy
11. Зильберман Е.Н. // Химическая промышленность. 1956.- №6.- С.408-415.
12. Технологический регламент химического цеха №24 Тольяттинского ПАО «КуйбышевАзот», 2016 г.
13. Н. Hopff et al.: Die Polyamide, Springer Verlag, Berlin 1954, pp. 7, 23.

14. A. Rieche et al., Z. Chem. 3 (1963) 443 – 452.
15. A. Rieche et al., Kunststoffe 57 (1967) 49 – 52.
16. Houben-Weyl, 11/2, 565.
17. K. Wehner et al., Chem. Tech. Leipzig 33 (1981) 193
18. Eur. Chem. News (1966) June 3, 36.
19. ГОСТ 7850-2013 Капролактамы. Технические условия
20. <http://www1.fips.ru/>
21. https://studopedia.su/10_156797_massoobmennih-kolonn.html
22. Поникаров, И. И. Машины и аппараты химических производств и нефтепереработки: учеб./ И. И. Поникаров, М. Г. Гайнуллин. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Альфа-М, 2006. – 608 с.
23. <http://nhmt.ru/uchebnik/TOO/520.php>
24. Основные процессы и аппараты химической технологии: Пособие по проектированию/Г. С. Борисов, В. П. Брыков, Ю. И. Дытнерский и др. Под ред. Ю. И. Дытнерского, 2-е изд., перераб. и дополн. М.: Химия, 1991. – 496
25. Справочник нефтехимика. В двух томах. Т. 1/Под ред. С. К. Огородникова. – Л.: Химия, 1978. – 496 с., ил.
26. Еркова Л. Н., Рейхсфельд В.О., Оборудование производств основного органического синтеза и синтетических каучуков. Изд. Химия, 1965. [с.276]
27. Багатуров С.А., Основы теории и расчета перегонки и ректификации. Изд. 3-е, перераб. М., «Химия», 1974. 440с.; 48 табл.; 147 рис.; список литературы 91 ссылка.
28. ОСТ 26-01-66-86 – тарелки колпачковые стальных колонных аппаратов. Параметры, конструкция и размеры.
29. Машины и аппараты химических производств: Примеры и задачи. Учеб. Пособие для студентов вузов, обучающихся по специальности «Машины и аппараты химических производств»/Исаков, И. В.

Доманский, Г. М. Островский и др.; Под общ. ред. В. Н. Соколова – Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1982. – 384 с., ил.

30. ГОСТ 14249-89. Сосуды и аппараты. Нормы и методы расчета на прочность.

31. Романков П. Г., Павлов К. Ф., Носков А. А., Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Учебное пособие для вузов/Под ред. чл.-корр. АН СССР П. Г. Романкова. – 10-е изд., перераб. и доп. – Л.: Химия, 1987. – 567 с., ил.