

УДК 661.56:628.54

**Г.И. ГРИНЬ**, д.т.н., профессор, **П.В. КУЗНЕЦОВ**, к.т.н., доцент  
 Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков  
**В.В. КАЗАКОВ**, к.т.н., председатель правления,  
**В.И. СОЗОНТОВ**, к.т.н., старший научный сотрудник, **К.А. КУЧЕР**, научный сотрудник  
 ЗАО «Северодонецкое объединение «Азот», г. Северодонецк

## ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА РЕКТИФИКАЦИИ ЙОДСОДЕРЖАЩИХ РАСТВОРОВ НИТРАТНОЙ КИСЛОТЫ И ОКСИДОВ АЗОТА

Предложены технологическая схема и технико-экономическое обоснование ректификации йодсодержащих водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота. Аргументированы оптимальные технологические параметры, экологическая безопасность комплексного обезвреживания сложных химических соединений.

**нитратная кислота, соединения йода, ректификация, технологическая схема, экономическое обоснование**

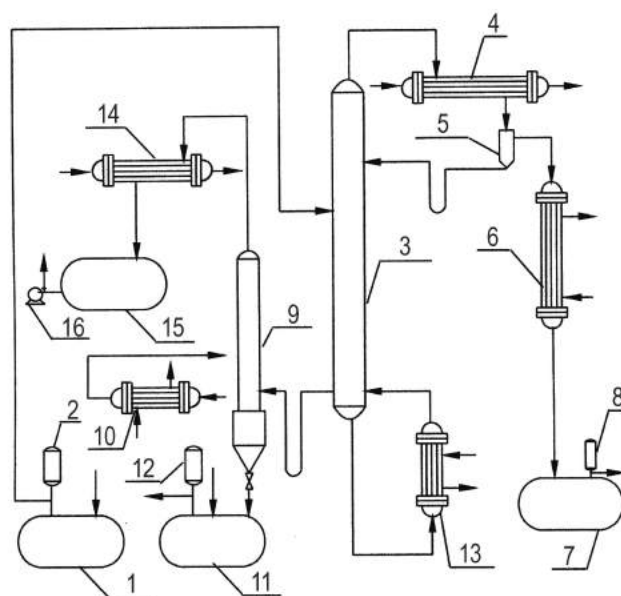
Процесс ректификации йодсодержащих водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота является более энергоемким по сравнению с их разбавлением и предварительным извлечением йода с помощью реагентов. Однако ректификация не требует больших капитальных затрат, так как позволяет использовать практически в полном объеме оборудование цеха производства концентрированной  $\text{HNO}_3$  методом прямого синтеза, исключает применение реагентов и при этом дает возможность полностью извлекать йод и получать очищенную от солевых примесей нитратную кислоту.

С целью реализации процесса ректификации были изучены фазовые равновесия жидкость-пар в системах  $\text{HNO}_3\text{--N}_2\text{O}_4\text{--H}_2\text{O--I}_2\text{--HIO}_3$  и  $\text{HNO}_3\text{--H}_2\text{O--HIO}_3$  и установлено влияние компонентов, находящихся в жидкой фазе, на содержание йода в  $\text{N}_2\text{O}_4$ , которое повышается с ростом концентрации  $\text{I}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{N}_2\text{O}_4$  [1–4]. На основании равновесных данных рассчитаны числа теоретических тарелок при различных флегмовых числах и высоты, эквивалентные теоретическим тарелкам, при различных линейных скоростях пара. Технологические исследования процесса ректификации позволили уточнить технологические и гидродинамические параметры, разработать конструкцию выпарного аппарата и определить его размеры.

Проведенные исследования показали, что паровая фаза обогащена оксидами азота и нитратной кислотой, которые при ректификации выводят с дистиллятом, а в кубе остается водный раствор нитратной и йодноватой кислот. С учетом полученных экспериментальных данных разработан технологический процесс утилизации

растворов методом ректификации. Принципиальная схема установки представлена на рис. 1.

Йодсодержащий водный раствор нитратной кислоты и оксидов азота из емкости 1 подают насосом 2 в среднюю часть отбелочной колонны 3. Из верхней части отбелочной колонны 3 пары оксидов азота, содержащие до 3 % нитратной кислоты, с температурой 313–318 К по-



**Рисунок 1 – Принципиальная технологическая схема утилизации растворов  $\text{HNO}_3\text{--N}_2\text{O}_4\text{--H}_2\text{O--I}_2\text{--HIO}_3$  методом ректификации:**

1 – емкость; 2, 8, 12, 16 – насосы; 3 – отбелочная колонна;  
 4 – головной холодильник; 5 – сепаратор; 6 – конденсатор;  
 7, 15 – сборники; 9 – выпарной аппарат; 10, 13 – кипятильники;  
 11 – нейтрализатор; 14 – холодильник



ступают в головной холодильник 4, где частично конденсируются при 293 К. Жидкую фазу отделяют в сепараторе 5 и возвращают на орошение отбелочной колонны 3. Флегмовое число равно 0,5. Паровую фазу из сепаратора 5 направляют в конденсатор 6, из которого жидкие оксиды азота с температурой 5–10 °С стекают в сборник 7, откуда насосом 8 их транспортируют в отделение синтеза концентрированной нитратной кислоты. 90–95 % нитратную кислоту, содержащую около 0,3 % йодноватой кислоты, из куба отбелочной колонны 3 подают в выпарной аппарат 9, где при разрежении 26–33 кПа и температуре 358–363 К испаряют нитратную кислоту и воду. Пары конденсируют в холодильнике 14, а водный раствор нитратной кислоты стекает в сборник 15, откуда его направляют насосом 16 в узел приготовления 58–60 %  $\text{HNO}_3$  и далее – в цех производства аммиачной селитры.

Накопившиеся кристаллы йодноватой кислоты, содержащие около 50 % водного раствора  $\text{HNO}_3$ , из выпарного аппарата 9 периодически сбрасывают в нейтрализатор 11, который предварительно заполняют водным раствором кальцинированной соды. Суспензию перемешивают насосом 12 и после окончания нейтрализации выгружают в транспортное средство, которым доставляют на предприятие, производящее йод и продукты на его основе.

При переработке 1000 кг йодсодержащего водного раствора нитратной кислоты и оксидов азота получают 260 кг жидких оксидов азота, 730 кг 90–95 % нитратной кислоты и 10,4 кг йодсодержащей суспензии. Расход кальцинированной соды составляет 1,3 кг, тепла – 1008 кДж, холода – 966 кДж.

Таким образом, разработаны и предложены технологические схемы утилизации йодсодержащих водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота различными способами и установлена целесообразность их ректификации с последующей выпаркой отбеленной  $\text{HNO}_3$ .

Технико-экономический расчет рассмотренных решений выполнен для технологических схем утилизации и ректификации водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии и реализуемых в условиях цеха производства концентрированной  $\text{HNO}_3$  методом прямого синтеза на ЗАО «Северодонецкое объединение «Азот», исходя из существующих на предприятии цен на сырье, энергетических затрат, нормативов на заработную плату, амортизационные отчисления, цеховые и внутризаводские расходы.

До настоящего времени не только в Украине, но и в других странах не существовало промышленных схем утилизации ингибиторсодержащих растворов нитратной кислоты и оксидов азота. Отсутствие зарубежной информации и отечественной базы не дает возможности в срав-

нении определить экономический эффект от внедрения в химической промышленности предлагаемых технологий.

Ожидаемый экономический эффект от внедрения технологических процессов утилизации водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, может быть рассчитан в период эксплуатации установок с учетом объемов и цены за 1 т перерабатываемого раствора. Известно, что стоимость переработки 1 кг особо вредных и токсичных отходов составляет 1,0–1,5 долл. США, а 1 т некондиционных растворов  $\text{HNO}_3$ – $\text{N}_2\text{O}_4$ – $\text{H}_2\text{O}$  в зависимости от содержания ингибитора коррозии колеблется от 200 до 400 долл. США [1, 3, 4]. Поскольку создание новых установок требует больших капитальных затрат, следует ожидать, что их создание и эксплуатация окупятся при условии утилизации растворов, находящихся не только на территории Украины, но и в других странах. Привязка создаваемых технологий к действующим цехам производства концентрированной нитратной кислоты методом прямого синтеза значительно снизит капитальные вложения и, следовательно, повысит экономическую эффективность. Следует отметить, что утилизация водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, является природоохранным мероприятием, требующим определенных затрат на защиту окружающей природной среды и прежде всего человека от вредного воздействия веществ, входящих в состав растворов. Экологический эффект позволит значительно сократить сроки окупаемости затрат на создание и эксплуатацию установок.

Создание технологических процессов утилизации растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, целесообразно осуществлять в цехе производства концентрированной  $\text{HNO}_3$  методом прямого синтеза, поскольку цех располагает жидкими оксидами азота, концентрированной нитратной кислотой, кислородом, сжатым воздухом. На оборудовании такого цеха возможно выделение оксидов азота из растворов в отбелочных колоннах, сжижение в конденсаторах и переработка в концентрированную нитратную кислоту в автоклавах; имеются условия для разбавления 90–95 % нитратной кислоты до 60 %  $\text{HNO}_3$ , отдувки из нее оксидов азота до массового содержания не более 0,01 % и применения в производстве аммиачной селитры; в наличии вакуумная система, система поглощения оксидов азота, содержащихся в отходящих газах и в нитроолеумном, кислотном и водяном промывателях, и низкотемпературная каталитическая очистка.

Срок окупаемости создаваемых установок утилизации растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, составляет

13,4–1,3 года (в зависимости от объемов), а с привязкой их к действующему производству концентрированной  $\text{HNO}_3$  – 1,0–1,2 года.

При утилизации 1 т раствора концентрированной нитратной кислоты и оксидов азота, содержащего ингибиторы коррозии, экономический эффект без учета затрат на создание установок составит 434,5–599,5 грн, а экологический – 62,6–72,0 грн.

Таким образом, на основании расходных коэффициентов и смет затрат определены технико-экономические показатели технологических схем утилизации водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, аргументировано, что повышение показателей может быть достигнуто при создании установок в составе цеха производства концентрированной  $\text{HNO}_3$  методом прямого синтеза.

### ВЫВОДЫ

Разработаны исходные данные для проектирования опытно-промышленных установок ректификации некондиционных водных растворов нитратной кислоты и оксидов азота, содержащих ингибиторы коррозии, а также даны технико-экономические обоснования создания технологических схем, рассчитаны экономиче-

Запропоновано технологічну схему ректифікації йодвмісних водних розчинів нітратної кислоти і оксидів азоту. Обґрунтовано оптимальні технологічні параметри, показані екологічна безпека й комплексне знешкодження складних хімічних сполук. Виконано техніко-економічне обґрунтування технології.

ский и экологический эффекты их внедрения. Выполнен рабочий проект опытно-промышленной установки производительностью 100 кг/час, созданной в составе цеха производства концентрированной нитратной кислоты на ЗАО «Северодонецкое объединение «Азот».

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Созонтов, В.И.** Технология утилизации меланжей [Текст] / В.И. Созонтов, В.В. Казаков, Г.И. Гринь – Северодонецк: ОАО «Северодонецкая городская типография». – 2006. – 176 с.
2. **Созонтов, В.Г.** Фізико-хімічні основи та розробка технологій складних нітруючих сумішей на основі нітратної кислоти [Текст] / В.Г. Созонтов – Автореф. ... докт. техн. наук: 05.17.01 / НТУ «ХПІ». – Х., 2007. – 40 с.
3. **Казаков, В.В.** Технологія утилізації фторвмісних меланжів на основі азотної кислоти [Текст] / В.В. Казаков – Автореф. ... канд. техн. наук: 05.17.01 / ХДПУ. – Х., 2000. – 16 с.
4. **Саломахіна, С.О.** Комплексна технологія утилізації некондиційних продуктів виробництва азотної кислоти [Текст] / С.О. Саломахіна. – Автореф. ... канд. техн. наук: 05.17.01 / НТУ «ХПІ». – Х., 2006.

Technological scheme and feasibility report on rectification of iodine-containing water solutions of nitrate acids and nitrogen oxides are suggested. Optimum technological parameters, ecological safety of multicomponent systems' neutralization are substantiated.

*Поступила в редакцию 10.10.2007*