

В.Н. КОЛОМИЕЦ, канд. техн. наук, **Ю.Б. ДАНИЛОВ**, докт. техн. наук,
А.Н. СУЛИМА, канд. техн. наук, **М.А. ХАРЧЕНКО**, канд. техн. наук,
ОАО «УкрНИИХиммаш», г. Харьков, Украина

ТЕХНИЧЕСКИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СТАДИИ СТАБИЛИЗАЦИИ СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ОСОБО ЧИСТОЙ РЕАКТИВНОЙ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

У роботі досліджені і описані переваги установки стабілізації сировини для особливо чистої азотної кислоти на базі фторопластових тепломасообмінних апаратів. Наведені математичні залежності, що дозволяють прогнозувати проведення процесу стабілізації сировини і його оптимальних умов залежно від факторів технологічного режиму. Доведена можливість одержання сировини, яка забезпечить високу якість особливо чистої азотної кислоти.

В работе исследованы и описаны преимущества установки стабилизации сырья для особо чистой азотной кислоты на базе фторопластовых теплообменных аппаратов. Приведены математические зависимости, позволяющие прогнозировать проведение процесса стабилизации сырья и его оптимальных условий в зависимости от факторов технологического режима. Доказана возможность получения сырья, которая обеспечит высокое качество особо чистой азотной кислоты.

Benefits of raw materials stabilization plant for the specially clean nitric acid on the basis of fluoroplastic heat-exchange apparatus were investigated and described in scope of the work. Mathematical dependencies are provided, that allow to predict implementation of raw materials stabilization process and its optimal conditions, depending on technological mode factors. An ability to get raw materials was proved, that would assure high quality of specially clean nitric acid.

Концентрированная азотная кислота, получаемая методом прямого синтеза, наиболее подходит в качестве сырья для получения азотной кислоты особой чистоты. Она содержит сравнительно низкое количество примесей. Концентрированная азотная кислота перед переработкой ее в азотную кислоту особой чистоты подвергается процессу стабилизации, во время которого содержание примесей в исходной кислоте доводится до значений, регламентированных техническими требованиями.

В основу процесса очистки азотной кислоты положен процесс уменьшения концентрации микропримеси, осуществляемый многократным проведением операции на установке стабилизации сырья. В состав традиционных установок стабилизации сырья входят промывочные колонны с внутренними

кварцевыми теплообменными устройствами и кварцевые конденсаторы. Опыт эксплуатации таких установок выявил их низкую работоспособность, которая заключается в создании недостаточного контакта жидкой и паровой фаз и неполном удалении примесей, содержащихся в парах азотной кислоты. К тому же, оборудование из кварцевого стекла требует повышенного внимания при его эксплуатации.

При решении вопросов усовершенствования установки стабилизации сырья было принято создать фторопластовую промывную колонну, в которой внутренние теплообменные устройства из кварцевого стекла заменены на встроенные дефлегматоры из фторопластовых трубок площадью поверхности теплообмена 2.5 м^2 и фторопластовые ситчатые тарелки.

Это позволило обеспечить многократный контакт жидкой и паровой фаз благодаря образованию развитого пенного слоя, а также возможность управлять образованием флегмы.

Пять кварцевых конденсаторов, входящих в состав установки стабилизации, было решено заменить на три кожухотрубчатых конденсатора из фторопласта с площадью поверхности теплообмена $6,3 \text{ м}^2$ каждый. Это дало возможность стабилизировать работу всей системы конденсации и обеспечить резерв для увеличения производительности промывочной колонны.

Процесс очистки сырья для азотной кислоты особой чистоты в усовершенствованной установке стабилизации сырья осуществляется методом уменьшения концентрации микропримеси при многократном проведении этой операции на разделительном элементе, состоящем из фторопластового дефлегматора, и фторопластовой ситчатой тарелке.

Результаты анализа опытных данных показывают, что процесс стабилизации азотной кислоты в каждом разделительном элементе сводился к перераспределению азотной кислоты и примеси между жидкой и паровой фазами системы. Процесс происходит при постепенном переходе примесей из паровой фазы в жидкую. При равенстве количества примеси в жидкой и паровой фазах наступает равновесие процесса.

Затем на последующем разделительном элементе происходит повторение процесса, но каждый раз при новом значении исходного процентного содержания примеси.

Проходя каскад таких разделительных элементов, пар азотной кислоты освобождается от примесей, они концентрируются в жидкой фазе, которая далее отводится из промывочной колонны.

Для контроля качества очистки азотной кислоты на установке стабилизации сырья принят коэффициент очистки (КО), который показывает, в какой фазе концентрация примесей наибольшая при определенной концентрации азотной кислоты.

Коэффициент очистки определяется как отношение процентного содержания примесей к азотной кислоте в сырье после конденсаторов к процентному содержанию примесей к азотной кислоте в конденсате после промывочной колонны.

Процент примесей рассчитывается только по отношению к азотной кислоте.

При значениях $КО > 1$ содержание примесей в конденсате после фторопластовых конденсаторов больше, чем в растворе азотной кислоты, отводимой из промывочной колонны.

Если $КО = 1$, то количество примесей в азотной кислоте будет одинаково на выходе из промывочной колонны и на выходе из фторопластовых конденсаторов.

Если $КО < 1$, примеси концентрируются преимущественно в растворе азотной кислоты на выходе из промывочной колонны и содержатся в незначительном количестве в конденсате азотной кислоты после фторопластовых конденсаторов.

С увеличением концентрации азотной кислоты значение коэффициента очистки для различных примесей понижается.

Такая зависимость коэффициента очистки для некоторых примесей (Fe, Al, Zn, Cd) приведена на рис. 1.

Поэтому в качестве сырья для азотной кислоты особой чистоты целесообразно применять азотную кислоту высокой концентрации.

Полезность знания коэффициента очистки заключается в том, что он определяет, в какой точке колонны наибольшая концентрация соответствующей примеси. Это позволяет вести процесс так, чтобы поддерживать такое состояние как можно дольше на нижних тарелках промывочной колонны.

Большое значение для эффективного проведения процесса стабилизации сырья имеет температурный режим данного процесса.

Отмывку примесей в промывочной колонне необходимо проводить при минимальной потере тепла с флегмой, сохраняя температуру паров на выходе из промывочной колонны в пределах $80 - 82$ °С, чтобы при этой температуре пары поступали на конденсацию во фторопластовые конденсаторы.

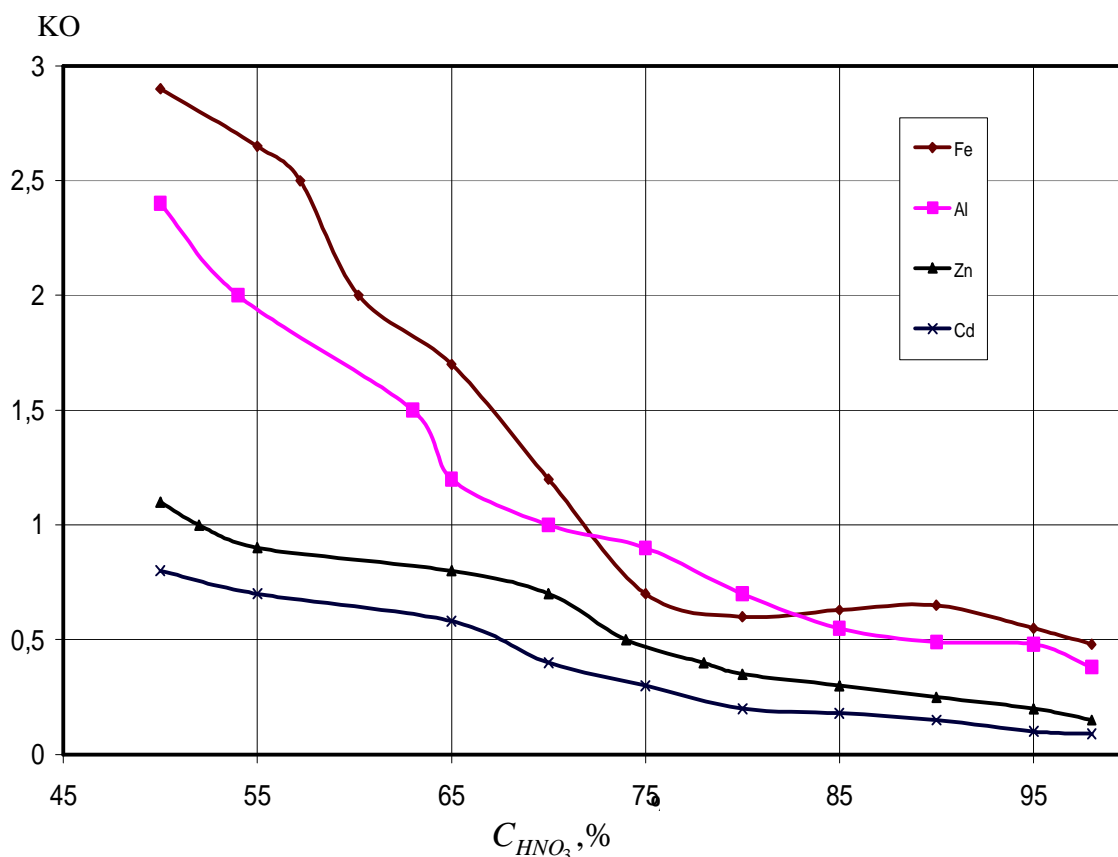


Рис. 1. Зависимость КО для некоторых примесей

Исследования показали, что повышение температуры паров азотной кислоты соответствует понижению в них оксидов азота. Если паровая фаза, состоящая из паров азотной кислоты и оксидов азота, подвергается частичной конденсации, то относительное количество азотной кислоты повышается в образующейся жидкой фазе и понижается в паровой фазе. Продолжая этот процесс, можно довести состав паровой фазы до момента, когда в ней будут содержаться только оксиды азота. Зависимость содержания оксидов азота в конденсате от температуры паров азотной кислоты, поступающих на конденсацию, и температуры хладагента отображена на рис. 2.

Зависимость содержания оксидов азота в конденсате азотной кислоты (сырье для особо чистой азотной кислоты) от температуры паров азотной кислоты, поступающих на конденсацию, выражается прямой линией 1, которая описывается уравнением:

$$C_{NO_2} = 7,43 - 0,0087 t_n,$$

где t_n – температура паров азотной кислоты.

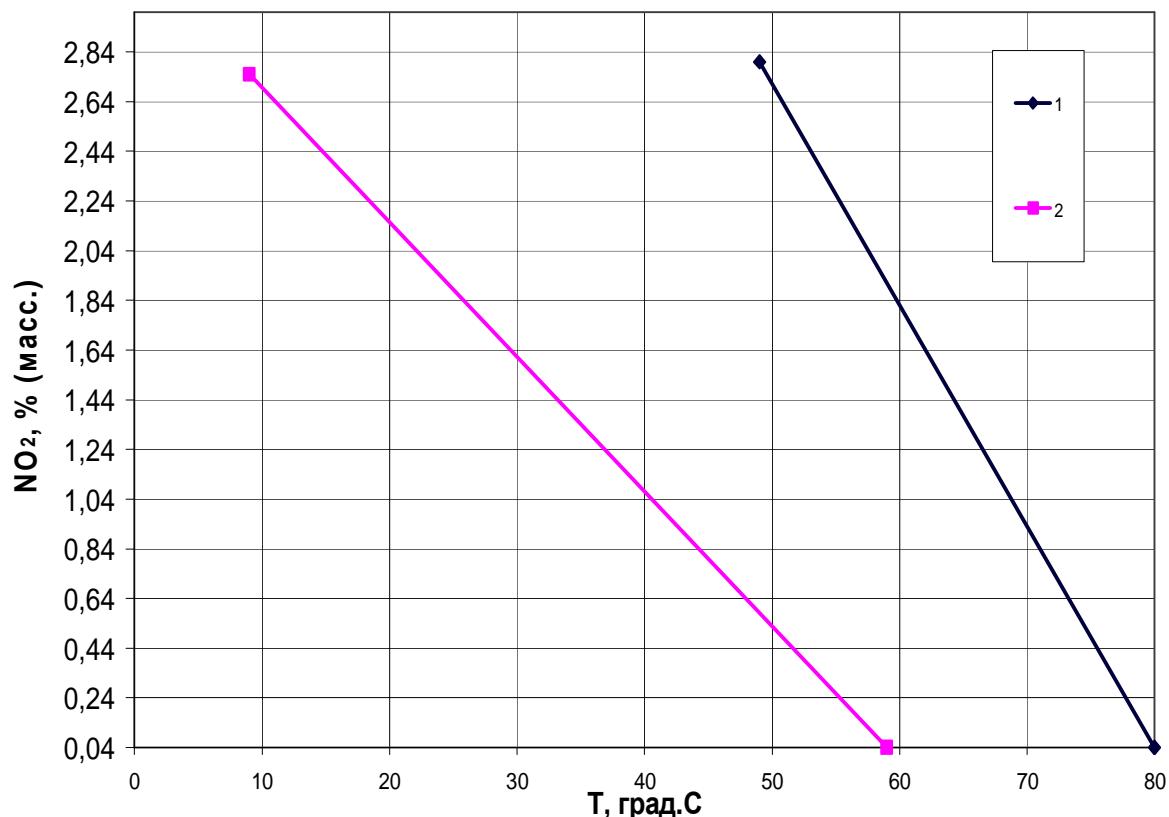


Рис. 2. Зависимость содержания оксидов азота в конденсате от температуры паров азотной кислоты, поступающих на конденсацию, и температуры хладагента

Влияние примененного в работе установки стабилизации сырья горячего цикла охлаждения паров азотной кислоты во фторопластовых конденсаторах на содержание оксидов азота в конденсате азотной кислоты наглядно выражено прямой линией 2, которая описывается уравнением:

$$C_{NO_2} = 3,18 - 0,048 t_x,$$

где t_x – температура хладагента.

Наименьшее содержание оксидов азота имеет азотная кислота, полученная при конденсации паров концентрированной азотной кислоты, поступающих во фторопластовые конденсаторы при температуре 80 – 85 °С и температуре хладагента на входе в конденсаторы 50 – 60 °С.

Применение усовершенствованной технологической схемы установки стабилизации сырья для получения особо чистой азотной кислоты на основе

фторопластовых тепло- и массообменных аппаратов, а также новых технических и технологических решений, уникально стойкого к воздействиям любых коррозионноактивных сред фторопластового материала существенно улучшит качество особо чистой азотной кислоты.

Полученные математические зависимости обеспечивают возможность прогнозировать процесс стабилизации сырья для получения особо чистой азотной кислоты и проводить его в рамках оптимальных показателей технологического режима.

Поступила в редколлегию 25.03.10

УДК 66.045.1:661.48:662.749.2

Ю.Б. ДАНИЛОВ, докт. техн. наук, **В.Н. КОЛОМИЕЦ**, канд. техн. наук, ОАО «УкрНИИхиммаш», г. Харьков, Украина

ОБОРУДОВАНИЕ ИЗ ФТОРОПЛАСТА ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ И НЕФТЕХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

У роботі приведені розробки обладнання із фторопластових матеріалів, виконані в ВАТ «УкрНДІ-хіммаш». Таке обладнання завдяки унікальній хімічній стійкості фторопласту цінне для виробництв корозійно активних та особливо чистих речовин. Наведені приклади його застосування та переваги по відношенню до традиційного устаткування з металу та вплив на поліпшення умов проведення технологічних процесів.

В работе приведены разработки оборудования из фторопластовых материалов, выполненные в ОАО «УкрНИИхиммаш». Такое оборудование благодаря уникальной химической стойкости фторопласта ценное для производств коррозионно активных и особо чистых веществ. Приведены примеры его применения и преимущества по отношению к традиционному оборудованию из металла и воздействие на усовершенствование условий осуществления технологических процессов.

The paper presents the development of equipment from fluoroplastic materials, made in ОАО «УкрНИИхиммаш». Such equipment thanks to its unique chemical resistance of Teflon valuable for the production of corrosion-active and very pure substances. Examples of its application and advantages relative to traditional equipment, metal and the impact on the improvement of conditions of technological processes.

В процессе развития промышленности постоянно возникает необходимость в создании и организации промышленного выпуска теплообменной