

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Институт химии и энергетики
(наименование института полностью)

Кафедра «Химическая технология и ресурсосбережение»
(наименование)

18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии
и биотехнологии»
(код и наименование направления подготовки / специальности)

«Рациональное природопользование, рециклинг и утилизация отходов»
(направленность (профиль) / специализация)

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА (БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА)

на тему Модернизация стадии экстракции лактамного масла в производстве капролактама

Обучающийся

Е.А. Гриднев

(Инициалы Фамилия)

(личная подпись)

Руководитель

Ю.В. Чариков

(ученая степень (при наличии), ученое звание (при наличии), Инициалы Фамилия)

Тольятти 2023



Росдистант
ВЫСШЕЕ ОБРАЗОВАНИЕ ДИСТАНЦИОННО

Аннотация

Выпускная квалификационная работа была посвящена оптимизации стадии экстракции капролактама. Экстракция капролактама является одной из основных стадий выделения и очистки капролактама, в значительной степени, определяющей выход и качество товарного продукта. Остаточные содержания капролактама в рафинатах обеих ступеней экстракции капролактама определяют величину потерь товарного продукта, которые при указанном объеме растворов могут исчисляться сотнями тонн.

Целью выпускной квалификационной работы является увеличение получения объема капролактама путем модернизации стадии экстракции.

В литературном обзоре были рассмотрены процесс получения капролактама, разные технологии узла экстракции, Методы экстракции лактамного масла, а также проанализированы растворители, применяющиеся в данном технологическом процессе.

В технологической части работы описана технологическая схема узла экстракции 37-ого цеха ПАО «КуйбышевАзот», рассмотрен аналитический контроль и меры безопасности, а также был предложен способ модернизации узла экстракции.

В расчетной части были рассчитаны материальный баланс для первой ступени экстракции, а также для оптимизации узла экстракции, тепловой баланс процесса, а также конструкционный расчет основного аппарата экстракции.

Выпускная работа изложена на 48 страницах, включает введение, литературный обзор, технологическую часть и расчетную часть. Выпускная квалификационная работа включает в себя 7 рисунков, 14 таблиц, 25 источников используемой литературы и источников, 6 из которых являются иностранными.

Содержание

Введение.....	4
1 Литературный обзор	6
1.1 Капролактамы и его получение	6
1.2 Методы экстракции лактамного масла.....	11
1.3 Растворители экстракции.....	12
2 Технологическая часть	14
2.1 Описание технологической схемы узла экстракции	14
2.2 Виды экстракторов и предлагаемое решение	16
2.2.1 Вибрационный экстрактор непрерывного действия	16
2.2.2 Многоступенчатый барботажный экстрактор	18
2.2.3 Роторно-дисковый экстрактор.....	19
2.2.4 Предлагаемое решение	21
3 Расчетная часть.....	23
3.1 Материальный баланс аппарата экстракции	23
3.2 Материальный баланс предложенной оптимизации	31
3.3 Тепловой баланс	32
3.4 Расчёт аппарата экстракции	35
Заключение	45
Список используемой литературы и используемых источников.....	46

Введение

Капролакта́м является мономером нейлона-6, известен с 19 века. Исторически капролакта́м был синтезирован в 1899 году О. Валлахом и спустя несколько десятилетий ему нашли практическое применение.

П. Шлак в рамках эксперимента полимеризовал лактам. Из раствора полимера образовались очень тонкие и прочные нити. Данное свойство капролактама дало толчок к его производственному получению. Так, в 1938 году компания IG Farben выпустила первую партию прядильного полимера на основе капролактама. Мировой спрос на данное соединение непрерывно рос с каждым годом. На данный момент в России крупнейшим производителем капролактама является ПАО «КуйбышевАзот».

Капролакта́м является одним из основных продукций предприятия, так как из-за своих химических особенностей его используют для получения полиамидных пластмасс, нитей (полиамид-6) и капроновых волокон. Они же, в свою очередь, используются для производства текстиля, военного и спортивного снаряжения. Изделия на основе капролактама пригодны для достаточно сильных нагрузок, поэтому широкое распространение получили в автомобильной промышленности: капролакта́м используют для изготовления шинного корда (кордной нитью). Смола ПА-6 – основной компонент для изготовления конструкционных пластиков, которые широко используются в автомобильной промышленности.

Так же капролакта́м используют на синтез лизина и агента на производство полиуретана.

Классически лактам получают путем образования циклогексанона, окисления и перегруппировкой Бекмана с последующей нейтрализацией. Со стадии нейтрализации возможны несколько технологических маршрутов извлечения капролактама из лактамного масла, однако чаще всего используют двухступенчатую экстракцию.

Целью работы является повышение эффективности извлечения капролактама из лактамного масла на стадии экстракции путем модернизации существующей технологии.

Для достижения целей ВКР необходимо выполнить следующие задачи:

- изучить физико-химические основы получения капролактама и его выделения на стадии экстракции из лактамного масла;
- проанализировать свойства растворителей, применяемых при экстракции;
- изучить технологическую схему стадии экстракции, существующую на ПАО «КуйбышевАзот»;
- предложить способ модернизации стадии экстракции;
- рассчитать материальный и тепловой балансы стадии экстракции и основной аппарат;
- оценить эффективность предложенной модернизации.

1 Литературный обзор

1.1 Капролактамы и его получение

Капролактамы (гексагидро-2Н-азепин-2-он) – лактамы или циклический амид ϵ – аминокaproновой кислоты. Молекулярная масса: 113,16 г/моль. В таблицах 1 и 2 описана характеристика и указана структура капролактама.

Таблица 1 – Формула капролактама

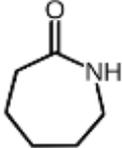
Брутто-формула	Структурная формула
$C_6H_{11}NO$	

Таблица 2 – Физико-химические показатели капролактама [4]

Наименование показателя	Норма для высшего сорта
2	3
Пермангантный индекс, ед. не более	4
Цветность водного раствора капролактама с массовой долей 50%, ед. Хазена, не более	3,0
Содержание летучих оснований, ммоль/кг, не более	0,4
Температура кристаллизации, °С, не ниже	68,8
Массовая доля железа, %, не более	0,00002
Массовая доля циклогексаноноксима, %, не более	0,002
Оптическая плотность раствора капролактама с массовой долей 50%, не более	0,04
Кислотность, ммоль/кг, не более	0,05
Щелочность, ммоль/кг, не более	0,1
pH 20%-ного водного раствора	6,7-7,3

Промышленным способом капролактамы получают перегруппировкой Бекмана (рисунок 1):

Данный процесс происходит из двух стадий:

- сама перегруппировка;
- нейтрализация полученных продуктов.

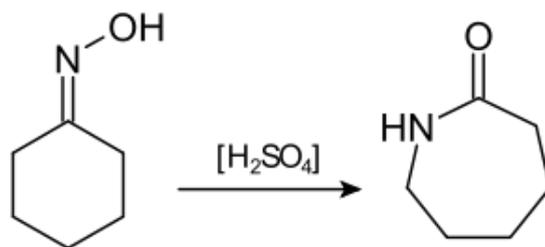


Рисунок 1 – Перегруппировка Бекмана

При обработке оксимов сильной кислотой происходит протонирование гидроксильной группы и одновременно его селективная миграция с анти-положения. Затем происходит миграция ближайшего атома углерода к полученному катиону с дальнейшим расширением цикла, образуя сульфозфир лактимной формы капролактама. Сульфозфир подвергается гидролизу с образованием ϵ -капролактама в лактимной форме, при чем в данном процессе необходима нейтрализация, так как гидролиз в крепком олеуме происходит незначительно. Лимитирующей стадией механизма перегруппировки является разрыв связи C-C с образованием связи C-N, где капролактама переходит из лактимной формы в лактамную [2], [7], [8].

Затем полученные продукты нейтрализуются гидроксидом аммония, образуя капролактама и сульфат аммония. Сульфат аммония в данном процессе является побочным продуктом.

В производственном процессе получения капролактама используют следующие стадии [16]:

- оксимирование циклогексанона гидросульфатом;
- отгонка циклогексанона из раствора сульфата аммония и упарка последнего;

- перегруппировка полученного оксима, выполненного в две ступени, и последующая нейтрализация полученного продукта;
- экстракция лактама из образовавшегося масла трихлорэтиленом и дальнейшей экстракцией уже водой;
- регенерация трихлорэтилена;
- ионообменная очистка раствора капролактама;
- выпарка раствора лактама;
- дистилляция продукта;
- залив товарного капролактама в цистерны.

Основной задачей стадии оксимирования – это получение полного превращения анона в оксим. Повышенное содержание анона в конечном продукте может сильно сказываться на его физико-химических свойствах. Поэтому особое внимание уделяют его содержанию. Как правило, для этого данный процесс осуществляется по противоточной схеме в две стадии, где сначала берется в избытке сам анон, а потом его оксимирующий агент – гидроксаминсульфат [19].

Направление реакции связано с рН, поэтому данный показатель удерживают в допустимых значениях (около 4,5-5,5 – значения на выходе). Реакция гетерогенная, поэтому при увеличении показателя амин может разложиться и нарушить границу раздела фаз, а, следовательно, и саму работу смешения в сепараторах. Первая ступень проходит при 45-55°C. Вторая ступень проходит при 72-85°C. Реакция проходит при атмосферном давлении.

Отгоняют анон в ректификационной колонне с 30 клапанами тарелками. При температуре до 95°C на входе в колонну при подаче пара при 0,5 Мпа. Конденсат собирается конденсатоотводчиком, а пары анона из верхней части колонны выводятся в конденсатор воздушного охлаждения. В нижней части колонны устанавливается температура 96-106 °С, а в верхней – не более 115°C. Выпарка сульфата происходит в двухкорпусной выпарной

установке. Установка состоит из колонны и испарителя. Упарка сульфата проходит в 2 ступени.

Перегруппировка Бекмана под действием олеума проходит в условиях постоянного охлаждения. При этом стоит учитывать фактор кислотности, так как он сильно влияет на гидролиз самого олеума. В технологическом процессе данная реакция нежелательна. Реакция проходит на высоких скоростях и сильном смешении, так как при недостаточном смешении продукт может полимеризоваться. А при нагреве – осмолиться. Так как реакция идет с большим выходом тепла данные факторы необходимо учитывать, так как есть риск выброса реакционной смеси из реактора. При низких температурах реакция может и не проходить вовсе, поэтому необходимо строго поддерживать температурный режим. На первой ступени – 90-105°C. На второй – 93-112°C. После чего продукт нейтрализуют в реакторе нейтрализации. Газовые фракции продукта попадают в скруббер, после чего серный ангидрид отлавливается аммиачной водой.

Продукт на выходе представляет собой масло, из которого необходимо проэкстрагировать капролактамы. Экстрагируют сначала трихлорэтиленом, а потом водой. Для экстрагирования необходимы точные данные о рабочих концентрациях, так как это напрямую влияет на коэффициент распределения (отношения растворимости продукта в разных растворителях). В технологической схеме ПАО «КуйбышевАзот» экстракция проводится в две стадии: экстракции в органическом растворителе и реэкстракции водой.

Выбор трихлорэтилена в качестве экстрагента обусловлен тем, что данный продукт менее взрывоопасен, чем другие органические растворители, и имеет более высокую плотность (меньший расход на экстракцию). Экстракция проходит в колонне с ситчатыми тарелками при противоточном движении. Тяжелые фракции лактама подаются в верхнюю часть колонны, а легкую – в нижнюю. После экстракции трихлорэтилен дополнительно отгоняют из полученного водного раствора лактама.

В ионной очистке водного раствора продукта используются специальные ионообменные смолы, которые абсорбируют примеси органических и неорганических веществ в растворе. Смолы в дальнейшем регенерируются под действием слабоконцентрированной азотной кислоты. Очистка проходит в механических фильтрах.

Выпаривают воду из раствора капролактама в три этапа постепенно в выпарных аппаратах. При этом на первой ступени воду практически не выпаривают, а на третьей ступени достигает процент чистого капролактама достигает 94%. Следует отметить, что во избежание побочных реакций выпаривают на 2 и 3 стадии в вакууме.

Финальным процессом технологического процесса является дистилляция сырого лактама. Так как капролактама термически неустойчивый продукт и реагирует с кислородом, поэтому для лактама необходимы строгие условия транспортировки и хранения. Дистилляцию проводят в условиях вакуума для снижения температуры кипения и ускорения процесса. Сама дистилляция проходит в массообменных тонкопленочных аппаратах. Лактам проходит через них за несколько секунд.

В товарном виде представлен жидким согласно ГОСТ 7850-2013 высший сорт. Бесцветный, маслянистый, имеет слабый специфический запах [4].

Имеет следующие физико-химические показатели [20]:

- удельный вес при 70°C – 1,023 г/см³;
- температура кипения при 760 мм.рт.ст. – 262,5°C;
- температура плавления – не менее 69,2°C.

Жидкий капролактама по физико-химическим показателям должен соответствовать нормам, представленным в таблице 2.

1.2 Методы экстракции лактамного масла

Чаще всего экстракцию капролактама проводят в две стадии, однако есть технологические процессы, проводимые одностадийно.

К примеру, известны технологические схемы с экстракцией бензольным растворителем, после чего экстрагент отправляют на стадию дистилляции или ректификации. Несмотря на то, что данные технологии намного дешевле в энергетическом расходе, однако стоит учесть, что бензол растворяет в себе большую часть примесей, которые не позволяют получить капролактама, соответствующий требуемым условиям чистоты. [9]

Наиболее распространенным методом экстракции капролактама является двухступенчатая экстракция, которая состоит из выделения капролактама органическим растворителем и последующей рекстракцией водой. Данный метод является энергозатратным, так как в отличие от других имеет большее количество стадий. Однако данный способ является наиболее эффективным в извлечении чистого капролактама. Данные по выходу этим методом имеют наиболее высокие значения (более 90-95%).

Так же существуют методы экстракции, когда сокращают стадию нейтрализации. Для этого капролактама извлекают в самой реакционной смеси. Такой способ предполагает промывание смеси раствором щелочи или подачи газового аммиака и воды, однако такой способ не нашел промышленного применения из-за большого количества потерь капролактама, сложностью получения технически чистого продукта.

Остальные подходы к методу экстракции основаны на применении массообменных аппаратов улучшенного типа, подборе растворителя с высокими коэффициентами распределения или изменения концентраций входного потока или же комбинирование нескольких способов сразу.

1.3 Растворители экстракции

Существует много разных растворителей для экстракции лактамного масла. Каждый экстрагент должен обладать определенными характеристиками, такими как [3]:

- эффективность экстракции в диапазоне от 90-95%;
- вязкость ниже или равна 0,55 мПа·с;
- плотность выше, чем у капролактама и отличается от нее не менее чем на 0,2 г/см³;
- ограниченная растворимость в воде;
- температура кипения в диапазоне 50-100 °С для обеспечения пригодности растворителя к повторному использованию;
- не легко воспламеняемый;
- возможность использовать с примесями веществ с прошлых стадий;
- возможность использовать при образовании сульфата аммония.

Наиболее важным показателем для растворителя является – коэффициент распределения. Это показатель, который показывает способность растворяться в двух растворителях. Эта величина не является постоянной и зависит от многих факторов, таких как концентрация исходных реагентов, условия проведения реакции и т.д. Этот показатель необходим для оценки эффективности стадии очистки и растворителя в частности, а также определения числа ступеней, необходимых для экстракции.

Уравнение описывается следующим выражением:

$$X_H = X_K \frac{p^{n+1} - 1}{p - 1} \quad (1)$$

Основными растворителями узла экстракции чаще всего рассматривают бензол, толуол и трихлорэтилен – это наиболее

распространенные промышленные растворители. Однако ввиду своей безопасности предпочтение отдают трихлорэтилену [5]. Стоит заметить, что из-за того, что ТХЭ имеет высокую плотность в сравнении с капролактамом, а, следовательно, лучше разделяется на фазы, имеет меньший расход и не является канцерогеном. Его чаще используют в качестве растворителя, но ТХЭ разлагается при повышенных температурах, образуя соляную кислоту, которая корродирует на стенках аппаратов [1], [17].

При работе с небольшими концентрациями капролактама существенной разницы между показателями эффективности работы растворителя не имеется, поэтому в промышленности нет однозначного решения, какой растворитель использовать [24].

В случае бензола с водой он образует азеотропную смесь, кроме того, в отличие от других промышленно доступных растворителей имеет высокую взаимную растворимость с водой, что приводит к потерям капролактама, а также хорошо растворяет в себе неполярные примеси. Так же бензол является сильным канцерогеном.

Помимо вышеперечисленных промышленных растворителей, на данный момент так же проводятся исследования других потенциальных экстрагентов. Примером могут быть октанол-1 в циклогексане и ионные жидкости на основе имидазола. На данный момент данные исследования имеют только лабораторные результаты [21], [23].

Вывод по первому разделу: в данном разделе были рассмотрены технологические особенности получения капролактама, методы экстракции, а также проанализированы существующие растворители в узле экстракции.

2 Технологическая часть

2.1 Описание технологической схемы узла экстракции

Согласно постоянному технологическому регламенту 37 цеха ПАО«КуйбышевАзот», экстракция проходит по следующему технологическому описанию [15].

Для качественного извлечения капролактама из лактамного масла, используют две стадии: экстракция ТХЭ и реэкстракция водой. Экстракцию проводят капролактама из лактамного масла ТХЭ в экстракторе X-0060, затем фазу лактам-ТХЭ реэкстрагируют водой в экстракторе X-0070.

В стадии экстракции используются вибрационные экстракторы. Согласно описанию, из патента RU2458053: «Экстрактор представляет собой вертикальный цилиндрический аппарат с верхней и нижней отстойными зонами, по вертикальной оси которого расположен вал с собранными на нем тарелками, имеющие просечки.

Вращательное движение шкива электродвигателя с помощью редуктора и привода преобразуется в возвратно – поступательное движение вала и тарелок, совершаемое по вертикальной оси аппарата» [13].

Экстракцию проводят при атмосферном давлении и температуре 40-45 °С. Температура процесса контролируется приборами ПИ-6107 и ПИ-6106. При этом уровень раздела фаз контролируется прибором LIRA-6305, а регулируется через утку капролактамом в ТХЭ, поступающим самотеком.

Лактамное масло подается насосом поз. Н-0600 со стадии перегруппировки и нейтрализации в нижнюю часть экстрактора поз. X-0060. Входной расход регулируется прибором FIRC-6206.

Помимо этого, на 11,13, 15 тарелки экстрактора поз. X-0060 подается раствор капролактама в ТХЭ из экстрактора X-0010 насосом поз. Н-0020 с содержанием до 6% капролактама.

Регенерированный ТХЭ из сборника поз. Е-0330 насосом Н-0600 подается в верхнюю часть экстрактора поз. Х-0060 и его входной расход регулируется прибором FIRC-6208. На 62 тарелку экстрактора поз. Х-0060 из емкости поз. Е-0120 по 4-м вводам подается циркуляционный ТХЭ. Причем расход задается таким образом, чтобы получить 9-16% раствор лактама в ТХЭ. Входной расход регулируется прибором FIRC-6207.

После экстракции ТХЭ полученный капролактама выводится снизу, а рафинат из верхней части поступает самотеком в емкость поз. Е-0410. Далее рафинат поступает на стадию регенерации, оставшийся водный слой после отстаивания регенерации уходит на факел. Циркуляционный ТХЭ из рафината в емкости может подаваться насосом поз. Н-0420.2 в емкость поз. Е-120.

Далее раствор капролактама в ТХЭ подается в сепаратор поз. С-0480 через утку самотеком. В сепаратор так же подается вода для удаления водорастворимых примесей из емкости поз. Е-0460. Линия раздела фаз регулируется прибором LIRCAE-6306. После отмывки и разделения фаз на водный и органический, где водный находится сверху, а органический – снизу, водный слой самотеком подается в емкость поз. Е-0560 обратно на стадию перегруппировки и нейтрализации.

Фаза капролактама в ТХЭ подается в нижнюю часть экстрактора поз. Х-0070 насосом поз. Н-0490. В верхнюю часть экстрактора поз. Х-0070 подают техническую воду, являющимся конденсатом со стадии выпарки, из емкости поз. Е-0460 насосом поз. Н-0470. Помимо технической воды, подается химобессоленная вода. Подачу регулируют приборы FIC-6204 и FIRC-6209 соответственно. Причем водный раствор капролактама должен содержать 22-32%.

Далее идет извлечение капролактама: водный слой растворенного в воде капролактама выводится из верхнего отделения экстрактора в сепаратор поз. С-0160 самотеком, а нижний слой ТХЭ поступает в сборник поз. Е-0120 для дальнейшей регенерации через переливную утку.

2.2 Виды экстракторов и предлагаемое решение

Для осуществления процессов экстрагирования используются (виды экстракторов) [18]:

1. Смесительно-отстойные экстракторы. Наиболее распространены смесители типа аппаратов с мешалкой, инжекторные, диафрагменные, центробежные насосы.

2. Колонные экстракторы подразделяются на:

- распылительные экстракторы;
- насадочные экстракторы;
- экстракторы с ситчатыми тарелками;
- колонные экстракторы с механическим перемешиванием фаз (роторно-дисковый экстрактор);
- пульсационные экстракторы;
- центробежные экстракторы.

2.2.1 Вибрационный экстрактор непрерывного действия

«Вибрационный экстрактор (рисунок 2) непрерывного действия состоит из: вертикального цилиндрического корпуса 1, с устройствами ввода экстрагента 2 и 3 и вывода суспензии 4, шнекового питателя 5. Корпус аппарата секционирован неподвижными перегородками 6, с щелями для прохода суспензии. Щели расположены на периферии и в центре перегородок попеременно по высоте аппарата, причем площади сечения щелей равны. В корпусе установлен шток 7 с закрепленными на нем перфорированными тарелками 8, по одной в каждой секции. Размер отверстий перфорации, а также их форма в каждой тарелке будут разными и определяются технологической задачей и свойствами обрабатываемого сырья. Тарелки снабжены по периферии бортами, направленными в сторону, противоположную движению фаз» [11].

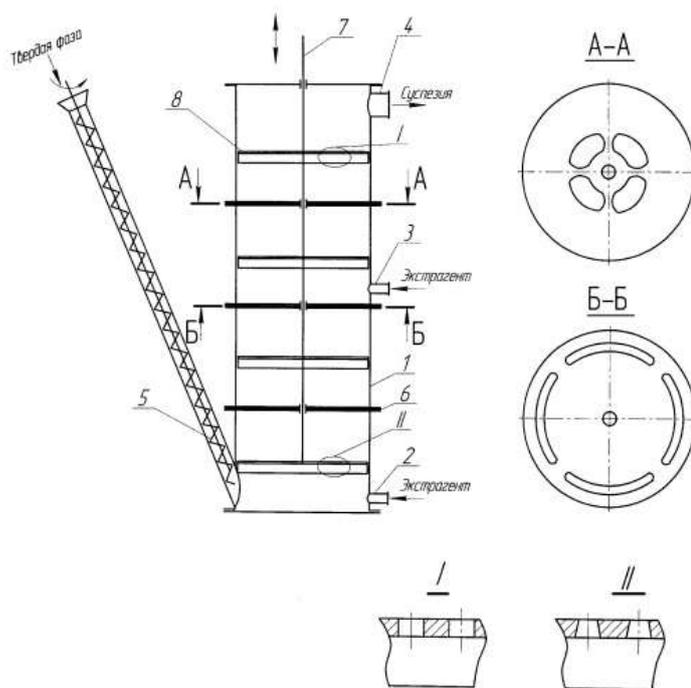


Рисунок 2 - Вибрационный экстрактор непрерывного действия

Аппарат работает следующим образом. Обрабатываемая твердая фаза подается в шнековый питатель 5, обеспечивающий заданный расход, и транспортируется в нижнюю часть аппарата. Экстрагент подается под нижнюю тарелку через патрубок ввода 2. Патрубок 3 предусмотрен для ввода дополнительного экстрагента, с целью увеличения движущей силы процесса экстрагирования и повышения степени извлечения целевого компонента.

«Твердая фаза, попадая в нижнюю часть аппарата, интенсивно перемешивается с экстрагентом в виброожиженном слое, создаваемом перфорированной тарелкой. Тарелки 8 совершают возвратно-поступательное движение в вертикальной плоскости вместе со штоком 7. При этом размер отверстий перфорации тарелок в нижних секциях аппарата будет больше, чем в последующих. Это обеспечивает разрушение твердой фазы по секциям при ее последовательном прохождении каждой секции аппарата» [11].

2.2.2 Многоступенчатый барботажный экстрактор

Многоступенчатый барботажный (рисунок 3) экстрактор включает вертикальный корпус 1, разделенный перегородками 2 на отдельные секции-отстойники. На перегородках между внутренним 3 и наружным 4 патрубками смесительного устройства расположены дополнительные внутренний (нечетный) 5 и наружный (четный) 6 концентрические патрубки. «Внутренний патрубок 5 закреплен, например, сваркой в полотне верхней перегородки секции-отстойника и расположен с зазором к нижней перегородке секции-отстойника. Наружный патрубок 6 закреплен, например, сваркой в полотне нижней перегородки секции-отстойника и расположен с зазором к верхней перегородке секции-отстойника. В нижней части внутреннего патрубка 3 смесительного устройства расположен газораспределительный насадок 7 с отверстиями 8 в боковой стенке» [10]. Верхний срез переточных трубок 9 поднят над перегородкой 2 и перекрыт колпачками 11 с прорезями 12 в нижней части и отверстиями 13 в верхних крышках.

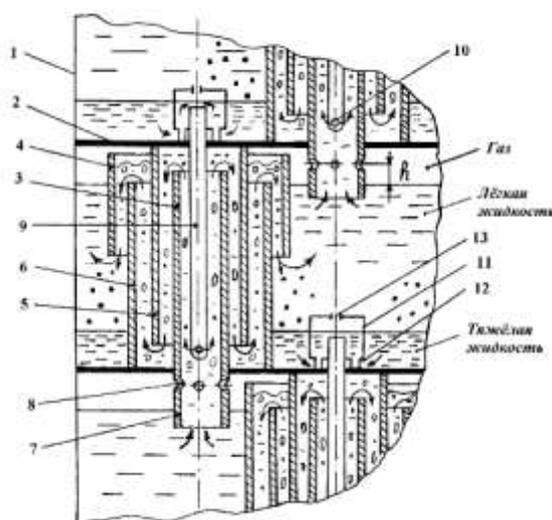
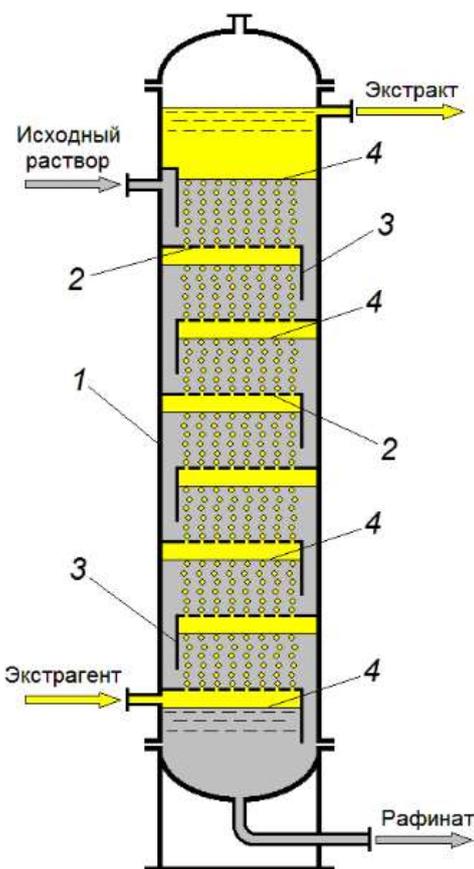


Рисунок 3 - Многоступенчатый барботажный экстрактор

Работает экстрактор следующим образом. Легкая жидкость, например, бензол, через нижний срез газораспределительного насадка 7 поступает внутрь патрубка 3. «Туда же через отверстия 10 переточных трубок 9 из отстойной части вышележащей секции-отстойника поступает тяжелая жидкость, например, вода. При совместном движении смеси жидкостей снизу-вверх внутри патрубка 3 далее сверху вниз между патрубками 3 и 5, затем снизу-вверх между патрубками 5 и 6, наконец, сверху вниз между патрубками 4 и 6 жидкости интенсивно перемешиваются барботирующим инертным газом, который поступает в патрубок 3 через отверстия 8 газораспределительных насадков 7. В верхней части пространства между патрубками 5 и 6 пузырьки газа отделяются от смеси жидкостей и газ выходит в зазор между верхней перегородкой секции-отстойника и верхним срезом патрубка 4, откуда поступает в смесительные устройства вышележащей секции-отстойника. Смесь жидкостей выходит между патрубками 4 и 6 в отстойную часть секции-отстойника, где капли тяжелой жидкости оседают в сплошной слой, границу которого определяет высота поднятия переточных трубок 9 над перегородкой 2, которая делит корпус экстрактора 1 на отдельные секции-отстойники» [10].

2.2.3 Роторно-дисковый экстрактор

Одним из распространенных в технике механических экстракторов является роторно-дисковый экстрактор (рисунок 4). В этом экстракторе на внутренней стенке корпуса колонны на равном расстоянии друг от друга укреплены неподвижные кольцевые перегородки (статоры), делящие колонну на ряд секций небольшого объема. По оси колонны на валу располагаются гладкие горизонтальные диски (роторы). Диаметр дисков ротора несколько меньше диаметра отверстий колец статора.



1 – корпус, 2 – ситчатые тарелки, 3 – перегородки тяжёлой фазы между тарелками, 4 – граница раздела расслаивающихся фаз

Рисунок 4 - Роторно-дисковый экстрактор

При вращении вала с дисками под действием сил трения и центробежных сил возникает движение сплошной фазы к стенкам аппарата, достигнув которых жидкость движется вверх и вниз вдоль стенок и отражается кольцами статора. На это движение жидкости накладывается осевое. Диспергируемая лёгкая фаза движется противотоком к сплошной и дополнительно дробится ротором.

В результате в каждой секции возникают тороидальные замкнутые потоки сплошной фазы, приводящие к интенсивному перемешиванию фаз. При этом дисперсная фаза многократно дробится дисками, при столкновении со стенками и под действием турбулентных пульсаций. После перемешивания при обтекании кольцевых перегородок, ограничивающих секции колонны, фазы частично разделяются вследствие разности

плотностей. В отстойных зонах колонны фазы расслаиваются и затем выходят из аппарата.

Роторные экстракторы различаются в основном конструкцией перемешивающих устройств. Так вместо гладких дисков применяют различного вида мешалки, иногда секции заполняют насадкой.

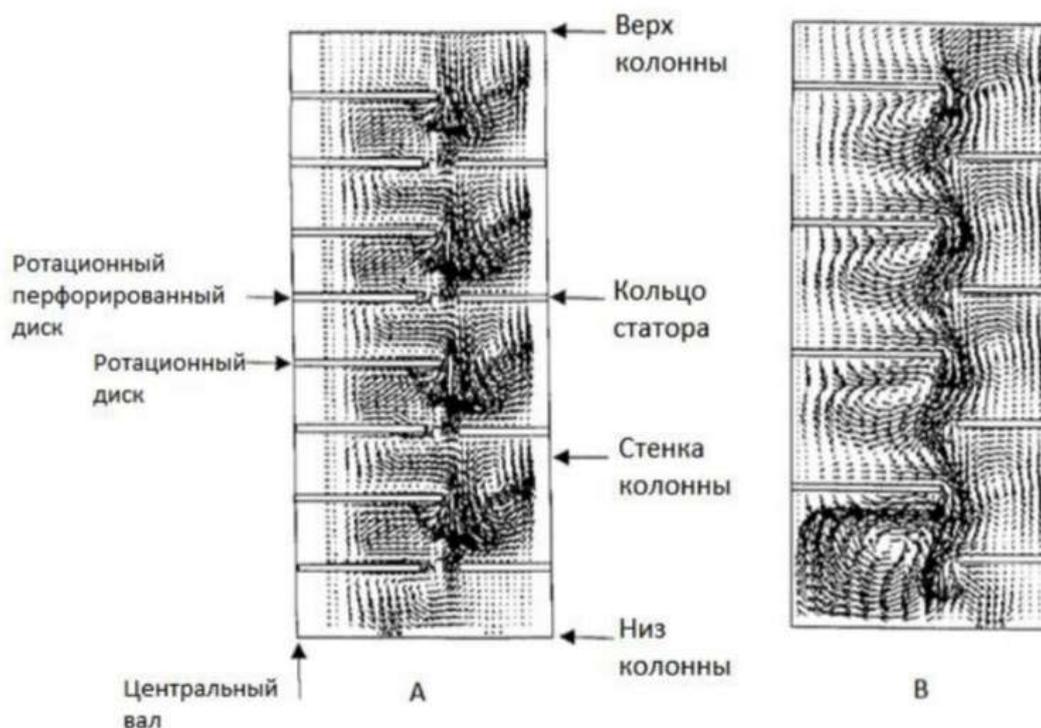
К основным достоинствам роторных экстракторов относятся высокая эффективность массообмена, малая чувствительность к твёрдым примесям в фазах, возможность создания аппаратов большой единичной мощности.

«Вместе с тем роторным экстракторам присущ серьёзный недостаток – так называемый масштабный эффект, т.е. существенное увеличение высоты единицы переноса с увеличением диаметра аппарата. Причина этого явления заключается в неравномерности поля скоростей по высоте и поперечному сечению аппарата, в образовании застойных зон, байпасировании, способствующих усилению продольного перемешивания и нарушению равномерной структуры потоков в аппарате» [12].

2.2.4 Предлагаемое решение

Предлагаемым решением оптимизации стадии экстракции является роторно-дисковый экстрактор улучшенной конструкции. В исследовании Канзаского университета был спроектирован роторно-дисковый экстрактор улучшенного типа (рисунок 5) [22]. Как видно на рисунке 6, кольца статора и перфорированные диски находятся на одном уровне, чаще всего в подобных конструкциях кольца статора находятся выше дисков. На схеме видно, что в классической конструкции возникают завихрения, которые могут привести к снижению массообмена, за счет снижения использования свободного объема из-за недостаточного диспергирования капель. Модернизация конструкции заключалась в модификации перфорированных дисков таким образом, что возникающие завихрения, образующиеся в экстракторе, нивелируются, что привело к повышению массопередачи. Таким образом, массообмен органического и неорганического слоя увеличился до 35%. Содержание

капролактама снизилось до 0,1% в рафинате. Такие результаты были получены в ходе промышленных экспериментов.



А – улучшенная конструкция экстрактора, В – классическая конструкция

Рисунок 5 – Схема потоков в роторно-дисковом экстракторе

Вывод по технологическому разделу: в данном разделе была описана технологическая схема узла экстракции, рассмотрены существующие конструкции экстракторов и был предложен способ модернизации узла экстракции.

3 Расчетная часть

3.1 Материальный баланс аппарата экстракции

Экстракция капролактама идет по следующей схеме материальных потоков, представленной на рисунке 6:



G1- поток лактамного масла, G2- поток рафината со стадии экстракции, G3- поток трихлорэтилена, G4 – поток водного слоя, G5 - поток капролактама в ТХЭ

Рисунок 6 – схема материальных потоков экстракции

По данным регламента цеха 37 производственная мощность производства капролактама составляет 50 тысяч тонн в год при 8000 часах работы [15]. Тогда, исходя из этого, примем производительность капролактама 6250 кг/ч. Остальные данные взяты из условий аналитического контроля (таблица 3).

Исходные данные:

$$G_{\text{капролактама}} = 6250 \text{ кг/ч}$$

$$G_{\text{ТХЭ}} = 23375 \text{ кг/ч}$$

Содержание капролактама в рафинате – 2,5%

Содержание капролактама в ТХЭ в потоке G5 – не более 16%

Соотношение потоков G1:G2 в кг – 1:07

Содержание капролактама в регенерированном ТХЭ – 0,5%

Таблица 3 – Состав лактамного масла по данным аналитического контроля [14]

Компонент	Массовая доля, %масс
Капролактam	67,0
Вода	31,5
Сульфат аммония	1,0
Примеси	0,5
Итого	100

Вычислим массовый расход каждого компонента, содержащегося в лактамном масле (таблица 4) по формуле 2:

$$G_{j,i} = G_i \cdot \omega_i \quad (2)$$

$$G_{\text{капролактam},1} = 6250 \text{ кг/ч} \cdot 0,67 = 4187,5 \text{ кг/ч}$$

$$G_{\text{вода},1} = 6250 \text{ кг/ч} \cdot 0,315 = 1968,75 \text{ кг/ч}$$

$$G_{\text{СА},1} = 6250 \text{ кг/ч} \cdot 0,01 = 62,5 \text{ кг/ч}$$

$$G_{\text{примеси},1} = 6250 \text{ кг/ч} \cdot 0,005 = 31,25 \text{ кг/ч}$$

Вычислим количество вещества каждого компонента, содержащегося в лактамном масле по формуле 3:

$$n_{j,i} = \frac{G_i}{MM_i} \quad (3)$$

$$n_{\text{капролактam},1} = \frac{4187,5 \text{ кг/ч}}{113,16 \text{ кг/кмоль}} = 37,00 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{вода},1} = \frac{1968,75 \text{ кг/ч}}{18,02 \text{ кг/кмоль}} = 109,25 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{СА},1} = \frac{62,5 \text{ кг/ч}}{132,14 \text{ кг/кмоль}} = 0,47 \text{ кмоль/ч}$$

Таблица 4 – Расход лактамного масла по компонентам

Компонент	Массовый расход, G, кг/ч	Мольный расход, n, кмоль/ч
Капролактам	4187,5	37,00
Вода	1968,75	109,25
Сульфат аммония	62,5	0,47
Примеси	31,25	-
Итого	6250	-

Таблица 5 – Состав рафината по компонентам

Компонент	Массовая доля, %масс
Капролактам	2,50
Вода	93,0
Сульфат аммония	2,4
Примеси	1,0
ТХЭ	1,1
Итого	100

Внесем данные компонентов рафината для потока G2, исходя из данных аналитического контроля. Примем в расчет, что рафинат (таблица 5) из экстракторов X-0060 и X-0070 имеют одинаковый состав. Исходя из массового соотношения потоков G1 и G2 – 1:07. Поток G2 составляет 4375 кг/ч.

Вычислим массовый расход каждого компонента, содержащегося в рафинате по формуле 2:

$$G_{\text{капролактам},2} = 4375 \text{ кг/ч} \cdot 0,025 = 109,38 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{вода},2} = 4375 \text{ кг/ч} \cdot 0,93 = 4068,75 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{СА},2} = 4375 \text{ кг/ч} \cdot 0,024 = 105,00 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{примеси},2} = 4375 \text{ кг/ч} \cdot 0,01 = 43,75 \text{ кг/ч}$$

$$g_{\text{ТХЭ},2} = 4375 \text{ кг/ч} \cdot 0,011 = 48,12 \text{ кг/ч}$$

Вычислим количество вещества каждого компонента, содержащегося в рафинате по формуле 3:

$$n_{\text{капролактама},2} = \frac{109,38 \text{ кг/ч}}{113,16 \text{ кг/кмоль}} = 0,97 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{вода},2} = \frac{4068,75 \text{ кг/ч}}{18,02 \text{ кг/кмоль}} = 225,79 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{СА},2} = \frac{105,00 \text{ кг/ч}}{132,14 \text{ кг/кмоль}} = 0,79 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{ТХЭ},2} = \frac{48,12 \text{ кг/ч}}{131,39 \text{ кг/кмоль}} = 0,32 \text{ кмоль/ч}$$

Таблица 6 – Расход рафината по компонентам

Компонент	Массовый расход, G, кг/ч	Мольный расход, n, кмоль/ч
Капролактама	109,38	37,97
Вода	4068,75	225,79
Сульфат аммония	105,00	0,79
Примеси	43,75	-
ТХЭ	48,12	0,32
Итого	4375	-

Внесем данные потоков G1 и G2 в таблицу 7.

Таблица 7 – Расход потоков G1 и G2

Компонент	Массовый расход, G, кг/ч	Мольный расход, n, кмоль/ч
Капролактама	4296,88	39,00
Вода	6037,50	335,04
Сульфат аммония	167,5	1,26
Примеси	75,00	-
ТХЭ	48,12	0,32
Итого	10625,00	374,45

Рассчитаем количество потока G3 для ТХЭ по формуле 2, зная, что содержание ТХЭ 99,5 %, а содержание капролактама – 0,5%.

$$G_{\text{капролактама},3} = 23375 \text{ кг/ч} \cdot 0,005 = 116,87 \text{ кг/ч}$$

$$G_{\text{ТХЭ},3} = 23375 \text{ кг/ч} \cdot 0,995 = 23258,13 \text{ кг/ч}$$

Вычислим количество вещества каждого компонента, содержащегося в ТХЭ по формуле 3:

$$n_{\text{капролактама},3} = \frac{116,87 \text{ кг/ч}}{113,16 \text{ кг/кмоль}} = 1,03 \text{ кмоль/ч}$$

$$n_{\text{ТХЭ},3} = \frac{23258,13 \text{ кг/ч}}{131,39 \text{ кг/кмоль}} = 177,02 \text{ кмоль/ч}$$

Таблица 8 – Расход ТХЭ по компонентам

Компонент	Массовый расход, G, кг/ч	Мольный расход, n, кмоль/ч
Капролактама	116,87	1,03
ТХЭ	23258,13	177,02
Итого	23375	178,05

Вносим данные потока G4 в таблицу 9.

Таблица 9 – Данные рафината потока G4 по компонентам

Компонент	Массовый расход, кг/ч	Мольный расход, кмоль/ч	Массовая доля, %
Капролактама	31,03	0,27	95,12
Вода	5893,73	327,07	2,60
Сульфат аммония	163,11	1,23	0,68
Примеси	42,42	-	0,50
ТХЭ	68,21	0,52	1,10
Итого	6198,50	-	100

Рассчитываем массу капролактама, оставшуюся в органической фазе:

$$G_{\text{капролактама},5} = 4187,5\text{кг/ч} + 109,38\text{кг/ч} + 116,87\text{кг/ч} - 31,03\text{кг/ч} \\ = 4382,72\text{кг/ч}$$

Рассчитываем массу воды, оставшуюся в органической фазе:

$$G_{\text{вода},5} = 6037,50\text{кг/ч} - 5893,73\text{кг/ч} = 143,77\text{кг/ч}$$

Рассчитываем массу сульфата аммония, оставшуюся в органической фазе:

$$G_{\text{СА},5} = 167,5\text{кг/ч} - 163,11\text{кг/ч} = 4,39\text{кг/ч}$$

Масса примесей, растворившаяся в органической фазе:

$$G_{\text{примеси},5} = 75,00\text{кг/ч} - 42,42\text{кг/ч} = 32,58\text{кг/ч}$$

Потери ТХЭ, растворенные в органической фазе:

$$G_{\text{ТХЭ},5} = 23258,13\text{кг/ч} + 48,12\text{кг/ч} - 68,21\text{кг/ч} = 23238,04\text{кг/ч}$$

Вычислим количество вещества каждого компонента, содержащегося капролактама в ТХЭ по формуле 3:

$$n_{\text{капролактама},5} = \frac{4382,72\text{кг/ч}}{113,16\text{кг/кмоль}} = 38,73\text{кмоль/ч}$$

$$n_{\text{вода},5} = \frac{143,77\text{кг/ч}}{18,02\text{кг/кмоль}} = 7,97\text{кмоль/ч}$$

$$n_{\text{СА},5} = \frac{4,39\text{кг/ч}}{132,14\text{кг/кмоль}} = 0,03\text{кмоль/ч}$$

$$n_{\text{ТХЭ},5} = \frac{23238,04 \text{ кг/ч}}{131,39 \text{ кг/кмоль}} = 176,82 \text{ кмоль/ч}$$

Таблица 10 – Данные капролактама в ТХЭ потока G5 по компонентам

Комонент	Массовый расход, G, кг/ч	Мольный расход, n, кмоль/ч
Капролактама	4382,72	38,73
Вода	143,77	7,97
Сульфат аммония	4,39	0,03
Примеси	32,58	-
ТХЭ	23238,04	176,82
Итого	27801,5	374,45

Вычислим массовое содержание капролактама, содержащегося в потоке G5 (капролактама в ТХЭ) по формуле 4:

$$\omega_{\text{капролактама в ТХЭ}} = \frac{G_{\text{капролактама},5}}{G_5} \cdot 100\% \quad (4)$$

$$\omega_{\text{капролактама в ТХЭ}} = \frac{4382,72 \text{ кг/ч}}{27801,5 \text{ кг/ч}} \cdot 100\% = 15,76\%$$

Данный показатель не превышает условий аналитического контроля. Содержание капролактама в ТХЭ находится в допустимых значениях от 9 до 16%.

Таблица 11 – Материальный баланс для экстрактора X-0060

Приход			Расход		
Компонент	Массовый поток, кг/ч	Мольный поток, кмоль/ч	Компонент	Массовый поток, кг/ч	Мольный поток, кмоль/ч
Лактамное масло, G1			Рафинат, выходящий из экстрактора, G4		
Капролактам	4187,5	37,00	Капролактам	31,03	0,27
Вода	1968,75	109,25	Вода	5893,73	327,07
Сульфат аммония	62,5	0,47	Сульфат аммония	163,11	1,23
Примеси	31,25	-	Примеси	42,42	-
Рафинат экстракторов, поступающий в экстрактор, G2			ТХЭ	68,21	0,52
Капролактам	109,38	0,97	Капролактам в трихлорэтилене, G5		
Вода	4068,75	225,79	Капролактам	4382,72	38,73
Сульфат аммония	105,00	0,79	Вода	143,77	7,97
Примеси	43,75	-	Сульфат аммония	4,39	0,03
ТХЭ	48,12	0,32	Примеси	32,58	-
Регенерированный трихлорэтилен, G3			ТХЭ	23238,04	176,82
Капролактам	116,87	1,03			
ТХЭ	23258,13	177,02			
ИТОГО	34000,00	552,64	ИТОГО	34000,00	552,64

3.2 Материальный баланс предложенной оптимизации

Как было сказано ранее, использование роторно-дискового экстрактора улучшенной конструкции не повлияет на данные прихода материального баланса процесса экстракции, однако повысит эффективность массообмена: значительно снизится взаимная растворимость нежелательных примесей и побочных продуктов в слое ТХЭ при использовании до 35%, за счет снижения завихрений между дисками и повышением удерживающей способности дисперсной фазы. Помимо этого, снизится массовое содержание капролактама до 0,1 % в рафинате потока G4.

Таблица 12 – Материальный баланс с учетом модификации

Расход		
Компонент	Массовый поток, кг/ч	Мольный поток, кмоль/ч
Рафинат, выходящий из экстрактора, G4		
Капролактама	6,21	0,06
Вода	5944,05	329,86
Сульфат аммония	164,65	1,24
Примеси	42,42	-
ТХЭ	44,34	0,34
Капролактама в трихлорэтилене, G5		
Капролактама	4407,54	38,94
Вода	93,45	5,18
Сульфат аммония	2,85	0,02
Примеси	32,58	-
ТХЭ	23261,91	177,04
ИТОГО	34000,00	552,64

Исходя из полученных данных, материальный баланс всех потоков для экстрактора X-0060 не изменится, включая входные данные. Так как в фазе капролактама в ТХЭ содержание самого капролактама увеличилось на 24,82

кг/ч., следовательно, при мощности 8000 часов в год, с помощью оптимизации стадии экстракции можно получить 198,56 тонны в год капролактама.

Помимо этого, существенным плюсом является дополнительное извлечение ТХЭ из водного слоя. В органический слой дополнительно переходит 23,83 кг/ч трихлорэтилена, а это 190,96 тонн в год.

С помощью более эффективного массообмена значительно проще регулировать регламентированные значения параметров узла экстракции с учетом всех требований аналитического контроля. При этом многие вводные параметры экстракции так и продолжают оставаться неизменными.

3.3 Тепловой баланс

Уравнение теплового баланса для экстрактора X-0060 будет выглядеть следующим образом:

$$Q_{\text{ЛМ}} + Q_{\text{ТХЭ}} = Q_{\text{К-ТХЭ}} + Q_{\text{Р}} + Q_{\text{потерь}} \quad (5)$$

где $Q_{\text{ВХ}}$ – количество тепла, входящего в экстрактор;

$Q_{\text{ВЫХ}}$ – количество тепла, выходящего из экстрактора;

$Q_{\text{ЛМ}}$ – количество тепла лактамного масла, поступившего в экстрактор;

$Q_{\text{ТХЭ}}$ – количество тепла, регенерированного трихлорэтилена, поступившего в экстрактор;

$Q_{\text{Р}}$ – количество тепла рафината, выходящего из экстрактора;

$Q_{\text{потерь}}$ – количество потерь тепла, выделяющегося в окружающую среду.

Таблица 13 – Данные теплоемкости для процесса экстракции [25].

Название показателя	$C_i, \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}}$
Теплоемкость трихлорэтилена при температуре 40 °С	0,977
Теплоемкость трихлорэтилена при температуре 45 °С	0,980
Теплоемкость раствора капролактама с массовым содержанием 40% при температуре 50 °С	3,652
Теплоемкость воды при температуре 45 °С	4,502
Теплоемкость капролактама при температуре 45 °С	1,93

Вычислим количество тепла на входе в экстрактор. Принимаем, что на входе в экстрактор температура входящего лактамного масла равна 50 °С, а температура входящего регенерируемого ТХЭ составит 40 °С. Тогда количество теплоты рассчитываем по формуле 6, а количество теплоты для каждого входного потока по формуле 7. Примесями и побочными продуктами в лактамном масле и регенерированном ТХЭ можно пренебречь, так как их содержание незначительно.

$$Q_{\text{вх}} = \sum Q_i = Q_{\text{ЛМ}} + Q_{\text{ТХЭ}} \quad (6)$$

$$Q_i = G_i \cdot C_i \cdot T_i \quad (7)$$

$$Q_1 = 10625 \text{ кг/ч} \cdot 3,652 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}} \cdot 50^\circ\text{C} = 1940125 \text{ кДж/ч}$$

$$Q_2 = 23375 \text{ кг/ч} \cdot 0,977 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}} \cdot 40^\circ\text{C} = 913495 \text{ кДж/ч}$$

$$Q_{\text{вх}} = 1940125 \text{ кДж/ч} + 913495 \text{ кДж/ч} = 2853620 \text{ кДж/ч}$$

Рассчитаем количество тепла, приходящееся на теплотери входных потоков по формуле 8. Процент по потерям принимаем за 3%:

$$Q_{\text{потерь}} = 0,03 \cdot Q_{\text{вх}} \quad (8)$$

$$Q_{\text{теплопотери}} = 2853620 \text{кДж/ч} \cdot 0,03 = 85608,60 \text{кДж/ч}$$

Вычислим количество тепла капролактама в ТХЭ, выходящего из экстрактора по формуле 8. Стоит отметить, что для потока G5 – капролактам в ТХЭ, следует учитывать теплоемкость самого капролактама для расчета количества тепла:

$$\begin{aligned} Q_{\text{К-ТХЭ}} &= (4382,72 \text{кг/ч} \cdot 1,93 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}} + 23418,78 \text{кг/ч} \cdot 0,977 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}}) \cdot 45^\circ\text{C} \\ &= 1402868,98 \text{кДж/ч} \end{aligned}$$

Вычислим количество тепла, приходящегося на тепло рафината, выходящего из экстрактора:

$$Q_{\text{р}} = Q_{\text{вх}} - (Q_{\text{К-ТХЭ}} + Q_{\text{потери}}) \quad (9)$$

$$\begin{aligned} Q_{\text{р}} &= 2853620 \text{кДж/ч} - (1402868,98 \text{кДж/ч} + 85608,60 \text{кДж/ч}) \\ &= 1365142,42 \text{кДж/ч} \end{aligned}$$

Вычислим количество тепла, приходящегося на выход из реактора по формуле 10:

$$Q_{\text{вых}} = Q_{\text{К-ТХЭ}} + Q_{\text{р}} + Q_{\text{потери}} \quad (10)$$

$$\begin{aligned} Q_{\text{вых}} &= 1402868,98 \text{кДж/ч} + 1366450,51 \text{кДж/ч} + 85608,60 \text{кДж/ч} \\ &= 2853620 \text{кДж/ч} \end{aligned}$$

Найдем температуру потока, выходящего из верхней части экстрактора по формуле 11. Так как на выходе выходит рафинат с высоким содержанием воды, то допускаем, что теплоемкость рафината численно близка к теплоемкости воды при заданной температуре процесса:

$$t = \frac{Q_P}{G_4 \cdot C_i} \quad (11)$$

$$t = \frac{1365142,42 \text{ кДж/ч}}{6198,50 \text{ кг/ч} \cdot 4,502 \frac{\text{кДж}}{\text{кг} \cdot ^\circ\text{C}}} = 49^\circ\text{C}$$

Таблица 14 – Тепловой баланс

Приход			Расход		
Тепловой поток	кДж/ч	%	Тепловой поток	кДж/ч	%
$Q_{\text{ЛМ}}$	1940125	67,99	$Q_{\text{К-ТХЭ}}$	1402868,98	49,16
$Q_{\text{ТХЭ}}$	913495	32,01	$Q_{\text{Р}}$	1365142,42	47,84
			$Q_{\text{потери}}$	85608,60	3,00
Итого	2853620	100	Итого	2853620	100

3.4 Расчёт аппарата экстракции

В целях модификации стадии экстракции было предложено рассчитать экстрактор роторно-дискового типа. Для этого воспользуемся типовым примером расчета проектирования экстрактора этого типа [6]. Число дисков в экстракторе N примем за 20.

Расчет роторно-дискового экстрактора производится в следующие этапы, представленные на рисунке 7.



Рисунок 7 – Этапы расчета экстрактора.

Возьмем стандартные соотношения деталей аппарата. Известно, что отношения равны $D_p/D = 2/3$ (диаметра дисков к диаметру колонны), $D_c/D = 3/4$ (диаметра колец статора к диаметру колонны) и $h/D = 1/3$ (высота секции к диаметру колонны), величину $nD_p = 0.2$ м/с так же задаем стандартную.

Найдем средний размер капель по следующей формуле 12

$$d = 16,7 \cdot \frac{\mu_c^{0,3} \cdot \sigma^{0,5}}{(nD_p)^{0,9} \cdot \rho_c^{0,8} \cdot g^{0,2} \cdot N^{0,23}} \quad (12)$$

где μ_c – вязкость сплошной фазы (в случае экстракции – ТХЭ), Па · с;
 σ – межфазное натяжение, м³/с, n – частота вращения дисков, с⁻¹.

$$d = 16,7 \cdot \frac{(0,58 \cdot 10^{-3})^{0,3} \cdot 0,049^{0,5}}{0,2^{0,9} \cdot 1462^{0,8} \cdot 9,81^{0,2} \cdot 20^{0,23}} = 1,6 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3$$

Рассчитываем скорость свободного осаждения рассчитываем по

уравнению Адамара по формуле 13:

$$w_0 = \frac{\Delta p \cdot g \cdot d \cdot (\mu_d + \mu_c)}{6 \cdot \mu_c \cdot (2 \cdot \mu_c + 3 \cdot \mu_d)} \quad (13)$$
$$w_0 = \frac{(1462 - 1020) \cdot 1,6 \cdot 10^{-3} \cdot 9,81 \cdot (1,99 + 0,55)}{6 \cdot 0,55 \cdot (2 \cdot 0,55 + 3 \cdot 1,99)} = 7,55 \text{ см/с}$$

Выразим характеристическую скорость капель по формуле 14

$$\alpha = \left(\frac{D_c}{D} + \frac{D_p}{D} \right) \cdot \left[\left(\frac{D_c}{D} - \frac{D_p}{D} \right)^2 + \left(\frac{h}{D} \right)^2 \right]^{0,5} \quad (14)$$
$$\alpha = \left(\frac{3}{4} + \frac{2}{3} \right) \cdot \left[\left(\frac{3}{4} - \frac{2}{3} \right)^2 + \left(\frac{1}{3} \right)^2 \right]^{0,5} = 0,485$$

Рассчитаем характеристическую скорость по формуле 15:

$$w_{\text{хар}} = w_0 \cdot \alpha \quad (15)$$
$$w_{\text{хар}} = 7,55 \cdot 0,485 = 3,66$$

Находим долю дисперсной фазы в рабочей зоне аппарата по формуле 16:

$$\Phi = \frac{G_{1,2}/\rho_1}{G_{1,2}/\rho_1 + G_3/\rho_3} \quad (16)$$
$$\Phi = \frac{10625/1020}{10625/1020 + 23375/1462} = 0,394$$

Находим по формуле 17 фиктивную суммарную скорость при захлебывании:

$$(w_d + w_c)_3 = (1 - 4 \cdot \Phi + 7 \cdot \Phi^2 - 4 \cdot \Phi^3) \cdot 2,78 \quad (17)$$

$$(w_d + w_c)_3 = (1 - 4 \cdot 0,394 + 7 \cdot 0,394^2 - 4 \cdot 0,394^3) \cdot 2,78$$

$$= 0,739$$

Вычислим внутренний диаметр колонны и внутренних деталей по формуле 18:

$$d_0 = \frac{4 \cdot (V_d + V_c)}{\pi \cdot (w_d + w_c)_3} \quad (18)$$

$$d_0 = \frac{4 \cdot (10625/1020 + 23375/1462)}{\pi \cdot 0,00739 \cdot 3600} = 1,26 \text{ м}$$

Принимаем внутренний диаметр за 1,5 м, тогда:

$$D_p = 1 \text{ м}$$

$$D_c = 1,125 \text{ м}$$

$$h = 0,5 \text{ м}$$

$$n = 0,2$$

Выразим скорости сплошной и дисперсной фазы, так что эффективность колонны составит 67%. Тогда скорость для дисперсной фазы составит 0,419 м/с, а сплошной 0,206 м/с.

Составим кубическое уравнение, зная фиктивную и характеристическую скорости, из формулы 19, чтобы рассчитать удерживающую способность:

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + \left(1 + \frac{w_d}{w_{\text{хар}}} - \frac{w_c}{w_{\text{хар}}}\right)\Phi - \frac{w_d}{w_{\text{хар}}} = 0 \quad (19)$$

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + \left(1 + \frac{0,419}{3,66} - \frac{0,206}{3,66}\right)\Phi - \frac{0,419}{3,66} = 0$$

$$\Phi^3 - 2\Phi^2 + 1,058\Phi - 0,114 = 0$$

$$\Phi = 0,144$$

Рассчитаем удельную поверхность контакта фаз по формуле 20:

$$\alpha = \frac{6\Phi}{d} \quad (20)$$

$$\alpha = \frac{6 \cdot 0,144}{1,6 \cdot 10^{-3}} = 540$$

Вычислим коэффициенты продольного и перемешивания в двух средах по формуле 21 и 22:

$$E_c = 0,5 \frac{w_c \cdot h}{1 - \Phi} + 0,09 \left(\frac{D_p}{D}\right)^2 \left[\left(\frac{D_c}{D}\right)^2 - \left(\frac{D_p}{D}\right)^2 \right] \cdot nD_p h \quad (21)$$

$$E_d = 0,5 \frac{w_d \cdot h}{\Phi} + 0,09 \left(\frac{D_p}{D}\right)^2 \left[\left(\frac{D_c}{D}\right)^2 - \left(\frac{D_p}{D}\right)^2 \right] \cdot nD_p h \quad (22)$$

$$E_c = 0,5 \frac{0,206 \cdot 0,5}{1 - 0,144} + 0,09 \left(\frac{2}{3}\right)^2 \left[\left(\frac{3}{4}\right)^2 - \left(\frac{2}{3}\right)^2 \right] \cdot 0,2 \cdot 0,5 = 0,060$$

$$E_d = 0,5 \frac{0,419 \cdot 0,5}{0,144} + 0,09 \left(\frac{2}{3}\right)^2 \left[\left(\frac{3}{4}\right)^2 - \left(\frac{2}{3}\right)^2 \right] \cdot 0,2 \cdot 0,5 = 0,728$$

Рассчитаем относительную скорость капель по формуле 23

$$w_{от} = \frac{w_d}{\Phi} - \frac{w_c}{1 - \Phi} \quad (23)$$

$$w_{от} = \frac{0,419}{0,144} - \frac{0,206}{1 - 0,144} = 2,670$$

Рассчитываем критерий Рейнольдса по формуле 24:

$$\text{Re} = \frac{\rho_c w_{\text{от}} d}{\mu_c} \quad (24)$$

$$\text{Re} = \frac{1462 \cdot 2,670 \cdot 10^{-2} \cdot 1,6 \cdot 10^{-3}}{0,58 \cdot 10^{-3}} = 107,68$$

Рассчитаем Т критерий по формуле 25 и 26:

$$\text{T} = \frac{4\Delta\rho d^2 P^{0,15}}{3\sigma} \quad (25)$$

$$\text{T} = \frac{(1462 - 1020)(1,6 \cdot 10^{-3})^2 0,634^{0,15}}{3 \cdot 0,049} = 0,719$$

$$P = \frac{\rho_c^2 \sigma^3}{\Delta\rho g \mu_c^4} \quad (26)$$

$$P = \frac{1462^2 (0,049)^3}{(1462 - 1020) \cdot 9,81 \cdot (0,55)^4} = 0,634$$

Так как Т критерий меньше 70, то капли не осциллируют. Значение критерия Рейнольдса более единицы, следовательно, использовать формулы будем, которые представлены ниже.

Критерий Прандтля рассчитывается по формуле 27:

$$\text{Pr}_c = \mu_c \frac{c_c}{\varepsilon} \quad (27)$$

$$\text{Pr}_c = 0,55 \frac{128,76}{0,106} = 668,09$$

Критерий Нуссельта рассчитывается по формуле 28:

$$\text{Nu}_c = 0,6 \cdot \text{Pr}_c^{0,5} \text{Re}^{0,5} \quad (28)$$

$$\text{Nu}_c = 0,6 \cdot 668,09^{0,5} 107,68^{0,5} = 160,93$$

Коэффициент диффузии сплошной фазы рассчитывается по формуле

29:

$$D_c = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} (\varphi \cdot \text{MM})^{0,5} T}{\mu_c \vartheta^{0,6}} \quad (29)$$
$$D_c = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} (131,39)^{0,5} 318}{0,55 \cdot 111,5^{0,6}} = 2,90 \cdot 10^{-9}$$

Коэффициент массопередачи для сплошной фазы рассчитывается по формуле 30:

$$\beta_c = \text{Nu}_c \frac{D_c}{d} \quad (30)$$
$$\beta_c = 160,93 \frac{2,90 \cdot 10^{-9}}{1,6 \cdot 10^{-3}} = 2,92 \cdot 10^{-4}$$

Коэффициент диффузии дисперсной фазы рассчитывается по формуле 31:

$$D_d = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} (\varphi \cdot \text{MM})^{0,5} T}{\mu_c \vartheta^{0,6}} \quad (31)$$
$$D_d = \frac{7,4 \cdot 10^{-12} (18,02)^{0,5} 318}{1,99 \cdot 111,5^{0,6}} = 2,97 \cdot 10^{-10}$$

Рассчитаем высоту аппарата, исходя из условий задания. Высота экстрактора при первом приближении рассчитывается по формуле 32:

$$H = N \cdot h \quad (32)$$
$$H = 20 \cdot 0,5 = 10$$

Рассчитаем время пребывания капель в аппарате по формуле 33:

$$\tau = \frac{\Phi \cdot H}{w_d} \quad (33)$$

$$\tau = \frac{0,144 \cdot 10}{0,00419} = 344\text{с}$$

Рассчитываем диффузионный критерий Фурье по формуле 34:

$$Fo'_d = \frac{4 \cdot D_d \cdot \tau}{d^2} \quad (34)$$

$$Fo'_d = \frac{4 \cdot 2,97 \cdot 10^{-10} \cdot 344}{(1,6 \cdot 10^{-3})^2} = 0,160$$

Рассчитываем критерий Вебера по формуле 35:

$$We = \frac{\rho_c \cdot (w_{от})^2 \cdot d}{\sigma} \quad (35)$$

$$We = \frac{1020 \cdot 0,02670^2 \cdot 1,6 \cdot 10^{-3}}{0,049} = 0,0237$$

Рассчитываем критерий Прандтля по формуле 36:

$$Pr_d = \frac{\mu_d}{\rho_d \cdot D_d} \quad (36)$$

$$Pr_d = \frac{1,99 \cdot 10^{-3}}{1020 \cdot 2,97 \cdot 10^{-10}} = 6569$$

Рассчитаем критерий Нуссельта по формуле 37:

$$Nu_d = 31,4 \cdot (Fo'_d)^{-0,14} \cdot (Pr_d)^{-0,125} \cdot We^{0,37} \quad (37)$$

$$Nu_d = 31,4 \cdot (0,160)^{-0,14} \cdot (6569)^{-0,125} \cdot 0,0237^{0,37} = 3,39$$

Коэффициент массопередачи для дисперсной фазы рассчитывается по

формуле 38:

$$\beta_c = Nu_d \frac{D_d}{d} \quad (38)$$
$$\beta_c = 3,39 \frac{2,97 \cdot 10^{-10}}{1,6 \cdot 10^{-3}} = 0,006 \cdot 10^{-4}$$

Рассчитываем коэффициент массопередачи по формуле 39:

$$K_x = \left(\frac{1}{\beta_x} + \frac{1}{m\beta_y} \right)^{-1} \quad (39)$$
$$K_x = \left(\frac{1}{2,92 \cdot 10^{-4}} + \frac{1}{0,4 \cdot 0,006 \cdot 10^{-4}} \right)^{-1} = 2,4 \cdot 10^{-6}$$

Вычисляем высоту единицы переноса по формуле 40:

$$H_{ox} = \frac{w_x}{K_x \cdot \alpha} \quad (40)$$
$$H_{ox} = \frac{0,206 \cdot 10^{-2}}{2,4 \cdot 10^{-6} \cdot 540} = 1,59$$

Рассчитаем число единиц переноса по формуле 41:

$$n_{ox} = \frac{m \cdot V_y/V_x}{m \cdot V_y/V_x - 1} \cdot \ln \frac{m \cdot c_{xn} - c_{yn}}{m \cdot c_{yk} - c_{yk}} \quad (41)$$
$$n_{ox} = \frac{0,4 \cdot (15,92/10,47)}{0,4 \cdot (15,92/10,47) - 1} \cdot \ln \frac{0,4 \cdot 332,02 - 2,56}{0,4 \cdot 165,5 - 1} = 5,09$$

Тогда требуемая высота аппарата по формуле 42 экстрактора составит:

$$H_p = n_{ox} \cdot H_{ox} \quad (42)$$

$$H_p = 5,09 \cdot 1,59 = 8,09\text{м}$$

С учетом того, что расстояние между дисков принято равным 0,5 м, тогда число дисков составит $8,09/0,5 = 16,18$. Примем число дисков за 17, тогда высота экстрактора составит 8,5 м.

Вывод по разделу: были рассчитаны материальный и тепловой балансы узла экстракции цеха 37.

Рассчитан материальный баланс для экстрактора улучшенной конструкции, а также оценена эффективность предложенной модернизации. Был рассчитан основной аппарат экстракции – высота аппарата составила 8,5 метров с внутренним диаметром 1,5 метра.

Заключение

Технологическая стадия экстракции капролактама оказывает влияние на чистоту конечного продукта и производительность установки. Эти показатели могут быть улучшены за счет рационального выбора оборудования, что и показано в рамках работы. Были получены следующие результаты:

- рассмотрены технологические особенности получения капролактама, методы экстракции, а также проанализированы существующие растворители в узле экстракции;

- была описана технологическая схема узла экстракции, рассмотрены существующие конструкции экстракторов и был предложен способ модернизации узла экстракции;

- рассчитаны материальный и тепловой балансы узла экстракции цеха 37.

- рассчитан материальный баланс для экстрактора улучшенной конструкции, а также оценена эффективность предложенной модернизации. Был рассчитан основной аппарат экстракции – высота аппарата составила 8,5 метров с диаметром 1,5 метра;

Из результатов модернизации были сделаны следующие выводы:

- в фазе капролактама в ТХЭ содержание самого капролактама увеличилось на 24,82 кг/ч., следовательно, при мощности 8000 часов в год, с помощью оптимизации стадии экстракции можно получить 198,56 тонны в год капролактама. Дополнительное извлечение ТХЭ из водного слоя. В органический слой дополнительно переходит 23,83 кг/ч трихлорэтилена. Это 190,96 тонн в год.

- с помощью организации более эффективного массообменного процесса значительно проще регулировать регламентированные значения параметров узла экстракции с учетом всех требований аналитического контроля. При этом основные вводные параметры экстракции так и продолжают оставаться неизменными.

Список используемой литературы и используемых источников

1. Бесчастнов М.В., Соколов В.М. Предупреждения аварий в химических производствах. М.: Химия, 1979. С. 88-91.
2. Бунеева Е.В. Получение капролактама из циклогексанона // Методическое пособие. Кемерово, 2014.
3. Белов П.С. Основы технологии нефтехимического синтеза. М.: Химия, 1965. 339-345.
4. ГОСТ 7850-2013 Капролактамы. Технические условия [Электронный ресурс] URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200105430> (дата обращения: 15.02.2023).
5. ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества [Электронный ресурс] URL: <https://docs.cntd.ru/document/5200233> (дата обращения: 19.02.2023).
6. Дытнерский Ю.И., Борисов Г.С. Брыков В.П. и др. Основные процессы и аппараты химической технологии. М. Химия, 1991. С 263-272.
7. Динцес А.И., Потоловский Л. А. Основы нефтехимического синтеза. Гостоптехиздат, 1960. С 692-694.
8. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза. М.: Химия, 1981. С. 556-572.
9. Овчинников В.И., Ручинский В.Р. Производство капролактама. М. Химия, 1977. С 252-254.
10. Патент RU2658053C1 Многоступенчатый барботажный экстрактор [Электронный ресурс] URL: <https://patents.google.com/patent/RU2658053C1/ru> (дата обращения: 16.02.2023).
11. Патент RU2467782C1 Вибрационный экстрактор непрерывного действия [Электронный ресурс] URL: <https://patents.google.com/patent/RU2467782C1/ru> (дата обращения: 16.02.2023).

12. Патент RU2038112C1 Роторно-дисковой экстрактор [Электронный ресурс] URL: <https://patents.google.com/patent/RU2038112C1/ru> (дата обращения: 16.02.2023).

13. Патент RU2458053C1 Способ управления экстракцией капролактама экстрактор [Электронный ресурс] URL: <https://patents.google.com/patent/RU2458053C1/ru> (дата обращения: 16.02.2023).

14. Паушкин Я.М., Адельсон С.В., Вишнякова Т.П. Технология нефтехимического синтеза. М.: Химия, 1973. С. 420-424.

15. Постоянный технологический регламент ТР 37-1 ПАО «КуйбышевАзот». 2015. С. 14-397.

16. Производство капролактама [Электронный ресурс] URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/proizvodstvo-kaprolaktama/viewer> (дата обращения: 15.02.2023).

17. Рязов А.Н., Груздев В.А., Бакшеев И.П., Костров Ю.А., Сигал М.Б., Айзенштейн Э.М., Циперман В.Л., Ходаковский М.Д. Технология производства химических волокон. М.: Химия, 1980. С 267-270.

18. Шкоропад Д.Е., Лысковцов И.В. Центробежные жидкостные экстракторы. М.: Химия, 1962. С 188-194.

19. Химия и технология капролактама [Электронный ресурс] <https://studfile.net/preview/4200288/> (дата обращения: 16.02.2023).

20. Caprolactam [Электронный ресурс] URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Caprolactam> (дата обращения: 16.02.2023).

21. Chen D., Wang Y., OuYang X., Yang L., He C. Liquid-liquid extraction of caprolactam from water using room temperature ionic liquids // Separation and purification technology. 2013. Vol. 104. P. 263-267.

22. David A. Cato Extraction of caprolactam in a rotating disk contractor extractor //Kansas State University Manhattan. Kansas. 2016.

23. Gong X., Lu Y., Li M., Ma X., Ni Q, Luo G. Selection and evolution of a new extractant for caprolactam extraction // Chinese journal of chemical engineering. 2008. Vol. 16. № 6. P. 876-880.

24. Manufacturing process of caprolactam [Электронный ресурс] URL: <https://guichon-valves.com/faqs/caprolactam-manufacturing-process-of-caprolactam/> (дата обращения: 11.02.2023).

25. Perry J.H. Chemical Engineers' Handbook. 1963. P 87-120