

Запропонований винахід відноситься до способів переробки некондиційного окислювача на основі азотної кислоти, зокрема тих некондиційних окислювачів, які містять в ролі інгібіторів корозії йод та його сполуки.

Найбільш близьким з технічної суті та досягнуто результату є спосіб переробки некондиційного окислювача на основі азотної кислоти шляхом його ректифікації при підвищеній температурі з конденсацією виділеного пару та поверненням частини конденсату у вигляді флегми на ректифікацію, виділення з продуктів ректифікації азотної кислоти та фільтрації одержаної суспензії. (Справочник азотчика. – М.: Химия, 1987. - с.98-132).

Суть способу полягає в тому, що некондиційний окислювач, який містить йод та його сполуки, змішують з азотнокислим алюмінієм, потім нагрівають в ректифікаційній колоні до температури 120-122°C, внаслідок чого молекулярний йод окислюється до кисневих сполук. З верхньої частини колони пари нітроолеуму направляють на конденсацію, конденсують та використовують для приготування свіжого окислювача або у виробництві концентрованої азотної кислоти. Знизу колони водний розчин азотної кислоти, який містить кисневі сполуки йоду з азотнокислим алюмінієм, подають в другу ректифікаційну колону в якій виділяють пари азотної кислоти та потім їх конденсують і використовують як товарний продукт або концентрують відомим способом. Суспензію кисневих сполук йоду та азотнокислого алюмінію в водному розчині азотної кислоти, що знаходиться внизу колони, направляють на фільтрацію для виділення твердої та рідкої фази. Тверду фазу виводять з системи та після переробки використовують як товарний продукт, а рідку фазу повертають в куб колони.

Недоліком відомого способу є агресивне корозійне середовище, яке обумовлене відносно високою температурою ректифікації, що потребує використання хоча б частини технологічного обладнання, зокрема ректифікаційних колон, виготовлених з дорогих та дефіцитних матеріалів – титану та фторопласту. Крім того, високі температури ректифікації потребують значних витрат на нагрівання та конденсацію, тому відомий спосіб характеризується значимими енерговитратами.

В основу винаходу поставлена задача створення способу переробки некондиційного окислювача на основі азотної кислот, у якому шляхом зміни умов процесу ректифікації та введення додаткової операції, забезпечується можливість одержання менш корозійно-агресивного середовища, не викликаючого потреби використання обладнання з дорогих та дефіцитних матеріалів - титану та фторопласту з одночасним скороченням енерговитрат.

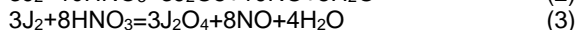
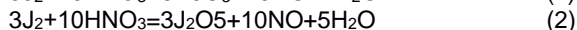
Ця задача вирішується тим, що у відомому способі переробки окислювача шляхом його ректифікації і при підвищеній температурі з конденсацією виділеного пару та поверненням частини конденсату у вигляді флегми на ректифікацію, згідно винаходу виділення азотної кислоти та фільтрації одержаної суспензії, ректифікацію некондиційного окислювача проводить при температурі 80-90°C, а виділення азотної кислот проводять шляхом випарювання.

Ще однією відмінною ознакою є те, що випарювання проводять при температурі 80-90°C та вакуумі 200-250мм.рт.ст.

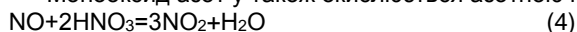
Наступною відмінною ознакою є те, що виділені в результаті ректифікації пари повторно конденсують.

Наступною відмінною ознакою є те, що виділену при фільтрації рідку фазу повертають на випарювання.

Суть запропонованого способу полягає в тому, що при температурі ректифікації 80-90°C випарюються тільки оксиди азоту, незначна частина азотної кислоти та молекулярний йод, а в рідкій фазі залишається значно більша частина азотної кислоти, вода та кисневі сполуки йоду. В паровій фазі, йод взаємодіє з азотною кислотою по реакції:



Монооксид азот у також окислюється азотною кислотою по реакції і



Кисневі сполуки йоду кристалізуються та розчиняються в сконденсованій воді і поступають в куб ректифікаційної колони. Завдяки цим процесам реакції 1, 2, 3, 4 зміщуються вправо і на виході із верхньої частини ректифікаційної колони пари практично містять тільки оксиди азоту та азотну кислоту, тому після охолодження та конденсації одержують рідкі оксиди азоту (N_2O_4), які використовують для виробництва концентрованої азотної кислоти методом прямого синтезу.

З нижньої частини ректифікаційної колони виводять водний розчин азотної кислоти, який містить кисневі сполуки йоду. В присутності води оксиди йоду, получені в результаті реакцій (2 і 3), переходять в йодновату кислоту. Водний розчин азотної та йодноватої кислот розділяють шляхом випарювання азотної кислоти та води при температурі 80-90°C та вакуумі 200-250мм рт.ст. йодновата кислота, яка має температуру плавлення 110°C, кристалізується. Одержану суспензію розділяють на рідку азотну кислоту та тверду йодновату кислоту шляхом фільтрації. Виділені пари при випарюванні пари азотної кислоти і води конденсують і у вигляді слабкого водного розчину азотної кислоти використовують у виробництві аміачної селітри. Запропонований спосіб дозволяє:

- одержати рідкі оксиди азоту (N_2O_4) - продукт, який може бути використаний у виробництві концентрованої азотної кислоти методом прямого синтезу;
- одержати тверду йодновату кислоту у вигляді товарного продукту;
- одержати 93%-ну азотну кислоту, яка може бути використана у виробництві аміачної селі гри;
- скоротити матеріальні витрати за рахунок використання обладнання виготовленого з нержавіючої сталі замість обладнання, виготовленого з титану та фторопласту;
- скоротити енерговитрати на ректифікацію, випарювання та конденсацію;
- виключити використання додаткових матеріалів, як тої води, або водного розчину азотної кислоти, або азотнокислого алюмінію та разом з цим скоротити об'єми матеріальних потоків.

Пошук, проведений у джерелах патентної та науково-технічної інформації показав, що сукупність всіх істотних ознак заявленого способу переробки окислювача невідома. Отже запропонований винахід відповідає вимогам новизни, тому що не відомий з рівня техніки.

Запропонований спосіб має винахідницький рівень, так як відмітні ознаки, хоча і відомі самі по собі, але у запропонованій сукупності істотних ознак в такій якості та з таким результатом заявнику не відомі.

Запропонований спосіб включає наступні стадії:

- ректифікацію некондиційного окислювача при температурі 80-90°C з конденсацією виділеного пару та поверненням частини конденсату у вигляді флегми на ректифікацію, повторну конденсацію несконденсованого пару;

- виділення з продукту в ректифікації азотної кислоти шляхом випарювання при температурі 80-90°C та вакуумі 200-250мм.рт.ст.;

- фільтрацію одержаної суспензії на тверду та рідку фази з поверненням рідкої фази на випарювання.

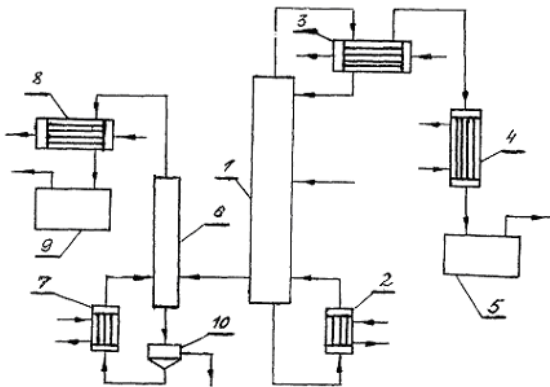
Запропонований спосіб пояснюється прикладом здійснення способу, та кресленням схеми.

На Фігурі показані: ректифікаційна колона 1 з кип'ятильником 2, головним холодильником-конденсатором 3, конденсатором оксидів азоту 4 і збірником рідких оксидів азоту 5, випарний апарат 6 з теплообмінником 7, конденсатором 8, збірником азотної кислоти 9, фільтр 10.

Некондиційний окислювач вагою 100 кг, який тримає в % мас: N_2O_4 - 25,0, HNO_3 - 69,8, H_2O - 5,0 і 0,2 сполук йоду подають в середню частину ректифікаційної колони 1, в кип'ятильник 2 якої подають пар. Ректифікацію проводять при температурі 80-90°C. з верхньої частини ректифікаційної колони 2 виділяються пари оксидів азоту та азотної кислоти, які поступають в головний холодильник-конденсатор 3, з якого рідку фазу у вигляді флегми повертають на зрошення ректифікаційної колони 2, а парову фазу направляють в конденсатор оксидів азоту 4 і далі в збірник оксидів азоту 5, звідки рідкі оксиди азоту направляють на виробництво концентрованої азотної кислоти прямим синтезом. Одержують 25,77кг рідких оксидів азоту такого складу, %мас: N_2O_4 - 97,0, HNO_3 - 3,0.

З нижньої частини ректифікаційної колони 2 продукти ректифікації, які містять азотну кислоту - 92,99%; мас, воду - 6,74% мас і HJO_3 (йодновату кислоту) - 0,27% мас, з температурою 80-90°C направляють у випарний апарат 6, де при вакуумі 200-250мм.рт.ст. виділяють азотну кислоту у вигляді пару, який конденсують в конденсаторі 8 звідки сконденсована азотна кислота зливається в збірник азотної кислоти 9, яку потім використовують у виробництві аміачної селітри. Одержують 74,03кг азотної кислоти, яка містить 93,25% мас HNO_3 і 6,75% мас води.

Суспензію із випарного апарату 6 направляють в фільтр 10 на якому виділяють рідку та тверду фази. Рідку фазу масою 0,8кг, яка містить в %мас: HNO_3 - 75,0, H_2O - 22,0 і HJO_3 - 3,0 з фільтру 10 повертають в випарний апарат 6 через теплообмінник 7. Тверду йодновату кислоту, виділену на фільтрі 10, масою 0,2кг використовують як товарний продукт, або ж переробляють відомими способами.



Фіг.