

Kazimierz PASEK

ANALIZA WŁASNOŚCI REGULACYJNYCH PROCESU KRYSZTAŁIZACJI KAPROLAKTAMU

Streszczenie. W artykule przedstawiono wyniki badań ekperymentalnych, przeprowadzonych na instalacji krystalizacji kaprolaktamu, mających na celu wytypowanie wielkości regulowanych i sterujących procesem. Identyfikacja własności dynamicznych stanowiła podstawę syntezy modelu wyparki, mającej duży wpływ na wydajność procesu.

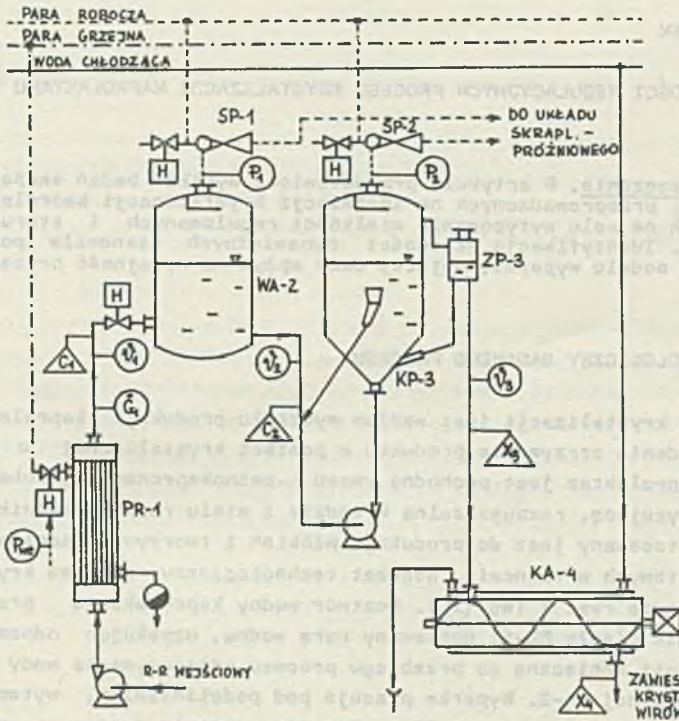
1. OPIS TECHNOLOGICZNY BADANEGO PROCESU

Instalacja krystalizacji jest węzłem wydziału produkcji kaprolaktamu, mającym za zadanie otrzymanie produktu w postaci krystalicznej o dużej czystości. Kaprolaktam jest pochodną kwasu ϵ -aminokapronowego, substancją łatwo polimeryzującą, rozpuszczalną w wodzie i wielu rozpuszczalnikach organicznych. Stosowany jest do produkcji włókien i tworzyw poliamidowych w Zakładach Azotowych w Tarnowie. Schemat technologiczny procesu krystalizacji przedstawia rys. 1 (wg [1]). Roztwór wodny kaprolaktamu przepływa przez wymiennik ciepła PR-1, ogrzewany parą wodną, uzyskując odpowiednią wartość entalpii konieczną do przebiegu procesu odparowywania wody w wyparce adiabatycznej WA-2. Wyparka pracuje pod podciśnieniem, wytworzonym przez układ strumieniowy parowych SP-1. Zatężony roztwór trafia z wyparki na ssanie pompy krystalizatora próżniowego KP-3, w którym następuje wytrącanie i wzrost kryształów. W obydwu aparatach próżniowych, w wyparce i w krystalizatorze, utrzymywane są stałe poziomy za pomocą zbiornika przelewowego ZP-3, poprzez który zawieszina kryształów dostaje się do innego typu krystalizatora KA-4 (poziomego - wąskiego [1]), pracującego pod ciśnieniem atmosferycznym i chłodzonego wodą. Następuje w nim dalszy wzrost kryształów i zwiększenie udziału fazy stałej w zawieszynie.

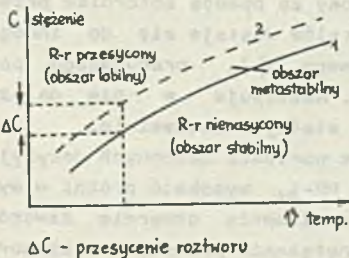
Prowadzenie tego procesu polega na doborze wartości zmiennych decyzyjnych (natężenie przepływu pary do wymiennika PR-1, wysokość próżni w wyparce WA-2 i w krystalizatorze KP-3 zależna od stopnia otwarcia zaworów łączących instalację próżniową z atmosferą, natężenie przepływu roztworu przez instalację), gwarantujących utrzymywanie odpowiednich stężeń (udziałów fazy stałej) i temperatur roztworu (zawiesziny).

Siłą napędową procesu krystalizacji jest różnica stężeń pomiędzy większym niż równowagowe stężeniem substancji krystalizującej z roztworu a stężeniem równowagowym (stężeniem nasycenia) roztworu. W związku z tym, że

roztwory o stężeniu przewyższającym stężenie nasycenia zwane są roztworami przesyconymi, tę różnicę stężeń określa się mianem przesylenia roztworu [2].



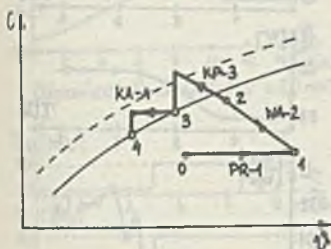
Rys. 1. Schemat technologiczny procesu (wg [1])



Rys. 2. Przebieg krzywych, wyznaczających stan roztworu

Na rys. 2. przedstawiono przykładowo przebieg krzywej nasycenia (krzywa 1) dla substancji, której stężenie nasycenia rośnie wraz ze wzrostem temperatury, tj. dla substancji o tzw. normalnej rozpuszczalności. Krzywa 2 wyznacza granicę maksymalnego dla danych warunków przesylenia roztworu. Obszar leżący między obydwiema krzywymi nosi nazwę obszaru metastabilnego. W obszarze tym niemożliwe jest jeszcze powstawanie kryształów fazy stałej. Dopiero po przekroczeniu krzywej granicznego przesylenia w tzw. obszarze labilnym, leżącym ponad krzywą 2, występuje spontaniczne zarodkowanie, tj. gwałtowne.

niekontrolowane powstawanie dużej liczby małych kryształów [2]. Wynika stąd, że proces zachodzący w krytalizatorze powinien doprowadzić do uzyskania stanu roztworu, odpowiadającego punktowi leżącemu nieco powyżej krzywej granicznego przeesycenia, co spowoduje powstanie zarodków krystalicznych, a więc zmniejszenie stężenia roztworu i jego wejście w obszar metastabilny gwarantujące wzrost kryształów wskutek istniejącego przeesycenia.



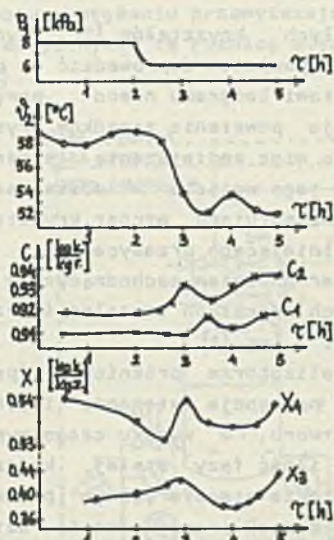
Rys. 3. Charakter przemian zachodzących w kolejnych aparatach (wg [1])

Charakter przemian zachodzących w poszczególnych aparatach instalacji przedstawia rys. 3 (wg [1]).

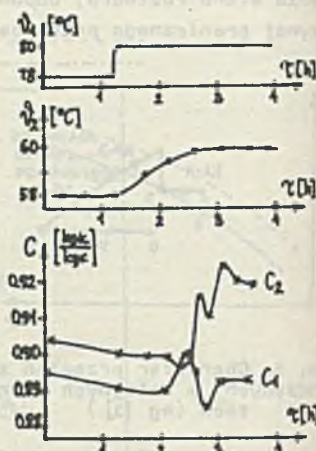
W krytalizatorze próżniowym (przemiana 2-3) następuje zatężenie i schłodzenie roztworu, w wyniku czego wypada równoważna ilość fazy stałej, która w krytalizatorze atmosferycznym (przemiana 3-4) na skutek przechłodzenia roztworu ulega dalszemu powiększeniu.

2. WYNIKI EKSPERYMENTALNYCH BADAŃ WŁASNOŚCI DYNAMICZNYCH PROCESU

Cykl badań, wykonanych na instalacji w trakcie obozu naukowego, miał za zadanie określenie charakteru wpływu zmian wielkości decyzyjnych procesu na stężenia (udziały fazy stałej) i temperatury roztworu (zawiesiny) w różnych punktach pomiarowych instalacji. Wykorzystano istniejące oprzyrządowanie pomiarowe obiektu oraz metody laboratoryjnego wyznaczania stężenia roztworu $C \left[\frac{\text{kg } k.}{\text{kg } r.} \right]$ (k - kaprolaktam, r - roztwór) i udziału fazy stałej w zawieszynie $X \left[\frac{\text{kg } k.}{\text{kg } z.} \right]$ (z - zawieszina krystaliczna) z maksymalną, technicznie realizowalną częstotliwością poboru próbek. Zaastosowano metodę podbudzeń, zbliżonych w warunkach przemysłowych do wymuszeń skokowych. Wybrane, najciekawsze przebiegi przedstawiają rys. 4-6. Wpływ zmiany podciśnienia P_1 w wyparce na temperaturę ψ_2 , stężenie C_2 roztworu wyjściowego wyparki i udziału fazy stałej po krytalizatorze próżniowym X_3 i atmosferycznym X_4 ukazuje rys. 4. Wpływ zmiany temperatury wejściowej ψ_1 roztworu przed wyparką na parametry procesu ilustruje rys. 5. Szybkość zmianę temperatury uzyskano przez odpowiednie forsowanie natężenia przepływu pary do wymiennika PR-1 poprzez ręczne sterowanie siłownikiem pneumatycznym zmieniającym stopień otwarcia zaworu. Dynamikę tego kanału sterującego wymiennika charakteryzuje zaś przebieg na rys. 6, na którym widoczny jest również wpływ równoczesnej zmiany ciśnienia sprężonego powietrza do siłownika pneumatycznego i podciśnienia w wyparce na temperaturę ψ_2 , stężenie C_2 i udziału fazy stałej po krytalizatorach. Na efektywności przeprowadzonych badań zaważyły silne i częste zmiany stężenia wejściowego C_1 roz-



Rys. 4. Wpływ zmiany podciśnienia w wyparce na parametry procesu



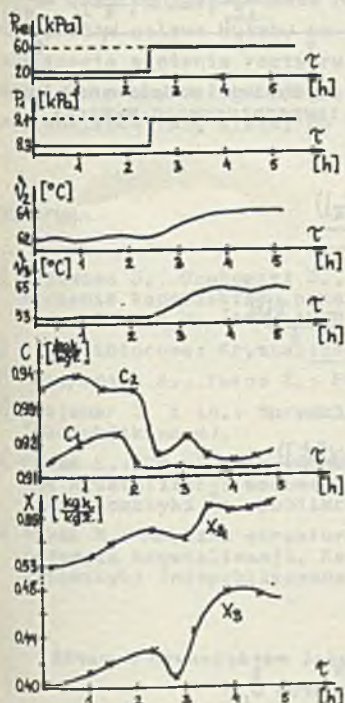
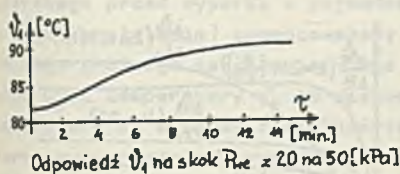
Rys. 5. Wpływ zmiany temperatury wejściowej roztworu na parametry procesu

tworu. Było to zakłócenie narzucone technologicznie przez poprzedzającą instalację, niemożliwe do ustabilizowania w trakcie przeprowadzonych badań.

3. ANALIZA WŁAŚNOŚCI DYNAMICZNYCH WYPARKI ADIABATYCZNEJ

Przeprowadzone badania i praktyka prowadzenia procesu wykazały kluczowy wpływ pracy wyparki na wydajność instalacji, charakteryzowaną udziałem fazy stałej ze krystalizatorami. Utrzymanie stabilnych parametrów wyjściowych wyparki ma istotne znaczenie dla pracy całego ciągu, gdyż z względu na trudności pomiarowe parametrów wyjściowych krystalizatora (zbratanie czujników temperatury, brak urządzeń do ciągłego pomiaru udziału fazy stałej w zawieszynie) nie jest możliwe zrealizowanie na nim struktury regulacji, umożliwiającej kontrolę odbywającego się tu procesu zarodkowania i wzrostu kryształów. Wiadomo natomiast, że praca krystalizatora próbnikowego będzie prawidłowa, jeżeli doprowadzi się do niego roztwór z wyparki o odpowiedniej wartości stężenia i temperatury. Wówczas, przez eksperymentalny dobór wartości podciśnienia w krystalizatorze zapewni się o nim właściwą wielkość przesylenia. Tak więc pierwszym zagadnieniem jest ustalenie koncepcji struktur sterowania pracą węzła podgrzewania roztworu składającego się z podgrzewacza i wyparki. Praktyka wykazuje, że w tym węzle można kontrolować przebiegi temperatury roztworu i jego str

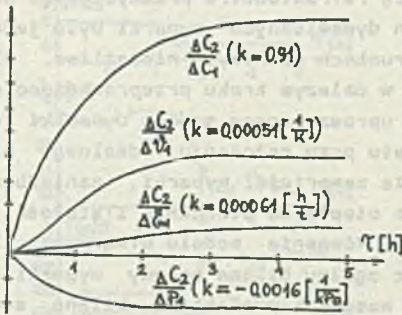
zianie mierzone w sposób ciągły za pomocą refraktometru przemysłowego. Uzyskanie pełnej informacji o własnościach dynamicznych wyparki było jednak w warunkach ruchowych niemożliwe. Dlatego w dalszym kroku przeprowadzono syntezę uproszczonego modelu dynamiki tego aparatu przy założeniu idealnego mieszania zawartości wyparki, zaniedbania strat ciepła do otoczenia i stałości poziomu. Równania modelu utworzono układając ogólny bilans masy wyparki, bilans masy kaprolaktamu, bilans energetyczny aparatu i wyrażenie określające natężenie przepływu oparów rozpuszczalnika w funkcji zmian stężenia i temperatury roztworu. Ostatnia z wymienionych zależności bazuje na równaniu przenikania masy, w którym siłę napędową odparowania stanowi różnica między ciśnieniem powstałej z rozpuszczalnika pary a ciśnieniem P_1 w wyparce oraz na prawie Raoult'a, umożliwiającym określenie wpływu zmian temperatury i stężenia roztworu na przebieg procesu parowania wody z roztworu kaprolaktamu.



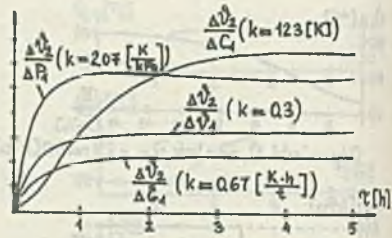
Rys. 6. Wpływ zmiany ciśnienia sprężonego powietrza do siłownika i podciśnienia w wyparce na parametry procesu

P_1 . Wynik badania tego woru opisano w pracy [3], prezentując przebiegi otrzymane w warunkach silnego wpływu zakłóceń. Dla porównania na rys. 9 przedstawiono również ten rezultat. Większe wzmocnienie przebiegu eksperymentalnego wyniku z zastosowanej techniki pomiaru przepływu oparów, bazującej na określaniu strumienia skroplin z instalacji próżniowej, do której oprócz rozpuszczalnika dochodził dodatkowy przepływ pary roboczej, doprowadzanej do strumienia parowych.

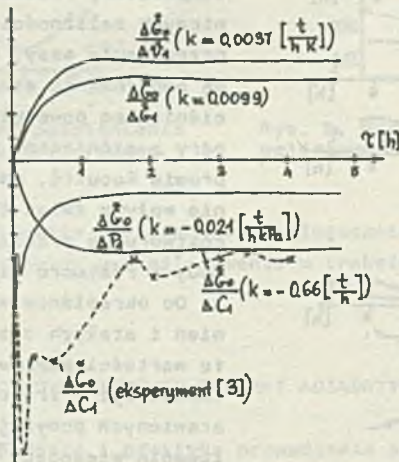
Do określenia współczynników wzmocnień i stałych czasowych modelu przyjęto wartości parametrów występujące w instalacji w trakcie realizacji przedstawionych powyżej badań. Wyniki modelowania własności dynamicznych wyparki na maszynie analogowej MA-48 przedstawiono na rys. 7 i 8. Na podstawie modelu możliwe było także określenie wpływu parametrów wejściowych wyparki na zmianę przepływu oparów rozpuszczalnika G_0 (rys. 9). Na uwagę zasługuje tu dynamika wpływu zmian podciśnienia w wyparce



Rys. 7. Wyniki modelowania kanału stężeniowego wyparki



Rys. 8. Wyniki modelowania kanału temperaturowego wyparki



Rys. 9. Wyniki modelowania wpływu wielkości wejściowych wyparki na natężenie przepływu oparów G_0

4. PODSUMOWANIE, WNIOSKI

Porównując wyniki doświadczalne i modelowe należy stwierdzić, że uproszczona aproksymacja dynamiki wyparki za pomocą parametrów skupionych daje rezultaty zadowalające. Utrudnieniem interpretacji kanału stężeniowego jest silny wpływ zakłócenia w postaci zmian stężenia C_1 . Jest to oczywiste, jeśli zauważyć, że wzmacnienie tego kanału obliczone z modelu wynosi 0.9. Wpływ tego zakłócenia na temperaturę γ_2 był mniejszy, ponieważ dynamika tego kanału jest bardzo wolna (z modelu wynika, że zastępcza stała czasowa tego toru jest rzędu 1.5 [h]). Podobnie wolna jest dynamika

kanału charakteryzująca oddziaływanie temperatury wejściowej wyparki na stężenie wyjściowe roztworu. Uwzględniając, że najkrótszy okres zmian stężenia C_1 jest rzędu 1 [h] można oszacować, że np. umieszczenie zbiornika buforowego przed wyparkę o pojemności 20 [m³] (przy założeniu połowy stanu jego zapełnienia) spowodowałoby pięciokrotne zmniejszenie amplitudy wahań tego groźnego zakłócenia. Inną metodą ograniczenia wpływu zmian stężenia C_1 i temperatury η_1^0 to zastosowanie układów stabilizacji stężenia i temperatury za wyparkę z wielkościami sterującymi w postaci zmian podciśnienia wytwarzanego w wyparce przez strumienice parowe i zmiany natężenia dopływu pary do podgrzewacza roztworu. Ze względu na charakter dynamiki tych kanałów celowe byłoby tu wprowadzenie układów regulacji kaskadowej. Stabilizacja stężenia roztworu opuszczającego wyparkę miałaby istotne znaczenie dla pracy całego ciągu, gdyż zmiany stężenia C_2 powodują silne wahania udziałów fazy stałej po krystalizatorze próżniowym i atmosferycznym.

LITERATURA

- [1] Synowiec J., Gawłowski J., Szczypiński Z., Makal K., Kacznia A.: Oczyszczanie kaprolaktamu przez krystalizację z roztworu wodnego. Przem. Chem. 57, nr 4, (185) 1978.
- [2] Praca zbiorowa: Krystalizacja i fluidyzacja, WNT, Warszawa 1973.
- [3] Świertniak A., Turoc Z.: Praca dyplomowa magisterska, Gliwice 1979.
- [4] Prejsnar J. i in.: Sprawozdanie z obozu naukowego w Z.A. w Tarnowie (niepublikowane).
- [5] Pasek K.: Problemy sterowania węzłem podgrzewania roztworu w procesie krystalizacji masowej. Referat nr 300 Seminarium Urzędzeń i Układów Automatyki (niepublikowane).
- [6] Pasek K.: Analiza struktur sterowania węzłem podgrzewania roztworu w procesie krystalizacji. Referat nr 326 Seminarium Urzędzeń i Układów Automatyki (niepublikowane).

Recenzent: Prof. dr hab. inż. Jerzy Synowiec

Wpłynęło do Redakcji: czerwiec 1983 r.

АНАЛИЗ РЕГУЛИРУЮЩИХ СВОЙСТВ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ КАПРОЛАКТАМА

Резюме

В статье представлены результаты экспериментальных исследований установок кристаллизации капролактама в целях спецификации регулирующих и управляющих величин процесса.

Выявление динамических свойств аппаратов составило основу синтеза динамической модели выпарной установки, которая в основном влияет на производительность процесса.

ANALYSIS OF CONTROL PROPERTIES OF CAPROLACTAM
CRYSTALLIZATION PROCESS

Summary

In this paper results of experiments on caprolactam crystallization plant permitting to select controlled and manipulated variables of the process are described. Identification of dynamic properties of devices was the base to describe evaporator dynamic model. This evaporator has an influence on productivity of crystals.