

Запропонований винахід відноситься до області хімії, зокрема неорганічного синтезу, а саме, до виробництва рідкого чотириокису азоту.

Найбільш близьким за технічною сутністю та технічним результатом є спосіб одержання рідкого чотириокису азоту шляхом ректифікації нітроолеуму та автоклавної кислоти у колоні і ступеневої конденсації парів, що виділились. (Справочник азотчика.- М.: Химия, 1987. - С.98-132).

Сутність способу пояснюється за допомогою креслення (Фіг.1) і полягає у тому, що автоклавну кислоту з температурою +70 С під тиском подають у каскадну частину 1а ректифікаційної колоні 1, а нітроолеум з температурою +10 С подають на верх вичерпуючої частини 1б ректифіка цінної колоні 1.

Виділені оксиди азоту, що містять азотну кислоту, із верхньої частини ректифікаційної колоні і надходять до головного холодильника 3 (перший ступінь конденсації), де вони частково конденсуються і конденсат повертають до ректифікаційної колоні і на зрошення вичерпуючої частини 1б. Несконденсовані пари з першого ступеня конденсації надходять до холодильника-конденсатора 4 (другий ступінь конденсації), з якого рідку фазу за допомогою насоса подають на зрошення укріплюючої частини 1в ректифікаційної колоні 1, а пари, що залишились, конденсують у холодильнику-конденсаторі 5 (третій ступінь конденсації), та відбирають у ємність готового продукту рідкий чотириокис азоту. Вміст азотної кислоти у готовому продукті складає 0,5% мас. Із кубової частини ректифікаційної колоні 1 відбирають продукційну кислоту, і після її охолодження направляють на склад.

Недоліком відомого способу є низька якість чотириокису азоту, зумовлена неефективним розділенням фаз у вичерпуючій та укріплюючій частині колоні. Це пов'язане з поданням на верх вичерпуючої частини колоні відносно холодного (+10 С) потоку нітроолеуму та конденсату першого ступеня, конденсації з температурою +18 С, які знижують пружність парів азотної кислоти по висоті колоні, тому її висота є недостатньою для ефективного розділення фаз.

Звично цю проблему вирішують шляхом збільшення температури вихідної сировини, що подається у вичерпуючу частину колоні. Але у даному випадку збільшення температури нітроолеуму приведе до значного збільшення виділення оксидів азоту з нітроолеуму поза колоною, в т.ч. і у трубопроводі подання нітроолеуму, що вкрай небажано і небезпечно через значне підвищення тиску оксидів азоту. Крім того, подання нітроолеуму під тиском потребує додаткових капітальних витрат на виготовлення або придбання технологічного обладнання (трубопроводів, насоса), що працюють під тиском.

Наступним недоліком відомого способу є витрати, пов'язані з використанням насоса для падання конденсату другого ступеня конденсації на верх укріплюючої частини колоні.

В основу винаходу поставлена задача створення способу одержання рідкого чотириокису азоту, в якому, швидко зміни місця введення потоків компонентів, забезпечується ефективне розділення фаз.

Ця задача вирішується у відомому способі одержання рідкого чотириокису азоту шляхом подачі у ректифікаційну колоноу нітроолеуму і автоклавної кислоти і ступеневої конденсації парів причому автоклавну кислоту подають у каскадну частину колоні, завдяки тому, що нітроолеум подають також у каскадну частину колоні, а конденсат першого ступеня подають на верх укріплюючої частини колоні.

Наступною відмінністю є те, що масове співвідношення кількості конденсату першого ступеня до кількості конденсату другого ступеня складає (2 - 3):1.

Подання нітроолеуму у каскадну частину колоні, а також подання конденсату з першого ступеня конденсації на верх укріплюючої частини колоні забезпечує можливість збільшення висоти вичерпуючої частини колоні, у результаті чого досягається ефективне розділення фази, отже якість готового продукту.

Заявниками також експериментально встановлено, що найкраще розділення фаз досягається при масовому співвідношенні кількості конденсату першого ступеня до кількості конденсату другого ступеня рівному (2 - 3):1.

Запропонований спосіб дозволяє одержати рідкий чотириокис азоту високої чистоти, із вмістом HNO_3 не більше 0,2% мас.

Крім того, запропонований спосіб дозволяв виключити енерговитрати, і обладнання (насос), пов'язані з поданням конденсату другого ступеня 5 (другий ступінь конденсації). Суть винаходу пояснюється кресленням Фіг.2.

Нітроолеум з температурою +10 С і автоклавну кислоту з температурою +70 С подають у каскадну частину 1а ректифікаційної колоні 1, де виникає виділення оксидів азоту за рахунок тепла, що удержується у кип'ятильнику 2.

Із низу каскадної частини 1а ректифікаційної колоні 1 відбілена продукційна азотна кислота з температурою +86 С після охолодження надходить на склад.

Із верху каскадної частини 1а ректифікаційної колоні 1 пари оксидів азоту та азотної кислоти надходять послідовно у вичерпуючу 1б та укріплюючу 1в частини, очищуються від азотної кислоти рідкими оксидами азоту, що надходять на зрошення укріплюючої частини 1в із головного холодильника 3 першого ступеня конденсації. Несконденсовані пари із головного холодильника 3 послідовно подаються до холодильників-конденсаторів 4 і 3 (другий ступінь конденсації), із яких готовий продукт з температурою -8 С надходить на склад.

Приклад 1.

Нітроолеум, що містить 35,5% мас. N_2O_4 , 63,1% мас. HNO_3 та 1,4% мас. H_2O , у кількості 100кг з температурою +10 С і автоклавну кислоту, що містить 30,7% мас. N_2O_4 , 68,9% мас. HNO_3 та 0,4% мас. H_2O , у кількості 100кг з температурою +70 С подають на зрошення каскадної частини 1а ректифікаційної колоні 1. Із низу колоні і відбілена азотна кислота, що містить 0,20% мас. N_2O_4 , 96,46% мас. HNO_3 та 1,34% мас. H_2O , у кількості 133,94кг з температурою +86 С після охолодження надходить на склад.

Із верхньої частини ректифікаційної колоні 1 пари, що містять 99,8% мас. N_2O_4 та 0,2% мас. HNO_3 , у кількості 198,18кг з температурою +23 С подають до головного холодильника 3, із якого рідка фаза у кількості 132,12кг надходить на зрошення укріплюючої частини 1в колоні 1, а парову фазу у кількості 66,06кг направляють до холодильника-конденсатора 4 і 5, звідки чотириокис азоту у вигляді готового продукту з

температурою -8°C відправляють на склад. Вміст HNO_3 - 0,2% мас. Масове співвідношення конденсату першого ступеню до конденсату другого ступеню дорівнює 2:1.

Приклад 2.

Нітроолеум і автоклавну кислоту у таких же кількостях і таких же складів та параметрів, як у прикладі 1, подають на зрошення каскадної частини 1а колони 1. Із низу колони 1 відбілена азотна кислота такого ж складу і параметрів, як у прикладі 1, у кількості 134,0кг після охолодження надходить на склад.

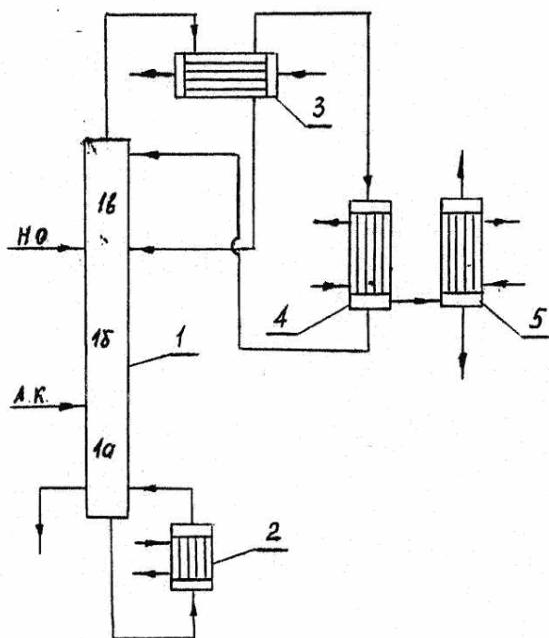
Із верхньої частини ректифікаційної колони 1 пари, що містять 99,9% мас. N_2O_4 та 0,1% мас. HNO_3 , у кількості 264,0кг з температурою $+23^{\circ}\text{C}$ подають до головного холодильника 3, із якого рідка фаза у кількості 198,0кг надходить на зрошення укріплюючої частини 1в колони 1, а парову фазу у кількості 66,0кг направляють до холодильників-конденсаторів 4 і 5, звідки чотириокис азоту у вигляді готового продукту з температурою -8°C відправляють на склад. Вміст HNO_3 - 0,1% мас. Масове співвідношення конденсату першого ступеню до конденсату другого ступеню рівняється 3:1.

Приклад 3.

Нітроолеум і автоклавну кислоту у таких же кількостях і таких же складів та параметрів, як у прикладі 1, подають на зрошення каскадної частини 1а колони 1. Із низу колони 1 відбілена азотна кислота такого ж складу і параметрів, як у прикладі 1, у кількості 133,98кг після охолодження надходить на склад.

Із верхньої частини ректифікаційної колони 1 пари, що містять 99,86% мас. N_2O_4 та 0,14% мас. HNO_3 , у кількості 231,07кг з температурою $+23^{\circ}\text{C}$ подають до головного холодильника 3, із якого рідка фаза у кількості 165,05кг надходить на зрошення укріплюючої частини 1в колони 1, а парову фазу у кількості 66,02кг направляють до холодильників-конденсаторів 4 і 5, звідки чотириокис азоту у вигляді готового продукту з температурою -8°C відправляють на склад.

Вміст HNO_3 - 0,14% мас. Масове співвідношення кількості конденсату першого ступеню до кількості конденсату другого ступеню рівняється 2,5:1.



Фіг.1

