

УДК 678.675.621.3

## О МЕТОДАХ СНИЖЕНИЯ ЭНЕРГОЗАТРАТ ПРИ ВЫДЕЛЕНИИ ОЛИГОМЕРОВ КАПРОЛАКТАМА

И.М.Плехов, В.Н.Гуляев, В.Н.Павлечко  
(БГТУ, г. Минск)

При производстве капрона на Гродненском ПО «Химволокно» капролактамы отмывают горячей водой. При этом в воду переходит определенное количество олигомеров. Горячий раствор капролактама и олигомеров в воде упаривают, охлаждают до температуры  $10^{\circ}\text{C}$  и выдерживают 32 часа, в течение которых происходит кристаллизация олигомеров из пересыщенного раствора. Для повышения размеров кристаллов в охлажденный пересыщенный раствор вводят затравку — до трети суспензии после кристаллизации. После введения затравки осуществляют перемешивание раствора механической мешалкой. Далее олигомеры выделяют на барабанном вакуум-фильтре и влажный осадок кристаллов, содержащий до 30% капролактама, выводят из технологического процесса. Фильтрат направляют на дальнейшее концентрирование.

Основными слабыми местами существующей технологии являются потери капролактама с олигомерами после фильтра, достигающими 2% его количества, содержащегося в упаренном растворе, существенные поступления олигомеров на выпаривание в результате неполной кристаллизации и большое сопротивление фильтровального слоя на барабане, снижающее производительность фильтра. Кроме того, в процессе выращивания кристаллов на перемешивание расходуется заметное количество электрической энергии.

С целью выяснения методов повышения эффективности производства, снижения энергозатрат и уменьшения потерь ценного продукта были проведены экспериментальные исследования в лабораторных условиях. Опыты проводились на суспензиях, взятых непосредственно на Гродненском ПО «Химволокно» и содержащих 1,5–3% олигомеров. Непосредственно перед проведением исследований суспензию нагревали до полного растворения олигомеров. В случае потребности в больших количествах среды, при смешении суспензий, содержащих различные количества олигомеров, их после нагревания усредняли до получения растворов однородного состава.

Для кристаллизации брали 1 л охлажденного до комнатной температуры раствора с 5, 10, 15 и 25% затравки, в качестве которой использовали исходную суспензию, не подвергшуюся нагреванию. Кристаллизацию

осуществляли при перемешивании магнитной мешалкой и при аэрлифтным перемешивании, когда сжатый воздух пропускали через диффузор, расположенный внутри цилиндрического сосуда с коническим днищем. Продолжительность перемешивания составляла 16, 24 и 48 часов. После окончания перемешивания от суспензии отбирали пробу объемом 200 мл, которую затем пропускали через вакуум-фильтр диаметром 63 мм. В качестве фильтровальной перегородки использовали мелкоячеистую сетку и фильтровальную бумагу. В процессе фильтрования измеряли перепад давления на перегородке, а в конце — сопротивление осадка. По завершению фильтрования осадок на перегородке промывали 20 мл воды. Затем осадок сушили в сушильном шкафу при температуре 100 – 120°C и взвешивали.

Проведенными исследованиями установлено значительное влияние способа перемешивания в процессе кристаллизации на параметры фильтрования. Так, например, аэрлифтное перемешивание в лабораторных условиях 1 л раствора по сравнению с перемешиванием магнитной мешалкой при прочих равных условиях в 1,5 раза снижает сопротивление осадка при фильтровании и в 2 раза — продолжительность фильтрования. Кроме того, в первом случае количество осадка на фильтре увеличивается на 17%, что свидетельствует о более полной кристаллизации олигомеров.

Величина затравки также оказывает существенное влияние на последующее фильтрование. Сопротивление осадка снижается с 0,6 кгс/см<sup>2</sup> для 5% затравки до 0,45 кгс/см<sup>2</sup> для 25% при перемешивании магнитной мешалкой и увеличивается с 0,22 кгс/см<sup>2</sup> для 5% затравки до 0,31 кгс/см<sup>2</sup> для 25% при аэрлифтном перемешивании. Продолжительность фильтрования практически не изменяется от величины затравки и составляет 10 – 12 минут при перемешивании магнитной мешалкой и 5 – 6 минут при аэрлифтном перемешивании, что связано с увеличением веса осадка с 2,7 до 3,1 г для 5% затравки и с 4,0 до 4,4 г соответственно при перемешивании магнитной мешалкой и аэрлифтным перемешивании.

Указанные отличия обусловлены, на наш взгляд, образованием более крупных кристаллов олигомеров при аэрлифтном перемешивании.

На параметры процесса фильтрования заметное влияние оказывает также продолжительность кристаллизации. При увеличении времени кристаллизации с 16 до 48 часов сопротивление осадка возрастает на 20 – 30% для перемешивания магнитной мешалкой и аэрлифтного перемешивания, что обусловлено повышением массы осадка. При тех же условиях кристаллизации продолжительность фильтрования снижается на 25% для перемешивания магнитной мешалкой и на 75% для аэрлифтного перемешивания, что, вероятно, обусловлено образованием более крупных кристаллов и их конгломератов в течение большего времени. Кроме того, при вышеуказанном увеличении продолжительности кристаллизации вес осадка возрастает

на 10 – 15% для обоих способов перемешивания. Необходимо подчеркнуть, что и в данном случае азрифтное перемешивание по сравнению с перемешиванием магнитной мешалкой позволяет снизить сопротивление осадка на 20 – 30%, уменьшить время фильтрования в 1,5 – 2 раза и повышает вес осадка на фил. ре до 5% при прочих равных условиях. Это обусловлено образованием более крупных кристаллов в первом способе и вызвано, на наш взгляд, более мягкими условиями перемешивания, способствующими росту кристаллов, уменьшению их количества и объединению в конгломераты.

Важным условием снижения потерь мономера с олигомерами является промывка осадка на фильтре водой, отсутствующая на действующем производстве, т.к. в этом случае повышаются затраты на выпаривание фильтрата. Однако промывка осадка в процессе фильтрования позволит вернуть в технологический процесс до 2% капролактама.

Результаты проведенных исследований показывают возможности совершенствования процессов выделения олигомеров из раствора. Перемешивание механическими мешалками целесообразно заменить азрифтным, поскольку во втором случае создаются более мягкие условия кристаллизации, способствующие росту кристаллов и уменьшающие количество вновь образованных кристаллов, что увеличивает выход олигомеров, уменьшает сопротивление осадка и время фильтрования, т.е. удельные затраты энергии на фильтрование. При азрифтном перемешивании кристаллы в основном объеме аппарата – вне диффузора – перемещаются под действием собственного веса. Перемешивается только объем суспензии в диффузоре. В связи с этим затраты на перемешивание снижаются по сравнению с перемешиванием механической мешалкой.

В производстве также целесообразно использовать промывку осадка водой. Она несколько увеличивает энергозатраты на последующее выпаривание, но позволяет возратить в технологический процесс капролактама, стоимость которого полностью покрывает возрастающие затраты на выпаривание. Вместе с тем при промышленных испытаниях необходимо определить влияние примесей, вымываемых промывной водой, на раствор капролактама, что может снизить качество продукта.

Продолжительность перемешивания определяется объемом имеющихся кристаллизаторов и производительностью участка. Для повышения глубины извлечения олигомеров для заданной производительности 700 л/час необходим суммарный объем кристаллизаторов не менее 15м<sup>3</sup> при количестве аппаратов не менее трех и непрерывный режим работы.

Величина затравки существенна только при небольших ее количествах и слабеет при увеличении, в связи с чем рекомендуется ее сохранение на уровне 25 – 30%.