

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН УНОСА С РЕАКЦИОННЫМИ ГАЗАМИ ПРОДУКТОВ ОКИСЛЕНИЯ ЦИКЛОГЕКСАНА И ВОЗМОЖНОСТИ ИХ УЛАВЛИВАНИЯ

*Э. И. Левданский, А. И. Карпович,
И. М. Плехов, А. И. Ершов*

По схеме производства капролактама на Гродненском химическом комбинате реакция окисления циклогексана воздухом происходит в трех последовательно включенных реакторах при температуре 155—165°C, давлении 8—10 ат изб., в качестве катализатора используются соединения кобальта. Окисление происходит в жидкой фазе. Непрореагировавшая часть воздуха вместе с испарившимся циклогексаном по общему коллектору из всех трех реакторов направляется в скруббер, где пары циклогексана, встречаясь с холодным циклогексаном, конденсируются и поступают в первый реактор, а неконденсирующиеся газы подаются на свечу.

Согласно проектным данным, кроме указанных выше веществ, с реакционными газами уносится из реакторов 1,32%, или 730 кг/ч, циклогексанона и циклогексанола — целевых продуктов реакции окисления циклогексана. Если учесть, что в реакционной массе, выходящей из последнего реактора и состоящей в основном из циклогексана, содержится только лишь 4—5% циклогексанона и циклогексанола, то 730 кг/ч целевых продуктов, уносимых с реакционными газами, являются значительной потерей ценного продукта — около 23%. Циклогексанон и циклогексанол являются промежуточными продуктами окисления циклогексана. Попав с реакционными газами в скруббер, они конденсируются и снова направляются в реакторы, где частично превращаются в продукты глубокого окисления (кислоты, эфиры, спирты, смолы), что ведет к снижению коэффициента полезного использования сырья (циклогексана).

Для уточнения регламентных данных о составе реакционных газов нами было проделано большое количество анализов, результаты которых в среднем почти полностью совпадают с проектными данными, но несколько отличаются для каждого реактора. По проекту, количество циклогексанона и циклогексанола, уносимое из каждого реактора, должно быть одинаковое. По данным анализа, количество уносимых циклогексанона и циклогексанола из первого реактора составляет в среднем 1,08%, из второго — 1,16% и из третьего — 1,385% общего количества всех уносимых конденсирующихся веществ. Увеличение уноса объясняется тем, что концентрация полезных

продуктов по ходу газа возрастает. По таблице фазового равновесия в системе циклогексан—циклогексанон—циклогексанол с парами, выходящими из третьего реактора, в паровой фазе должно находиться не более 0,45% циклогексанона и циклогексанола, то есть в три раза меньше, чем в действительности. Следовательно, причиной значительных потерь целевых продуктов является механический унос капель реакционной смеси вместе с газами и парами, обусловленный активным барботажем воздуха через слой жидкости, высоким уровнем ее в реакторе, а также значительной скоростью перемещения реакционных газов в отводящем трубопроводе (7,6 м/сек при давлении 8—10 ат изб.). В случае интенсификации процесса окисления циклогексана возрастут нагрузки по воздуху и жидкости, и капельный унос реакционной смеси будет еще значительнее.

Таким образом, предотвращение или уменьшение уноса циклогексанона и циклогексанола с реакционными газами имеет существенное значение, так как это позволит снизить количество образующихся смол и дополнительно получить большое количество целевых продуктов.

Опыты по улавливанию целевых продуктов из реакционных газов были проведены на полупромышленной установке, схема которой приведена на рисунке.

Реакционные газы подавались в сепаратор-конденсатор 1 от каждого реактора. Первая ступень аппарата представляла собой прямоточно-центробежный сепаратор, где происходило отделение капель жидкости от реакционных газов, на второй ступени — выделение циклогексанона и циклогексанола из реакционных газов при охлаждении.

Для определения эффективности работы сепаратора-конденсатора предусмотрено четыре точки отбора проб: для анализа состава реакционных газов, подаваемых из реакторов в сепаратор-конденсатор; газов, выходящих из него; жидкости, отводимой из первой ступени сепаратора-конденсатора и сконденсированной на второй его ступени.

Для конденсации паров в отбираемых пробах в установке предусмотрен холодильник 2. Расход газов замеряли с помощью дисковой диафрагмы, жидкости — с помощью мерной посуды. Аппарат испытывался при разных нагрузках по газу и давлениях, с охлаждением и без охлаждения на второй ступени. Результаты испытаний приведены в таблице.

На основании полученных данных можно сделать следующие выводы:

1. В парах циклогексана содержится 10—25% капель реакционной смеси, находящейся в данном реакторе.

Результаты опытов

Расход газа, м ³ /ч	Давление в аппарате, кг/см ²	Скорость газа в патрубках аппарата	Номер реактора	Количество жидкости, отобранной в аппарате за газ, кг, ч		Содержание азота и анода в жидкости, %		Содержание азота и анода в газе, %		Примечание
				1-я ступень	2-я ступень	1-я ступень	2-я ступень	до аппарата	после аппарата	
100	7,4	3,83	1-й	25,9	8,6	2,85	1,69	1,08	0,43	67 Без охлаждения
100	6,5	4,44	2-й	18,34	6,42	2,24	2,11	1,16	0,39	70 »
110	6,5	4,88	3-й	40,25	12,12	5,00	3,74	1,38	0,27	72 »
100	7,0	3,485	1-й	18,0	28,0	3,19	2,78	1,0	0,42	67,5 Охлаждение на 2-й ступени
115	7,5	3,715	1-й	16,0	36,0	3,83	2,62	1,0	0,40	69 »
130	7,3	4,34	1-й	23,7	25,4	4,22	1,91	1,0	0,53	57 »
147	6,8	5,27	1-й	25,4	25,4	3,48	3,51	1,0	0,48	60 »
160	6,5	7,09	1-й	21,0	19,75	2,16	1,68	1,08	0,94	23 »
100	7,8	3,165	1-й	18,0	22,1	3,52	1,83	1,0	0,58	51 Без охлаждения
120	7,5	3,90	1-й	18,8	23,3	4,82	3,19	1,0	0,37	70 »
140	7,5	4,54	1-й	36,0	11,54	3,62	3,43	1,0	0,48	60 »

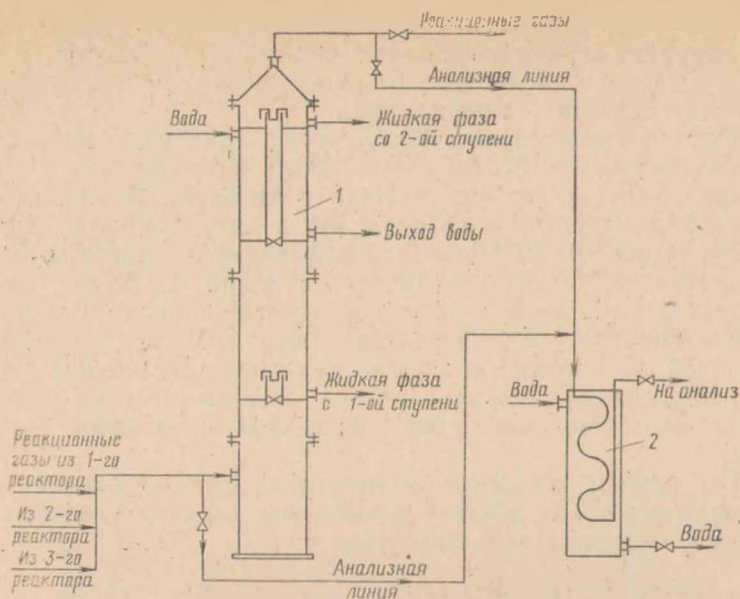


Схема установки для улавливания анола и анона из реакционных газов:
1—сепаратор-конденсатор; 2—холодильник

2. Эффективность работы сепаратора-конденсатора высока, степень улавливания анона и анола из паров достигает 70÷80%.

3. Оптимальная скорость паров циклогексана в сепараторе-конденсаторе составляет 3÷5 м/сек.

4. Применение сепаратора-конденсатора позволяет снизить унос анона и анола с парами циклогексана с 1,32 до 0,4÷0,5%. На основании исследований разработан проект промышленного конденсатора высотой 1,2 м, диаметром 650 мм.

Такие размеры сепараторов-конденсаторов позволяют монтировать их прямо на реакторах, что очень важно при отсутствии свободных площадей в цехе.

ПОЛУЧЕНИЕ ПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА ϵ -КАПРОЛАКТАМА

*И. В. Кулевская, А. С. Корнеев, Г. А. Ткачева,
В. Г. Савкин, М. А. Зильберглейт, Я. М. Паушкин*

Кубовые остатки производства ϵ -капролактама на Гродненском химкомбинате до настоящего времени являлись отходом. Целью настоящей работы было установление характера