

**УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ
ДЛЯ РАБОЧИХ
ПРОФЕССИЙ**

*Для служебного пользования
Экз. №*

**ПРОИЗВОДСТВО
КОНЦЕНТРИРОВАННОЙ
АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ
НИТРАТ-МАГНИЕВЫМ
СПОСОБОМ**



Москва 1938

МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

Кемеровский филиал

Государственного ордена Трудового Красного Знамени
научно-исследовательского и проектного института
азотной промышленности и продуктов органического синтеза (ГИАП)

Научно-исследовательский институт
технико-экономических исследований (НИИТЭХИМ)

Для служебного пользования

Экз. №

000032

И. Ф. Бескаравайный
М. А. Воропаев
В. В. Лямин
В. Ф. Скакун
Р. З. Хитерер

ПРОИЗВОДСТВО КОНЦЕНТРИРОВАННОЙ

АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

НИТРАТ-МАГНИЕВЫМ СПОСОБОМ

(Учебное пособие для рабочих профессий)

Москва 1968

Производство концентрированной азотной кислоты нитрат-магниевым способом: Учебное пособие для рабочих профессий. М.: НИИТЭХИМ, 1988. 66 с.

В пособии изложены теоретические основы процессов концентрирования азотной кислоты с применением в качестве водоотнимающего средства – нитрата магния. Приведена характеристика основных способов концентрирования, особенностей аппаратного оформления нитрат-магниевого процесса с использованием традиционных и новых конструктивных материалов. Даны основные сведения о сырье, материалах, полуфабрикатах, отходах производства, освещены вопросы техники безопасности, контроля производства и организации труда.

Рукопись учебного пособия подготовлена специалистами Кеморовского филиала Государственного ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательского и проектного института азотной промышленности и продуктов органического синтеза (ГИАП) и утверждена объединением Союзазот. Оно предназначено для подготовки и повышения квалификации рабочих производства концентрированной азотной кислоты нитрат-магниевым способом.

В целях повышения качества издаваемых учебных материалов для профессионально-технического обучения рабочих на производстве, а также более полного удовлетворения запросов предприятий и организаций просим Вас в течение года после получения учебного пособия заполнить карту обратной связи и выслать ее по адресу: 257136, г. Черкассы, ул. Шевченко, 205, Отделение НИИТЭХИМа.

Азотная кислота – один из важнейших продуктов химической промышленности. По объему производства она находится на втором месте после серной кислоты. Является сырьем для выработки многих продуктов, применяемых в промышленности и сельском хозяйстве.

Большая часть вырабатываемой азотной кислоты расходуется для производства минеральных удобрений, нитратных солей (нитратов натрия, калия и кальция).

Концентрированная азотная кислота применяется в производстве соединений органического ряда для синтеза красителей; в производстве взрывчатых веществ (нитроглицерина, продуктов нитрования толуола), уротропина, диметиламина, ксилола; в фармацевтической промышленности; для получения нафталина, нитропроизводных бензола, химикатов.

Увеличение единичных мощностей технологических агрегатов, а также снижения вредных выбросов в атмосферу и водоемы потребовало разработки и внедрения новых конструктивных материалов для изготовления оборудования и трубопроводов, новых технологических схем.

Способы производства азотной кислоты

В результате многочисленных исследований удалось значительно усовершенствовать процесс производства азотной кислоты.

В настоящее время основное количество неконцентрированной азотной кислоты получают в агрегатах укрупненной единичной мощности под давлением (агрегаты УКЛТ-7,3 и АК-72). Массовая доля азотной кислоты, получаемой в этих агрегатах, составляет 56...60 %.

Концентрированную азотную кислоту с массовой долей HNO_3 98 % и выше в СССР в промышленном масштабе получают двумя способами, наиболее распространенным из них является получение азотной кислоты при помощи водоотнимающих средств, таких как серная кислота и азотнокислый магний. Второй способ – прямой синтез из жидких оксидов азота и кислорода под давлением с применением холода.

В последние годы в ряде стран введены в строй производства концентрированной азотной кислоты методом концентрирования сверхазеотропной кислоты, получаемой без применения кислорода, водоотнимающих средств и при небольших затратах холода. Подобное

опытно-промышленное производство в СССР находится в стадии строительства.

Свойства азотной кислоты

Химически чистая (не содержащая примесей) азотная кислота представляет собой бесцветную жидкость плотностью 1500 кг/м³ с сильным едким запахом. Молекулярная масса - 63,0128. Техническая азотная кислота окрашена в желтоватый цвет за счет растворенных в ней оксидов азота. На воздухе азотная кислота дымит, выделяя оксиды азота и пары азотной кислоты, которые образуют с влагой воздуха туман, с водой смешивается в любых соотношениях.

При растворении азотной кислоты в воде выделяется тепло. Температура кипения азотной кислоты зависит от ее концентрации и давления. Ниже приведена температура кипения азотной кислоты при атмосферном давлении:

Массовая доля HNO ₃ , %	20	30	40	50	60	68,4	70	80	90	100
------------------------------------	----	----	----	----	----	------	----	----	----	-----

Температура, °C

103,6 108,1 112,6 116,8 120,1 121,9 121,6 115,4 102,0 86

С повышением концентрации азотной кислоты температура кипения ее сначала возрастает, достигая наибольшего значения (68,4 %), а затем начинает снижаться (рис. 1), соответственно меняется и состав паровой фазы (рис. 2). Температура замерзания азотной кислоты также зависит от ее концентрации. Эта зависимость показана на диаграмме (рис. 3). Наименьшую температуру замерзания (-66,3 °C) имеет 90 %-ная азотная кислота; 100 %-ная азотная кислота замерзает при -41,2 °C. Плотность водных растворов азотной кислоты увеличивается с повышением ее концентрации, достигая наибольшего значения для безводной кислоты (рис. 4). Этой зависимостью пользуются при определении концентрации азотной кислоты по ее плотности. Азотная кислота является одной из самых сильных кислот. Она обладает ярко выраженными окислительными свойствами. Окисляя другие вещества, азотная кислота распадается с выделением оксидов азота. На свету при нормальной температуре безводная

азотная кислота частично разлагается на диоксид азота, кислород и воду по реакции

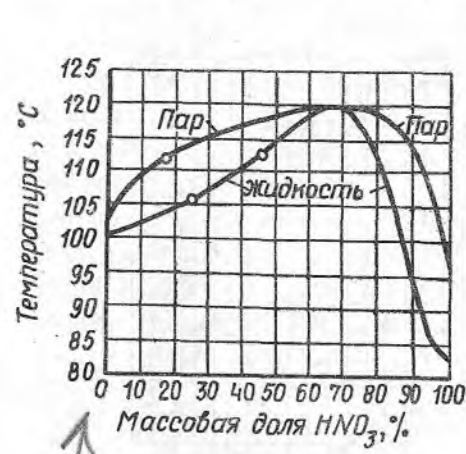
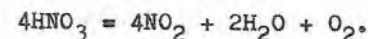


Рис. 1. Диаграмма кипения системы HNO₃-H₂O

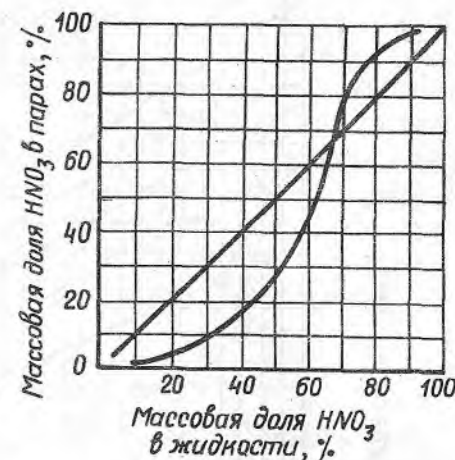


Рис. 2. Диаграмма кристаллизации системы HNO₃-H₂O

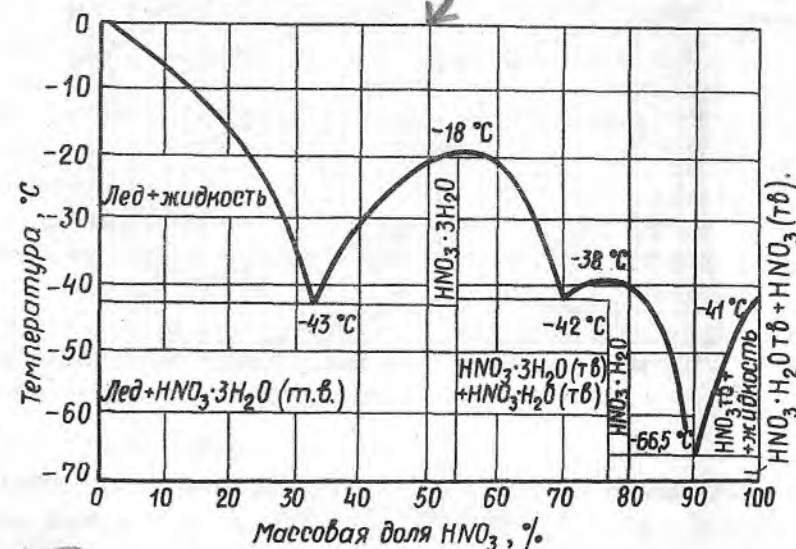


Рис. 3. Плотность водных растворов азотной кислоты

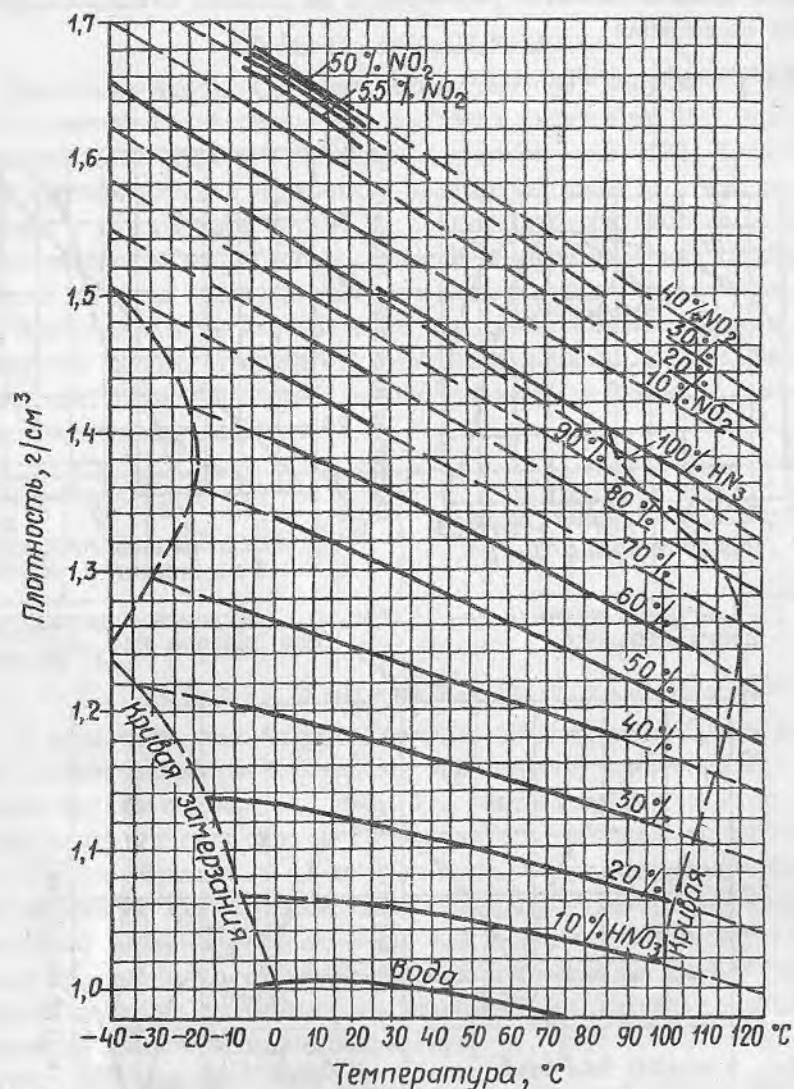


Рис. 4. Зависимость состава пара от соотношения азотной кислоты и воды в жидкой смеси

Азотная кислота различных концентраций вступает в реакцию со всеми металлами (за исключением золота и платины) с образованием солей.

Многие органические вещества (в частности, животные и растительные ткани) под действием азотной кислоты разрушаются.

В качестве сильной кислоты HNO_3 образует устойчивые (при обычных условиях) и хорошо кристаллизующиеся соли. Почти все азотнокислые соли хорошо растворяются в воде, легко выделяют кислород при высоких температурах, поэтому смеси их с горючими веществами сгорают очень быстро. На этом свойстве основано применение нитратов в пиротехнике. Все указанные свойства азотной кислоты требуют от обслуживающего персонала чрезвычайной осторожности в работе и специального оснащения цеха аппаратурой и контрольно-измерительными приборами.

Свойства оксидов азота

В процессе получения концентрированной азотной кислоты нитрат-магниевым способом оксиды азота в чистом виде не применяются, но сопутствуют этому процессу.

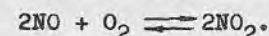
Оксид азота(I) N_2O — бесцветный газ со слабым приятным запахом и сладковатым вкусом, является анестезирующим средством.

Молекулярная масса 44,016, плотность $1,9778 \text{ кг/м}^3$.

При температуре $-89,5^\circ\text{C}$ газ сжимается в бесцветную подвижную жидкость, которая затвердевает при $-102,3^\circ\text{C}$. С водой оксид азота химически не взаимодействует, но хорошо в ней растворяется.

Оксид азота(II) NO — бесцветный газ, который сжимается под атмосферным давлением при температуре $-151,4^\circ\text{C}$ в бесцветную жидкость. Молекулярная масса 30,008. Плотность $1,43 \text{ кг/м}^3$.

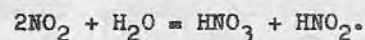
В твердом и жидком состояниях оксид азота имеет синий цвет; в воде мало растворим. С кислородом легко соединяется, образуя высшие оксиды:



С повышением температуры реакция окисления замедляется. Получение оксида азота из кислорода и азота может быть осуществлено только при высоких температурах. В промышленности оксид азота получают окислением аммиака кислородом воздуха.

Диоксид азота NO_2 в обычных условиях - газ красно-бурого цвета с удушливым характерным запахом. Молекулярная масса 46,01. Плотность 2,055 кг/м³. При атмосферном давлении сжижается в жидкость красно-бурого цвета. Обладает способностью полимеризоваться, превращаясь в N_2O_4 .

В интервале температур от 135 °C до -10 °C жидкий или газообразный NO_2 представляет собой смесь в разных соотношениях диоксида и тетраоксида азота. NO_2 или ее полимер N_2O_4 легко растворяется в воде с образованием азотной и азотистой кислоты.



NO_2 и N_2O_4 могут поглощаться концентрированной азотной кислотой. В зависимости от температуры и давления массовая доля оксида азота в растворе может быть около 50 %.

Виды и свойства азотной кислоты

Промышленность выпускает концентрированную азотную кислоту согласно ГОСТ 701-78, меланж кислотный ГОСТ 1500-78 (смесь концентрированных азотной и серной кислот), специальную азотную кислоту ОСТ 6-03-265-76 (смесь концентрированной и неконцентрированной азотных кислот).

Физико-химические свойства концентрированной азотной кислоты

Показатель	Норма		
	Высший сорт	I-й сорт	2-й сорт
Массовая доля азотной кислоты, %, не менее:			
получаемой методом концентрирования	98,9	98,2	97,5
получаемой прямым синтезом	98,6	98,2	97
Массовая доля серной кислоты, %, не более	0,04	0,05	0,06
Массовая доля оксидов азота (N_2O_4), %, не более	0,2	0,3	0,3

О к о н ч а н и е

Показатель	Норма		
	Высший сорт	I-й сорт	2-й сорт
Массовая доля остатка после прокаливании, %, не более:			
для кислоты, получаемой методом концентрирования	0,005	0,015	0,030
для кислоты, получаемой прямым синтезом	0,009	0,015	0,030

Физико-химические свойства кислотного меланжа

Показатель	Норма		
	Высший сорт	I-й сорт	2-й сорт
Массовая доля азотной кислоты, %, не менее	90,0	89,7	89,0
Массовая доля серной кислоты, %, не менее	7,5	7,5	7,5
Массовая доля оксидов азота (N_2O_4), %, не более	0,3	0,3	0,3
Массовая доля прокаленного остатка, %, не более	0,02	0,04	0,05

Физико-химические свойства специальной азотной кислоты

Показатель	Норма	
	Высший сорт	I-й сорт
Внешний вид	Прозрачная бесцветная или желтоватая жидкость	
Массовая доля азотной кислоты, %, не менее	72	70
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,0003	0,0004
Массовая доля железа, %, не более	0,0005	0,001

О к о н ч а н и е

Показатель	Норма	
	Высший сорт	I-й сорт
Массовая доля оксидов азота, %, не более	0,005	0,01

Примечание. Допускается массовая доля серной кислоты для высшего сорта не более 0,02 % и первого сорта не более 0,05 %.

Глава II. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ПРОЦЕССЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

Концентрированную азотную кислоту невозможно получить путем непосредственной перегонки разбавленного раствора кислоты.

При кипении и перегонке разбавленной азотной кислоты можно получить 68,4 %-ную HNO_3 (азеотропная смесь).

Максимальная температура кипения такой кислоты при атмосферном давлении равна 120,05 °C (см. рис. I).

В процессе перегонки разбавленных водных растворов азотной кислоты в присутствии водоотнимающих веществ (концентрированная серная кислота, концентрированные растворы нитратов некоторых металлов) давление паров воды над смесью сильно снижается.

На протяжении десятков лет в СССР и за рубежом в качестве водоотнимающего агента при производстве концентрированной азотной кислоты применялась серная кислота. Использование серной кислоты по принятой технологии связано с трудностями из-за необходимости применения острого водяного пара для процесса денитрации отработанной серной кислоты, а также в связи с тем, что концентрирование отработанной серной кислоты производится горячими газами, получаемыми путем сжигания мазута или природного газа, в результате чего образуется трудно улавливаемый туман серной кислоты. Кроме того, готовая азотная кислота содержит примеси серной кислоты, ограничивающие ее использование. Метод является частным случаем экстрактивной ректификации — солевой ректификацией.

Применение нитрата магния в качестве водоотнимающего агента снижает загрязнение атмосферы и водоемов, исключается необходи-

мость использования острого пара и топлива, что делает процесс более экономичным.

Глава III. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ НИТРАТОМ МАГНИЯ

Состав смеси азотной кислоты, воды и нитрата магния (тройная смесь) можно представить на диаграмме в виде равностороннего треугольника. На рис. 5 дана треугольная диаграмма равновесных концентраций азотной кислоты в парах над тройными смесями, содержащими в одном случае $\text{HNO}_3\text{--H}_2\text{O--Mg(NO}_3)_2$, в другом — $\text{HNO}_3\text{--H}_2\text{O--H}_2\text{SO}_4$ (пунктирные линии).

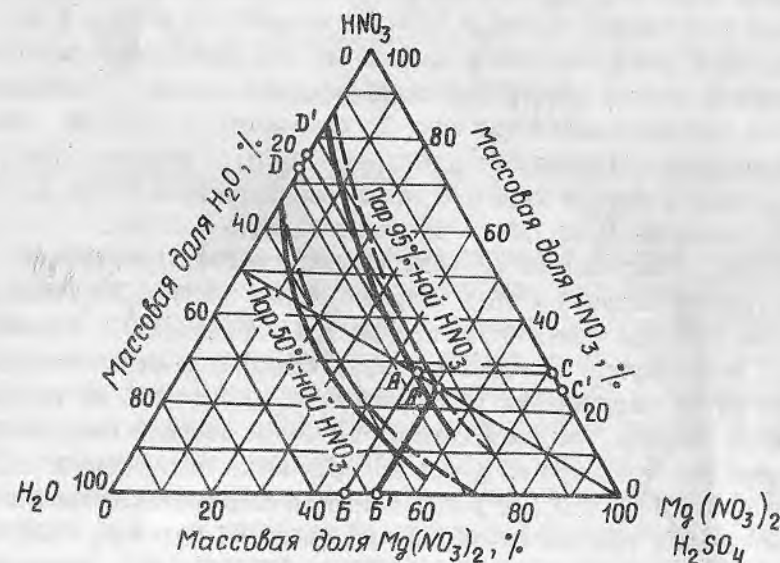


Рис. 5. Равновесная концентрация паров азотной кислоты над тройной смесью $\text{HNO}_3\text{--H}_2\text{O--Mg(NO}_3)_2$

С помощью этой диаграммы можно определить состав паровой фазы, содержащей кислоту и воду.

Если задаться определенной конечной концентрацией азотной кислоты, то для каждой исходной концентрации кислоты расходуется

определенное количество $Mg(NO_3)_2$. Например, необходимо определить состав тройной смеси, состоящей из 50 %-ной азотной кислоты и безводной соли для получения в равновесной паровой фазе 95 %-ной азотной кислоты. Соединяем вершину треугольника $Mg(NO_3)_2$ на рис. 5 с точкой на противоположной стороне, соответствующей 50 %-ной азотной кислоте. Прямая пересекает кривую 95 %-ной азотной кислоты в парах в точке А. Через точку А проводим линию, эквидистантную стороне треугольника, на которой была отложена точка, соединенная с вершиной треугольника. При пересечении с основанием (точка Б) она дает массовую долю $Mg(NO_3)_2$ в исходной тройной смеси 43 %. Следовательно, начальная тройная смесь состоит из 43 % $Mg(NO_3)_2$, 28,5 % HNO_3 и 28,5 % H_2O (соответственно точки Б, С и Д).

Таким образом, для получения 95 %-ной азотной кислоты минимальное соотношение $Mg(NO_3)_2:HNO_3$ составит $43:28,5 = 1,5$. Из приведенной диаграммы также видно, что при применении безводного нитрата магния вместо безводной серной кислоты необходимо вводить меньшее количество соли по сравнению с серной кислотой (начальная тройная смесь $HNO_3-H_2O-H_2SO_4$ состоит из 51 % H_2SO_4 , 24,5 % HNO_3 и 24,5 % H_2O , им соответствуют точки Б', С', Д'). Соотношение $H_2SO_4:HNO_3$ составит $51:24,5 = 2,08$.

На рис. 6 определены составы тройных смесей, состоящих из 60 % азотной кислоты и 78 % нитрата магния (92 % H_2SO_4), для получения 95 %-ной азотной кислоты методом перегонки. Соединяем точку, находящуюся на основании треугольника и соответствующую 78 %-ному нитрату магния (92 %-ной H_2SO_4), с точкой на противоположной стороне, соответствующей 60 %-ной азотной кислоте. Прямая пересекает кривую 95 %-ной азотной кислоты в точке А (А'). Точки Б, С, Д (Б', С', Д') определяются аналогично. Следовательно, начальная тройная смесь состоит из 58 % $Mg(NO_3)_2$ (43 % H_2SO_4), 14 % HNO_3 (31 % HNO_3), 28 % H_2O (26 % H_2O). Соотношение $Mg(NO_3)_2:HNO_3$ составит $58:14 = 4,14$, соотношение $H_2SO_4:HNO_3 = 43:31 = 1,4$.

Из примеров, приведенных на рис. 5 и 6, следует, что абсолютная дегидратирующая способность нитрата магния выше дегидратирующей способности серной кислоты в $\sim 1,4$ раза ($2,08:1,5 = 1,39$).

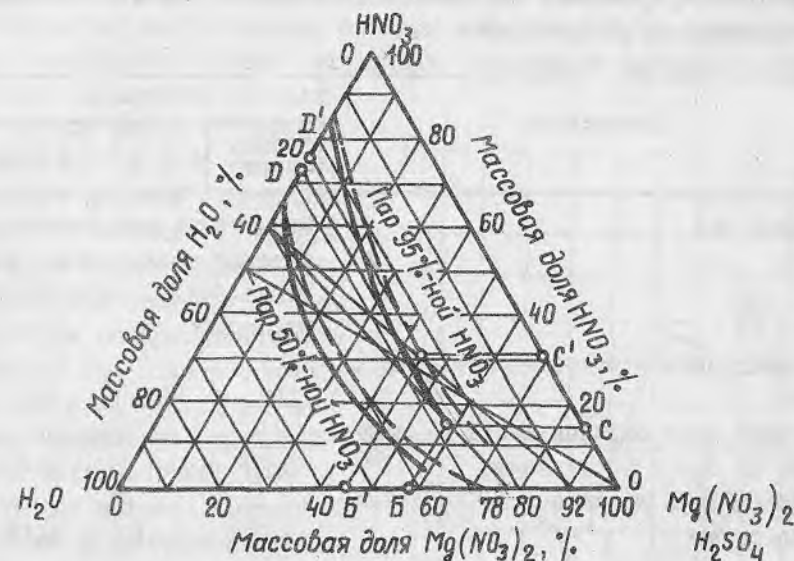


Рис. 6. Равновесная концентрация паров азотной кислоты над тройной смесью $HNO_3-H_2O-Mg(NO_3)_2$

На практике соотношение нитрата магния и азотной кислоты поддерживается в зависимости от концентрации исходных растворов. Получаемые при высаливании в присутствии нитрата магния пары азотной кислоты надazeотропной концентрации ($\sim 85...90$ %) подвергаются ректификации (как двойную смесь $HNO_3...H_2O$) с подачей в качестве флегмы части концентрированной азотной кислоты (продукта). Отработанный в зоне высаливания раствор нитрата магния в смеси с оставшейся азотной кислотой подвергается денитрации потоком сокового пара, являющегося продуктом предварительного концентрирования отработанного (денитрированного) раствора нитрата магния.

Глава IV. СЫРЬЕ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ЭНЕРГОРЕСУРСЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В ПРОИЗВОДСТВЕ

Неконцентрированная азотная кислота

Исходным сырьем для производства концентрированной азотной кислоты является неконцентрированная азотная кислота с массовой долей HNO_3 46...60 %.

Неконцентрированная азотная кислота должна соответствовать требованиям ОСТ 6-ОЗ-270-76:

Показатель	Норма		
	Высший сорт	I-й сорт	2-й сорт
Внешний вид	Бесцветная или слегка желтоватая прозрачная жидкость без механических примесей		
Массовая доля азотной кислоты, %, не менее	57	56	46
Массовая доля оксидов азота в пересчете на N_2O_4 , %, не более	0,07	0,1	0,2
Массовая доля прокаленного остатка, %, не более	0,004	0,02	0,05

Раствор нитрата магния

Нитрат магния, используемый в процессе концентрирования кислоты в качестве водоотнимающего средства, получается при взаимодействии раствора неконцентрированной азотной кислоты с порошковым каустическим магнезитом (MgO). Свежеприготовленный и очищенный раствор нитрата магния должен соответствовать следующим требованиям:

Массовое содержание $Mg(NO_3)_2$, %	30...40
Массовое содержание, мг/л:	
механических примесей	≥ 50
ионов железа	$\geq 0,3$
pH раствора	6,3...6,5
Требования к исходному порошковому магнезиту марки ПМК-83 согласно ГОСТ 1216-75 приведены ниже:	
Массовое содержание, %:	
MgO	≥ 83
CaO	$\leq 2,5$
SiO_2	$\leq 2,5$
влаги	$\leq 1,3$
Насыпная масса, кг/м ³	1460
Плотность, кг/м ³	3100...3400

Потери при прокаливании составляют не более 8,0 %.

Магнезит, как и цемент, склонен к слеживанию, а при увлажнении схватывается. Кроме указанных соединений магнезит состоит из примесей других металлов в оксидной форме (железо, алюминий и др.). В исходном растворе примеси нитратов железа, алюминия и других металлов нежелательны, поскольку при повышенных температурах они разлагаются и образуют на теплообменных поверхностях труднорастворимые накипи. Молекулярная масса $Mg(NO_3)_2$ 148,3148.

Нитрат магния представляет собой бесцветные кристаллы триклинической системы. Азотнокислый магний образует кристаллогидраты с 1, 2, 3, 6 и 9 молекулами воды. Диаграмма кристаллизации водных растворов $Mg(NO_3)_2$ приведена на рис. 7.

Зависимость температуры кипения растворов нитрата магния от концентрации при различных давлениях представлена в таблице (в числителе - прокаливании, в знаменателе - трилометрический).

Давление, кПа (мм рт. ст.)	Массовая доля $Mg(NO_3)_2$, %				
	68.5 67,2	75.0 73,2	76.0 74,4	78.5 77,0	81.0 79,0
19,2 (150)	120	143	145,5	156	166
26,3 (200)	130	149	153,5	163	174
32,9 (250)	136,7	155	160	169	180
39,5 (300)	142	160	166	174	185,5
46,1 (350)	146	165	170,5	178	189,5
52,7 (400)	150,0	169	174,5	182	193,5

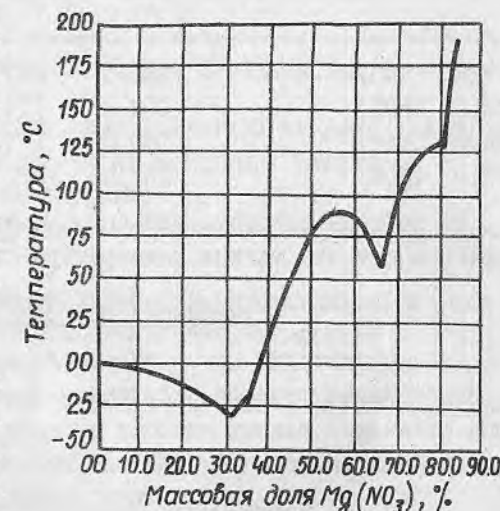


Рис. 7. Диаграмма кристаллизации водных растворов $Mg(NO_3)_2$

О к о н ч а н и е

Давление, кПа (мм рт.ст.)	Массовая доля $Mg(NO_3)_2$, %				
	68.5	75.0	76.0	78.5	81.0
	67,2	73,2	74,4	77,0	79,0
59,2 (450)	153,5	173	178,5	185,5	197,0
65,8 (500)	157	176	182	189,0	200,5
72,3 (550)	160,0	179	185	192,5	203,5
77,9 (600)	162,5	182	188	195,7	207,0

Из таблицы следует, что при повышении вакуума в системе упаривания нитрата магния температура кипения снижается.

Химически обессоленная вода

Для разбавления неконцентрированной азотной кислоты в узле приготовления свежего раствора нитрата магния, а также уплотнения сальников осевых насосов выпарок и центробежных насосов плава нитрата магния применяется химически обессоленная вода.

Пар насыщенный водяной

На стадиях концентрирования кислоты и регенерации плава в качестве греющего агента применяется насыщенный пар с избыточным давлением 1,7 МПа. Для отсоса инертных из системы упарки плава с помощью парового насоса используется пар с избыточным давлением 0,6...0,9 МПа.

Сжатый технологический воздух используется для отдувки оксидов азота из производственной азотной кислоты, а также при выгрузке порошкового магnezита из вагонов пневмотранспортом.

Охлаждающая промышленная вода

Охлаждающим агентом в холодильниках и конденсаторах является обратная вода, соответствующая следующим требованиям: содержание соли 1200 мг/л, взвешенных веществ - 30 мг/л, хлоридов - 350 мг/л, температура на входе не выше 28 °С.

Фильтрующие материалы

В качестве фильтрующего материала в узле приготовления и очистки раствора нитрата магния на фильтр-прессе используется фтор-16

лоновая ткань шириной 1050 мм и толщиной 0,24 мм (ОСТ 17.90-71).

Уплотнительным материалом между рамами фильтр-пресса служит хлопчатобумажный бельтинг шириной 850 мм (ГОСТ 332-69).

Глава V. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА

Процесс получения концентрированной азотной кислоты (КАК) с применением нитрата магния состоит из следующих стадий:

- концентрирование азотной кислоты;
- регенерация (концентрирование) отработанного раствора нитрата магния;
- очистка отходящих из стадии концентрирования кислоты нитрозных газов от паров азотной кислоты и оксидов азота;
- подготовка греющего пара;
- приготовление раствора нитрата магния для первоначального пуска и пополнения потерь.

Принципиальная схема производства КАК с агрегатами АКК-М-72

Технологическая схема производства с агрегатами малой единичной мощности (АКК-М-72) изображена на рис. 8.

Неконцентрированная азотная кислота (АК) через напорный бак I двумя потоками поступает в среднюю часть колонны концентрирования (зона высаливания). Водоотнимающая добавка, плава нитрата магния (ПНМ) с массовым содержанием 74...76 % $Mg(NO_3)_2$, также двумя потоками поступает в колонну 3 из бака 6 выше вводов неконцентрированной азотной кислоты.

Из тройной смеси $HNO_3-H_2O-Mg(NO_3)_2$ происходит выделение (высаливание) паров двойной смеси HNO_3-H_2O с содержанием HNO_3 85...90 %, которые подвергаются ректификации в верхней части колонны. Сконденсированная в конденсаторе 4 концентрированная азотная кислота возвращается в колонну 3 на отдувку оксидов азота. Часть ее, производственная кислота, после колонны охлаждается в холодильнике 2 и выдается на склад, другая же часть - флегма (Ф) - перетекает на нижележащие тарелки зоны ректификации. Остальная часть кислоты в колонне при повышенной температуре разлагается. Образовавшиеся при этом оксиды азота выводятся из

конденсатора 4 для очистки. Для снижения содержания оксидов азота в продукционной концентрированной азотной кислоте в зону отдувки колонны 3 подсасывается воздух. Нитрозные газы (НГ) из конденсатора 4 поступают в узел кислотной промывки (промыватели 21, 23, 25) и далее газодувкой 24 выдаются на утилизацию в производство неконцентрированной азотной кислоты с конверсией аммиака под атмосферным давлением или на установку обезвреживания. Промывка нитрозных газов в промывателях 23, 21, 25 осуществляется соответственно 50...60 %-ной, 20...25 %-ной и 5...10 %-ной HNO_3 . Подпитка циклов промывного раствора в промывателях выполняется конденсатом сокового пара из стадии регенерации нитрата магния. На нижних тарелках колонны концентрирования осуществляется денитрация отработанного плава нитрата магния путем продувки его соковым паром из кипятыльника 5 за счет предварительного упаривания плава. Отработанный после стадии концентрирования азотной кислоты раствор нитрата магния с массовым содержанием $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 66...69 % и HNO_3 до 0,6 % из куба колонны 3 перетекает в вакуум-испаритель 8. Из-за снижения его давления от 0,13 МПа в кубе колонны до 0,065 МПа в вакуум-испарителе 8 происходит вскипание раствора, дополнительная его денитрация и испарение влаги. Образующийся соковый пар с массовым содержанием HNO_3 15...20 % конденсируется в конденсаторе 13 и через приемный бак 31 возвращается в напорный бак I. Охлажденный в испарителе 8 раствор нитрата магния сливается в бак 7 и далее насосом 9 подается в выпарной аппарат 10.

Упаривание отработанного раствора нитрата магния осуществляется в выпарном аппарате с принудительной циркуляцией под остаточным давлением 0,026...0,034 МПа за счет тепла конденсации греющего насыщенного пара с давлением 1,5...1,7 МПа. Регенерированный раствор нитрата магния с массовым содержанием $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 74...76 % через приемный бак II насосом 12 и напорный бак 6 возвращается в колонну концентрирования 3.

Сокковый пар из выпарного аппарата 10 с массовым содержанием азотной кислоты 3...5 % поступает в колонну ректификации 14 и после промывки на тарелках верхней части pH его доводится до 1,0...0,5.

Очищенный соковый пар направляется в конденсатор воздушного охлаждения 16, после которого конденсат сокового пара через приемный бак 18 насосом 20 выдается на утилизацию в производство неконцентрированной азотной кислоты. Теплота в нижнюю часть колонны ректификации 14 подводится при упаривании кубовой азотной кислоты (КАН) в кипятыльнике 15 за счет теплоты конденсации вторичного пара давлением 0,6...0,8 МПа.

Неконцентрированная азотная кислота с массовым содержанием HNO_3 40...50 % из куба колонны 14 поступает на смешение кислот в бак 28, после которого насосом 29 возвращается в напорный бак I исходной неконцентрированной кислоты. Вакуум в системе регенерации отработанного раствора нитрата магния поддерживается водокольцевым вакуум-насосом 22 с выводом инертных газов в атмосферу.

Подпитка систем концентрирования кислоты и регенерации раствора нитрата магния осуществляется свежим раствором 30...40 %-ного $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ из установки приготовления, схема которой приведена на рис. 9.

При необходимости отработанный раствор нитрата магния отдельными порциями очищается от продуктов коррозии оборудования и трубопроводов. Предварительно плав разбавляется конденсатом сокового пара в сборнике 16.

Теплота разбавления раствора нитрата магния снимается промышленной водой в холодильнике 13 за счет циркуляции разбавленного раствора насосом 14 по циклу: сборник 16 - насос 14 - холодильник 13 - сборник. Разбавленный раствор направляется в реактор 4 или в хранилища склада. Раствор в реакторе 4 очищается дозировкой питателем 6 порошковым магнезитом из бункера 5 с доведением в конце операции pH раствора до 6,3...6,5. Для интенсификации гидролиза нитратов железа, алюминия и других щелочноземельных металлов в слабощелочной среде раствора последний нагревается до 100...110 °C путем подачи в теплообменник 15 вторичного острого пара давлением 0,6...0,8 МПа. Продукты гидролиза нитратов металлов, а также нерастворимые механические примеси порошкового магнезита из раствора, находящегося в реакторе 4, отделяются на фильтр-прессе II после охлаждения промышленной водой порции очищенного раствора до температуры 50...60 °C в теплообменнике 8. Отфильтрованный после очистки раствор нитрата магния возвращается в системы агрегатов концентрирования кисло-

ты или в емкости очищенного раствора. Перед приготовлением порции свежего раствора из азотной кислоты и порошкового магnezита в реактор 4 установки приготовления подаются конденсат сокового пара (химически очищенная вода) и исходная неконцентрированная азотная кислота с доведением в смеси массовой доли HNO_3 28 ... 32 %. Сохраняя циркуляцию раствора кислоты по контуру: реактор 4 - насос 7 - теплообменник 8 - реактор 4, питателем 6 производится дозировка магnezита. Теплота растворения отводится в теплообменнике 8 промышленной водой.

Когда кислотность раствора достигает слабокислой среды (рН 6,3...6,5) и массового содержания нитрата магния 30...40 %, выполняется очистка свежеприготовленного раствора от примесей железа, алюминия, щелочноземельных металлов, поступивших с магnezитом. Последовательность и режим операций очистки свежего раствора идентичны операциям очистки загрязненного в системах раствора, рассмотренных выше.

В процессе получения нитрата магния происходит частичное разложение кислоты. Для отсоса продуктов разложения кислоты реактор 4 находится под незначительным разрежением газодувки основного производства. Для повышения полноты растворения магnezита в кислоте в период окончания операции очистки раствора в нижнюю часть реактора 4 подводится сжатый воздух.

Порошковый магnezит хранится в бункере 5. Бункер 5 загружается порошковым магnezитом из железнодорожных вагонов осуществляется пневмотранспортом с помощью разгрузчика цемента I, осадительной камеры с винтовым насосом и камерой аэрации порошка 2. Узел разгрузки магnezита в установке приготовления оснащен дополнительной системой пневмовыгрузки магnezита из железнодорожных пневмоцистерн, предназначенных для перевозки цемента или соды. Из-за ограниченной производительности колонны концентрирования 3, на один выпарной аппарат IO объединены поагрегатно несколько колонн 3, конденсаторов 4, кипятильников 5, холодильников 2, вакуум-испарителей 8 и конденсаторов I3.

Остальные аппараты стадий регенерации нитрата магния, промывки нитрозного газа, подготовки пара, а также напорный бак I исходной азотной кислоты - общецеховые. Разбивка схемы по выпаркам на нитки производства выполнена только по плаву, исходя из которой бак отработанного плава 7 с насосом 9, бак упаренного

плава II с насосом I2 и напорный бак плава 6 относятся к общецеховым.

Принципиальная схема производства КАК с агрегатами АКК-М-80

Применение новых конструкционных материалов (высококремнистая нержавеющая сталь, сплав титана ВТИ-0, фторопласт-4, ниобий) позволило отказаться от традиционных конструкций колонн концентрирования кислоты (ферросилиций) и создать колонны концентрирования укрупненной единичной мощности. Это позволило упростить и усовершенствовать схему агрегата и обеспечить автономность технологической цепочки, исключаящей воздействие режима одной нитки на другую.

Технологическая схема производства с агрегатами укрупненной мощности (АКК-М-80) изображена на рис. IO. Неконцентрированная азотная кислота (КАН) через напорный бак I поступает в среднюю часть колонны концентрирования 4. Водоотнимающая добавка - раствор нитрата магния с массовым содержанием $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 74...76 % - поступает в эту же зону колонны выше ввода кислоты из напорного бака 7.

Из тройной смеси $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O-Mg}(\text{NO}_3)_2$ в колонне 4 происходит высаливание паров двойной смеси $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}$ с массовым содержанием HNO_3 80...90 %, которые поступают в зону ректификации верхней части колонны. Концентрированная азотная кислота после конденсатора 6 возвращается в колонну 4 на отдувку оксидов азота. Часть этой кислоты - производственная кислота - после колонны 4 поступает в холодильник 2 и выдается на склад, другая же часть - флегма - с отдувочной тарелки перетекает на нижележащие тарелки зоны ректификации. Образовавшиеся при разложении кислоты оксиды азота выводятся из конденсатора 6 на очистку. Для снижения содержания оксидов азота в отдуваемой производственной кислоте в зону отдувки колонны 4 подается воздух.

Нитрозные газы из конденсатора 6 поступают в узел кислотной промывки (промыватели 20, 24) и далее газодувкой 25 подаются в производство неконцентрированной азотной кислоты или на установку обезвреживания. Нитрозные газы промываются разбавленными растворами азотной кислоты с массовым содержанием HNO_3 соответственно 50...60, 20...30, 5...10 %. Подпитка промывателя выполняется

конденсатом сокового пара из стадии регенерации нитрата магния. Денитрация отработанного раствора нитрата магния после зоны смешения осуществляется на нижних тарелках колонны 4 путем продувки его соковым паром из кипятильника 3 за счет предварительного упаривания нитрата магния. Отработанный после стадии концентрирования раствор нитрата магния с массовым содержанием $Mg(NO_3)_2$ 66...69 % и HNO_3 - до 0,6 % из сепарационной части колонны 4 перетекает в выпарной аппарат 9. Регенерированный раствор нитрата магния с массовым содержанием $Mg(NO_3)_2$ 74...76 % из выпарного аппарата через сборник 8 насосом 5 подается в напорный бак 7 и далее в колонну концентрирования. Упаривание отработанного раствора нитрата магния осуществляется в выпарном аппарате с принудительной циркуляцией при остаточном давлении 0,026...0,034 МПа за счет теплоты конденсации греющего пара с давлением 1,6...1,8 МПа.

Соковый пар из выпарного аппарата 9 с массовым содержанием азотной кислоты до 5 % поступает в колонну ректификации 10, где после промывки на тарелках верхней части кислотность его доводится до pH 1,0...0,5. Очищенный соковый пар направляется в конденсатор 12, после которого конденсат сокового пара через сборник 13 насосом 14 выдается на утилизацию в производство неконцентрированной азотной кислоты, а также на питание колонны 10 в качестве флегмы и на подпитку системы стадии промывки газа. Подвод теплоты в нижней части колонны ректификации 10 производится упариванием кубовой азотной кислоты в кипятильнике 11 за счет теплоты конденсации вторичного пара давлением 0,6...0,9 МПа.

Неконцентрированная (50 %-ная) азотная кислота из куба колонны 10 поступает на смешение кислот в сборник 23, после которого насосом 22 в смеси с кислотой из стадии очистки газов возвращается в напорный бак 1 исходной неконцентрированной кислоты.

Инерты и несконденсированный пар из системы регенерации раствора нитрата магния отсасывается паровжелекционным вакуум-насосом 17 с выводом инертных в атмосферу.

В качестве эжектирующей среды в вакуум-насосе 17 используется насыщенный пар с давлением 0,8...1,0 МПа. Конденсат пара после вакуум-насоса 17 сливается в приемный бак 12.

Подпитка систем концентрирования кислоты и регенерации плава нитрата магния осуществляется свежим раствором с массовым содержанием $Mg(NO_3)_2$ 30...40 % из установки приготовления через выпарной аппарат 9 или сборник 8.

Вывод отработанного нитрата магния (порционно) на очистку от продуктов коррозии оборудования и трубопроводов, а также от примесей, содержащихся в исходном сырье, осуществляется насосом 5 с предварительным разбавлением плава конденсатом сокового пара в сборнике 8.

Работа узла разбавления плава в производстве с укрупненными агрегатами (АКК-М-80) идентична работе такого узла в производстве с агрегатами малой единичной мощности (АКК-М-72). Идентичен процесс приготовления свежего раствора из порошкового магnezита и очистки загрязненного раствора гидролитическим методом с избытком магnezита в слабокислой среде.

Глава VI. ОСНОВНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ АППАРАТОВ И ТРУБОПРОВОДОВ

Основное оборудование для концентрирования азотной кислоты

Колонна концентрирования (рис. II) предназначена для концентрирования азотной кислоты в агрегатах АКК-М-80. Представляет собой вертикальный тарельчато-насадочный цилиндрический аппарат.

Нижняя часть колонны изготовлена из сплава титана ВТИ-0 и предназначена для денитрации отработанного плава на колпачковых тарелках типа ТСКР.

В верхней части колонны, изготовленной из стали ЭП-794, ниобия, фторопласта-4 и фарфора, происходят ректификация паров азотной кислоты и отдувка из производственной азотной кислоты оксидов азота.

Для контроля режима в обечайке колонны предусмотрены вспомогательные штуцера для:

- замера температуры и давления;
- замера уровней в делителе флегмы и кубе колонны;
- отбора проб.

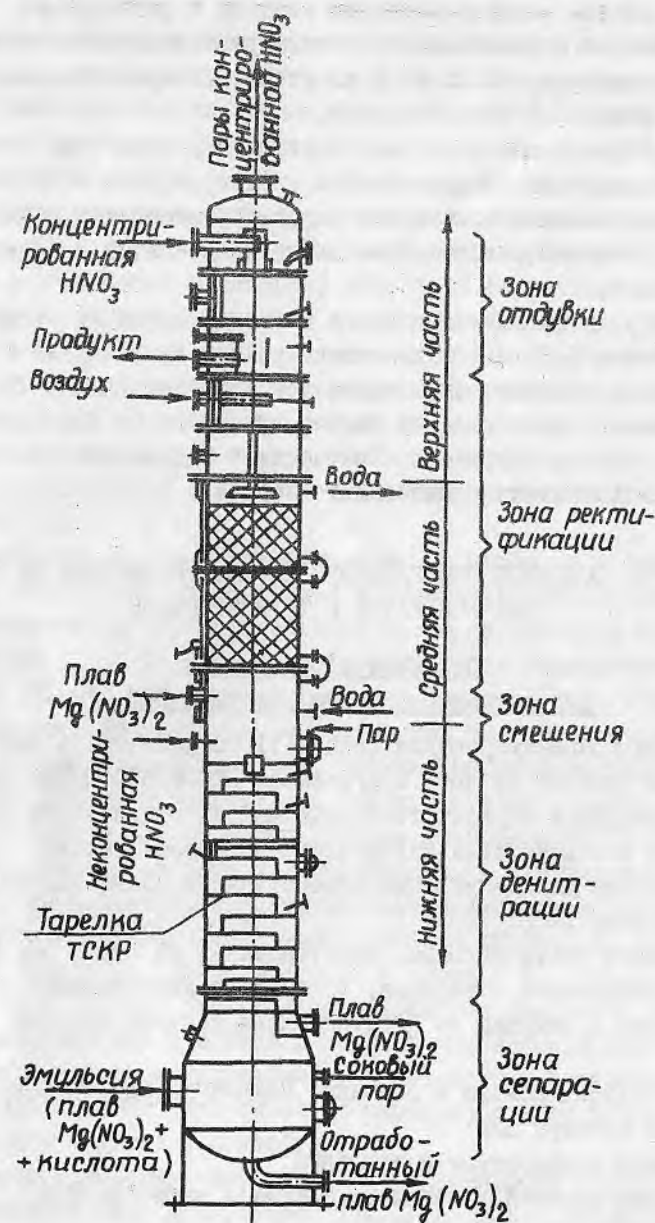


Рис. II. Колонна концентрирования

Колонна ректификации сокового пара (рис. I2) предназначена для разгонки сокового пара после выпарного аппарата. Представляет собой ступенчатый цилиндрический аппарат, выполненный из титана ВТИ-0 и состоящий из двух частей: исчерывающей (нижней) и укрепляющей (верхней) с колпачковыми тарелками типа ТСКР. Колонна снабжена выносным кипятыльником, обогреваемым вторичным паром.

Для контроля работы колонны ректификации предусмотрены вспомогательные штуцера для:

- замера давления (вакуума);
- замера температуры на характерных тарелках;
- отбора проб.

Выпарной аппарат (рис. I3) предназначен для концентрирования отработанного раствора нитрата магния. Представляет собой аппарат с принудительной циркуляцией, вынесенной греющей камерой 5 и зоной кипения с тангенциальным вводом трубы вскипания 4 в сепаратор 2.

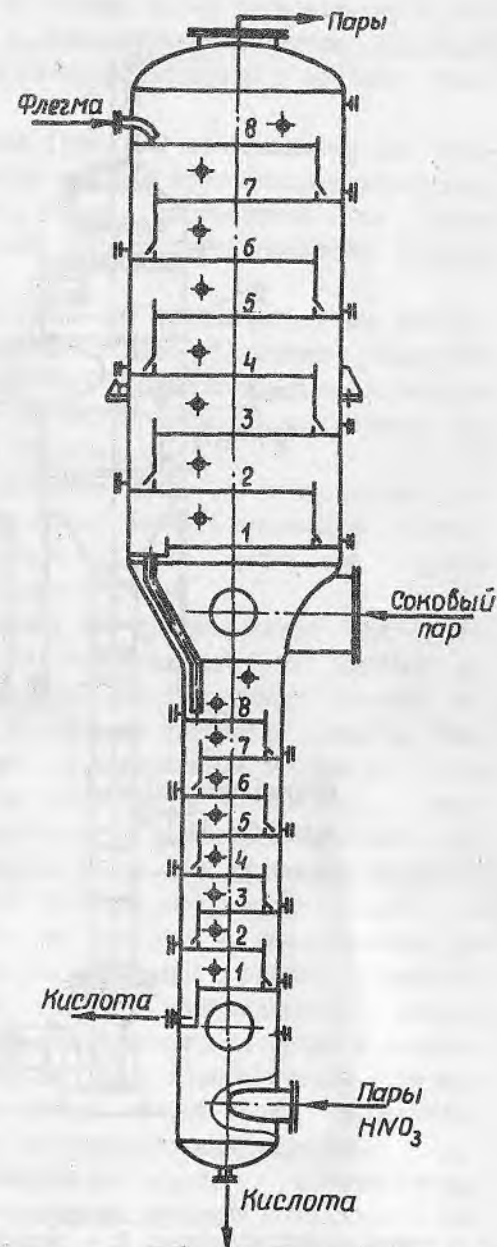


Рис. I2. Колонна ректификации сокового пара:
I-8 - колпачковые тарелки

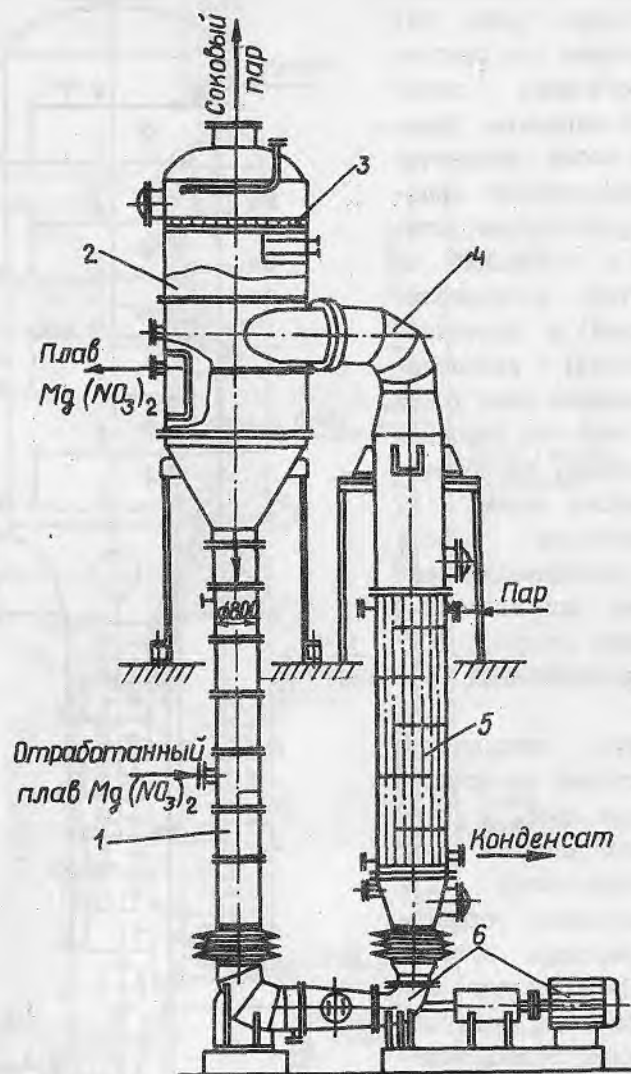


Рис. 13. Аппарат выпарной:

1 - труба циркуляционная; 2 - сепаратор; 3 - отбойник жалюзийный;
4 - труба вскипания; 5 - камера греющая; 6 - насос осевой циркуляционный

Выпарной аппарат изготовлен из титана ВТИ-0 за исключением осевого циркуляционного насоса 6, выполненного из стали 12Х18Н10Т. На ряде предприятий работают выпарные аппараты с соосной греющей камерой.

Промыватель нитрозных газов (рис. 14) предназначен для очистки нитрозных газов от оксидов азота и представляет собой вертикальный цилиндрический аппарат, выполненный из стали 08Х18Г8Н2Т, с тремя насадочными ступенями, заполненными керамическими кольцами Рашига.

Конденсатор паров кислоты (рис. 15) предназначен для конденсации и охлаждения концентрированной азотной кислоты оборотной водой, проходящей по трубному пучку конденсатора, в агрегатах АКК-М-80. Представляет собой кожухотрубчатый теплообменник, выполненный из стали 02Х8Н22С6 (ЭП-794).

Емкость для растворения магнезита (рис. 16) представляет собой цилиндрический аппарат с плоской верхней крышкой и коническим дном, выполненный из стали 03Х18Н11. Коническое дно предусмотрено для удобства выгрузки шлама.

Колонна концентрирования (рис. 17) предназначена для концентрирования азотной кислоты в агрегатах АКК-М-72. Состоит из 28 тарелок-царг с барботажными лучевыми колпаками, отлитых из ферросилида, и установленных на опорное титановое днище 6. Каждая царга состоит из диафрагмы 1 с центральным отверстием для прохода паров, прикрытой сверху барботажным колпаком 3, края (зубцы) которого опущены в жидкость. Пары кислоты проходят через горловину тарелки, барботируя через слой жидкости, и поступают на следующую тарелку. Для перетока жидкости с тарелки в диафрагмах царг имеются переливные патрубки 4, расположенные поочередно с противоположных сторон от центра тарелки. Благодаря этим патрубкам на тарелках создается слой жидкости, высота которого определяется положением переливного патрубка 4 относительно края колпака. Для создания гидрозатвора (чтобы пары проходили только под барботажный колпак) второй конец переливного патрубка опущен в жидкость на нижеследующей тарелке.

Нижнее титановое днище одновременно служит промежуточным сборником отработанного нитрата магния, который отводится в кипятильник плава.

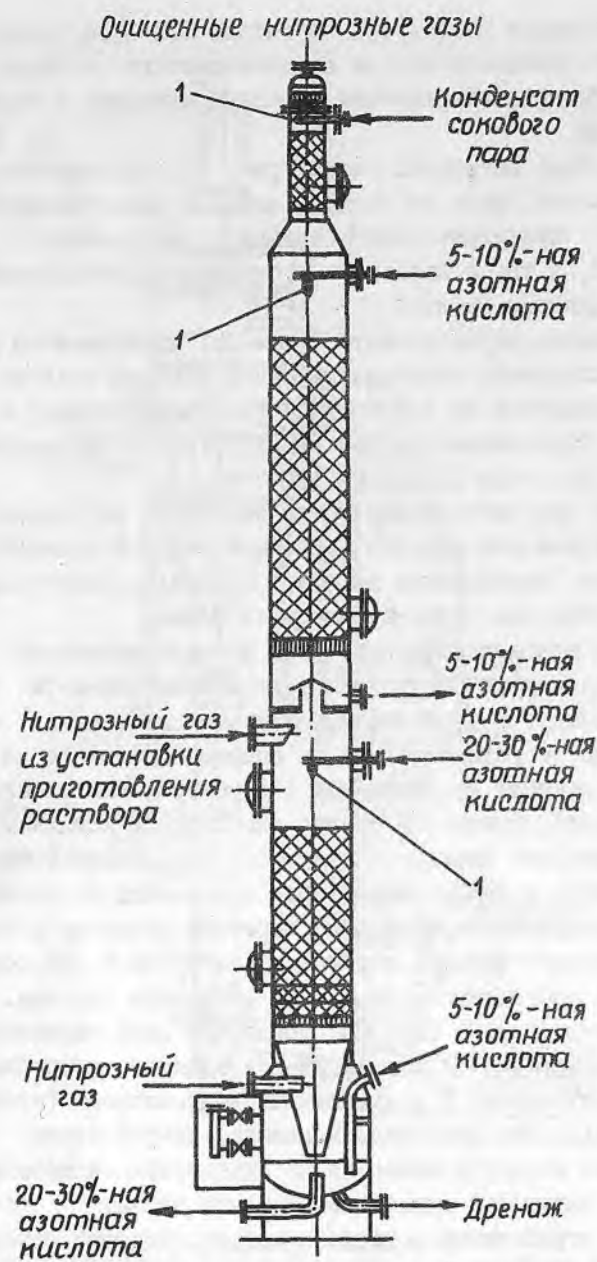


Рис. 14. Промыватель нитрозных газов:
I - форсунка

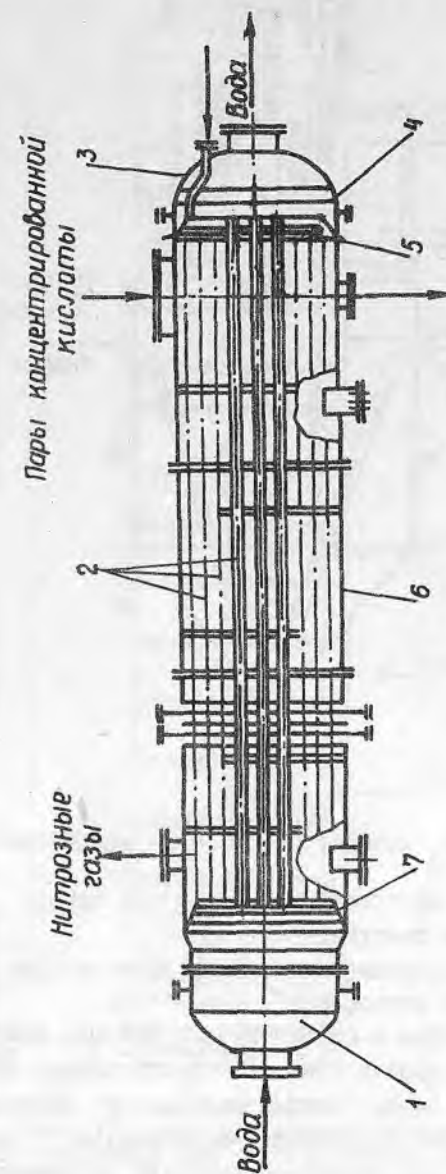


Рис. 15. Конденсатор паров кислоты:
1, 3 - крышки конденсатора; 2 - трубный пучок; 4, 7 - трубная доска; 5 - защитный экран; 6 - корпус конденсатора

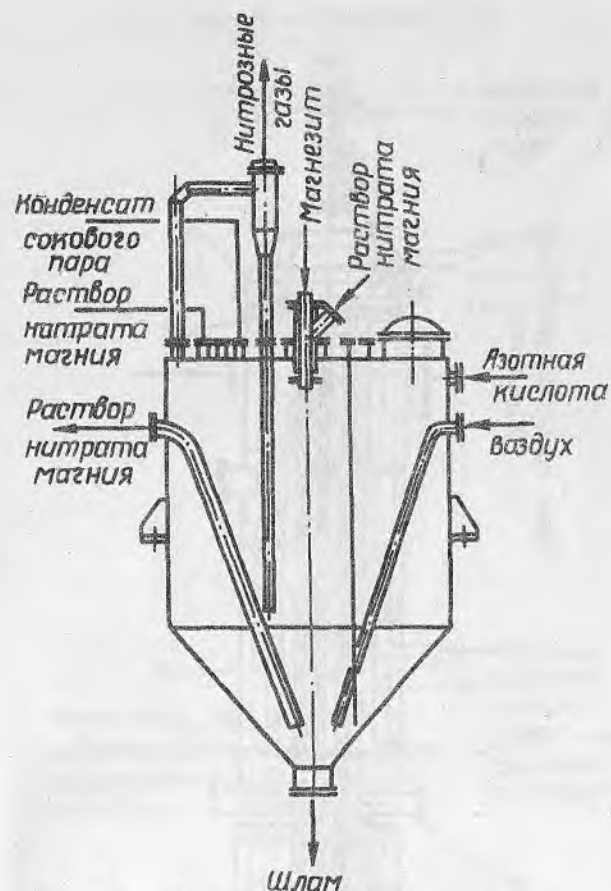


Рис. 16. Аппарат растворения магнезита

В крышке колонны расположены штуцера для замера температуры выходящих паров и вакуума.

Царги оснащены штуцерами для замера температуры. Остальные царги отливаются без штуцеров.

Все царги собираются и стягиваются с помощью длинных шпилек.

Холодильник-конденсатор (рис. 18) предназначен для конденсации и охлаждения паров концентрированной азотной кислоты в агрегатах АКК-М-72. Холодильник-конденсатор оросительного типа состоит из 10 горизонтальных и 12 вертикальных рядов ферросилидовых труб 3 (с общим количеством 120 шт.) внутренним диаметром 100 мм и длиной 2000 мм.

30

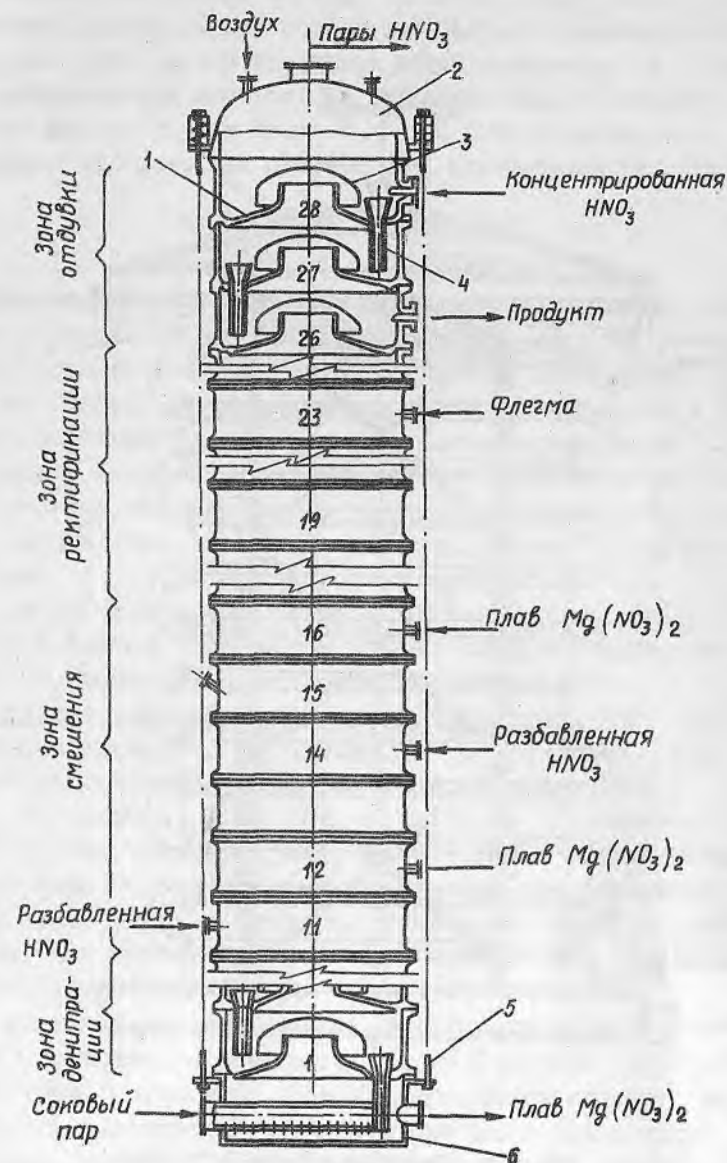


Рис. 17. Колонна концентрирования:
1 - тарелка с отверстием для прохода паров; 2 - крышка из ферросилида; 3 - барботажный колпак; 4 - переливной патрубок; 5 - стягивающая шпилька; 6 - титановое днище; 1...28 - номера тарелок-царг

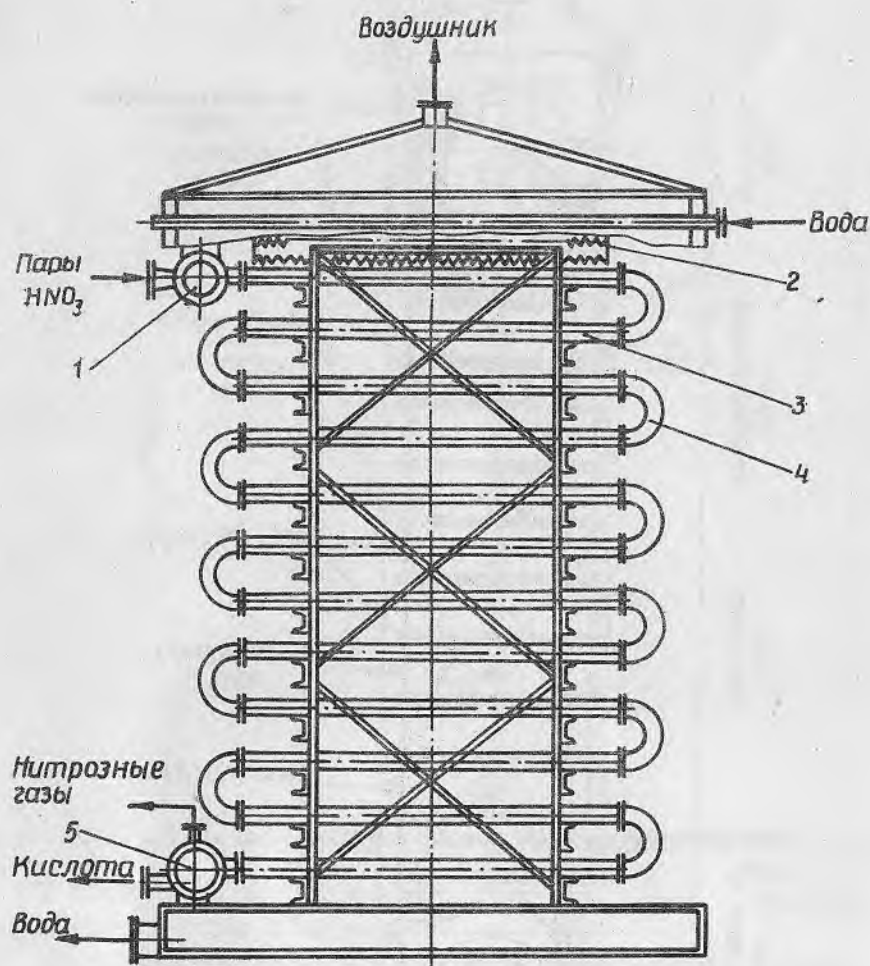


Рис. 18. Холодильник-конденсатор:
1, 5 - коллекторы; 2 - распределительный лоток; 3 - трубы из ферросилида; 4 - колена из ферросилида

Трубы охлаждаются водой, которая подается сверху через распределительные желоба 2. Для нормальной работы холодильника-конденсатора все трубы должны орошаться водой равномерно и поверхность полностью смачиваться. Во избежание подсоса воздуха фланцевые соединения труб и калачей должны быть герметичными, так как аппарат работает под разрежением, создаваемым газодувкой.

Конструкционные материалы для аппаратов и трубопроводов

Вследствие высокой агрессивности концентрированной азотной кислоты и нитрата магния с примесью азотной кислоты практически все оборудование и трубопроводы должны быть изготовлены из нержавеющей сталей. Для изготовления некоторых аппаратов и трубопроводов используется только титан. Находят применение также ферросилид и алюминий. Из углеродистой стали в производстве концентрированной азотной кислоты могут изготавливаться только сборники и холодильники парового конденсата, водяные и паровые коммуникации.

При выборе материалов помимо чисто коррозионностойких свойств металлов и сплавов учитываются и такие их особенности, как свариваемость, хрупкость, механическая прочность и т.д.

Аустенитные хромоникелевые нержавеющие стали. Для изготовления технологического оборудования и трубопроводов, в которых массовое содержание азотной кислоты не превышает 50 % и температура не более 40...50 °C, в основном применяются: сталь 12Х18Н10Т (теплообменники, сборники растворов нитрата магния, напорные баки плава нитрата магния, сокопроводы, центробежные насосы) и сталь 03Х18Н11 (аппараты растворения магнезита, сборники плава нитрата магния, дренажные баки плава). Эти стали прочно свариваются различными видами сварки.

Для изготовления оборудования, устойчивого в среде азотной кислоты с массовым содержанием более 75 %, освоена сталь 02Х18Н20С6. Из этой стали в агрегатах АКК-М-80 изготовлены колонны концентрирования и конденсаторы паров, которые ранее выполнялись из ферросилида, литье из которого обладает низкими механическими свойствами. Оборудование из этой стали изготавливается с полной термической обработкой элементов. Ремонт оборудования также осуществляется с применением специальных методов сварки.

Ферритно-аустенитные стали. Нержавеющие кислотостойкие стали 08Х22Н6Т и 08Х18Г8Н2Т обладают удовлетворительной стойкостью в среде азотной кислоты с массовым содержанием до 30 % при температуре до 50 °С. Из этих сталей изготавливаются напорные баки, конденсаторы сокового пара, сборники конденсата сокового пара, промыватель нитрозных газов, дренажные баки, трубопроводы.

Для изготовления аппаратов и трубопроводов, работающих в среде с массовым содержанием азотной кислоты выше 60 % при температуре до 50 °С, применяется двухфазная нержавеющая сталь 15Х18Н12С4ТЮ (ЭИ-654) с повышенным содержанием кремния 3,8...4,5 %. Применение этой стали ограничено вследствие отрицательного действия кремния при сварке. Из этой стали изготавливаются баки-мерники, насосы, трубопроводы, арматура.

Титан и его сплавы. В производстве концентрированной азотной кислоты из сплава титана ВТ1-0 изготовлены выпарные аппараты, колонны ректификации, кипятильники и нижние части колонн концентрирования.

Основными преимуществами титана перед другими металлами являются: коррозионная стойкость, малая плотность, хорошие механические свойства.

Титан стоек в 95 %-ной азотной кислоте, но практически используется в 90 %-ной азотной кислоте (остальное вода).

С повышением температуры прочностные свойства титана быстро снижаются, поэтому титан применяется для изготовления аппаратов и трубопроводов, работающих при температуре не выше 300 °С.

Алюминий и его сплавы. Алюминий является одним из наиболее легких конструкционных металлов и обладает высокой коррозионной стойкостью при пониженных температурах к действию азотной кислоты любой концентрации, благодаря наличию на его поверхности защитной оксидной пленки Al_2O_3 . Ценными технологическими свойствами алюминия являются его хорошая деформируемость и свариваемость.

В производствах концентрированной азотной кислоты для изготовления емкостей, цистерн, трубопроводов применяются алюминиевые сплавы марки А1, АД0 и А8 с содержанием алюминия 99,5...99,8 %. Алюминий и его сплавы не стойки в горячей азотной

кислоте, так как в этих условиях смывается защитная оксидная пленка.

Неметаллические материалы. В производстве концентрированной азотной кислоты для изготовления трубопроводов, уплотнительных соединений и облицовки колонн концентрирования выше зоны смешения кислоты с плавом из неметаллических материалов широко применяется фторопласт-4 и различные модификации на его основе.

Фторопласт-4 обладает высокими антикоррозионными и диэлектрическими свойствами, тепло- и морозостойкостью. Устойчив к действию всех кислот, негорюч.

Железокремнистые сплавы. Сплав железа и кремния с небольшим количеством марганца, фосфора, серы называют ферросилицием. Он устойчив к действию азотной и серной кислот при различной температуре вплоть до температуры кипения. Благодаря этому из ферросилиция (чугун ЧС-15) изготовлены колонны концентрирования и холодильники-конденсаторы в агрегатах АКК-М-72.

К недостаткам ферросилиция относятся: высокая твердость, затрудняющая обработку изделий, повышенная хрупкость и низкая термостойкость. Ферросилицидные детали главным образом изготавливают из литья. Сборка оборудования выполняется только на фланцах, так как материал нельзя сваривать.

Ниобий. Технически чистый ниобий практически абсолютно стоек в условиях данного производства. Применяется для изготовления наиболее ответственных элементов конструкций. Требуется специальных условий для сварки.

Механическая обработка изделий из необожженного ниобия удовлетворительная, отожженного — хорошая. Однако отжиг выполняется в специальных условиях дегазации и защитной среде. Отдельные изделия изготавливаются на заклепках из ниобиевого прутка.

Глава VII. АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА И КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА

В целях получения продукта, отвечающего требованиям ГОСТа, и обеспечения безопасного ведения процесса необходимо соблюдать технологический регламент.

Системы автоматического контроля и регулирования отдельных стадий процесса предназначены для поддержания оптимального ре-

жима работы агрегата и получения достоверной информации о ходе технологического процесса.

На стадии концентрирования регулируются расходы плава, слабой азотной кислоты, пара и воздуха. Каждый узел регулирования состоит из датчика, преобразующего измеряемую величину в пневматический сигнал, вторичного прибора (показывающего или записывающего), регулятора, обеспечивающего поддержание заданной величины технологического параметра, и исполнительного механизма — регулирующего клапана.

Датчиками расхода агрессивных сред могут быть дифманометры, выполненные из специальной, стойкой к данной среде стали, или дифманометры с повторителями давления.

Значения расходов регистрируются на щите контроля.

Температурный режим колонны концентрирования контролируется с помощью термомпар. Значения температур фиксируются на потенциометре.

Для обеспечения безопасного ведения процесса служат блокировки. Например, при падении вакуума верха колонны автоматически закрывается клапан на подаче слабой азотной кислоты, полностью открывается клапан на выводе продукционной кислоты.

Для оповещения о нарушениях нормального хода процесса на центральном пульте управления (ЦПУ) предусматривается система аварийно-предупредительной сигнализации (АПС) с помощью сигнальной аппаратуры, расположенной на мнемосхеме. Мнемосхема представляет собой графическое изображение принципиальной технологической схемы. С помощью мнемосхемы контролируется ход технологического процесса, а также выбираются действия в аварийных ситуациях, при пуске и остановке агрегата.

На стадии ректификации сокового пара автоматически регулируются расход флегмы в колонну с коррекцией по кислотности конденсата сокового пара и температура на нижней тарелке подачи пара в кипятильник.

Состав плава нитрата магния и кислоты контролируют автоматическими анализаторами и лабораторным методом.

Лабораторный отбор проб плава нитрата магния осуществляют с помощью специальных пробоотборников, отбор пробы кислоты производят в шкафах с дренажными и вытяжными линиями.

Анализ проводится в цеховой химической лаборатории.

Удельные нормы расхода сырья, материалов и энергоресурсов для схемы с крупнотоннажными агрегатами

Продукт	Расход на 1 т продукта (в пересчете на 100 %-ную HNO_3)
58 %-ная азотная кислота, т	1,013
Магнезит (в пересчете на MgO), кг	1,0
Пар ($P_{\text{изб}} = 1,7 \text{ МПа}$), ГДж (Гкал) 1,671	7,00
Вода производственная при 10°C , м^3	125
Воздух технологический сжатый, м^3	30
Электроэнергия, кВт·ч	27,3

Глава VIII. ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРОИЗВОДСТВА

В процессе работы сменный персонал обязан строго выдерживать нормы технологического режима; соблюдать чистоту на своих рабочих местах; содержать в исправном состоянии аппаратуру, контрольно-измерительные приборы и коммуникации; обеспечивать равномерное и бесперебойное поступление в производство сырья, греющего пара, охлаждающей воды, технологического воздуха, а также выдавать потребителям отходы производства.

Основные правила ведения процесса

В течение смены обслуживающий персонал обязан:

1. Осматривать аппаратуру и коммуникации, при обнаружении неисправностей ставить в известность начальника смены и принимать меры по устранению.

2. Контролировать температуру и вакуум в верхней части колонны, концентрацию продукционной кислоты и содержание в ней оксидов азота и прокаленного остатка и концентрацию отработанного плава нитрата магния после кипятильника и содержания в нем азотной кислоты. Этот показатель определяет расход пара в процессе упаривания плава и унос кислоты с соковым паром на ректификацию и, в конечном итоге, удельные расходы сырья, энергоресурсов и себестоимость продукции.

3. Следить за температурным режимом колонны концентрирования, за температурой и вакуумом в выпарном аппарате, за составом нитрозных газов после системы промывки с внесением соответствующих коррективов в работу узлов автоматического управления.

4. Своевременно записывать основные параметры процесса.

5. Соблюдать график отгрузки продукта.

Пуск и остановка производства

Пуск производства (см. рис. 10) осуществляется после:

- окончания монтажа оборудования и трубопроводов, проведения их обкатки на нейтральных средах;

- тщательного осмотра оборудования, трубопроводов, запорной и предохранительной арматуры, КИПиА;

- приема в каждый корпус пара, электроэнергии, сжатого технологического воздуха, воздуха КИПиА;

- проверки на герметичность аппаратов и трубопроводов пускаемого агрегата концентрированной азотной кислоты.

После подготовки производства к пуску в цех подается обратная и химически очищенная вода (в сборник парового конденсата и сборник конденсата сокового пара). Затем проверяется подача электроэнергии, сжатого воздуха, воздуха КИП в заводской сети, исправность КИПиА, срабатывание сигнализации, блокировок.

Магnezит подается в бункер аппарата растворения магnezита из железнодорожного вагона или пневмоцистерны, слабая азотная кислота - в напорный бак.

Заполнение системы агрегатов плавом начинается с опережающего пуска установки приготовления 30...40 %-ного раствора нитрата магния в количестве, необходимом для заполнения коммуникаций и оборудования агрегатов отделения концентрирования (на один агрегат ~ за 15...20 дней).

Перед приготовлением раствора нитрата магния, когда отсутствует конденсат сокового пара, используется химически очищенная вода.

Перед пуском установки приготовления раствора нитрата магния включается в работу узел промывки нитрозных газов в следующей последовательности: насос - промыватель - сборник - насос - холодильник - (по мере накопления уровня в кубе колонны) насос - холодильник - газодувка.

Раствор готовится отдельными порциями, в аппарат растворения магnezита заливается необходимое количество химически очищенной воды и слабой азотной кислоты с последующей циркуляцией их. Во время циркуляции раствора в реактор загружается питателем необходимое по реакции количество магnezита.

Во время приготовления контролируется температура реакционной массы кислоты в аппарате растворения магnezита, проходимость линии отсоса нитрозных газов.

После окончания реакции раствор нитрата магния подвергается очистке от нерастворимых примесей на фильтр-прессе. Готовый раствор нитрата магния выдается через сборник плава для заполнения аппаратов и трубопроводов плава отделения концентрирования.

Включить в работу парожекционный вакуум-насос, подав в него охлаждающую воду и пар.

При пуске колонны агрегата АКК-М-72 на упаренном плаве нитрата магния с массовым содержанием $Mg(NO_3)_2$ 72...76 % необходимым предварительный разогрев колонны концентрирования до 90...100 °С путем пропускания технологического воздуха через кипятильник и вывода отработанного воздуха из колонны в атмосферу.

После пуска парожекторного насоса в работу включается узел приема и выдачи в сеть конденсата сокового пара 13, 14, а также узел приема кислоты из колонны ректификации сокового пара 23, 22, 21. Подается пар в греющую камеру выпарного аппарата 9 и инерты отсасываются из конденсаторов 12. По мере укрепления плава нитрата магния и понижения уровня в баке 8 осуществляется подпитка системы агрегата свежим раствором нитрата магния. После достижения нормальных уровней плава в баках 8 и 7 и доведения концентрации плава до нормативной заполняется напорный бак I слабой азотной кислотой из сети и насосом 22 подается кислота на орошение промывателя 20. Колонна 4 подключается к системе отсоса нитрозных газов. Греющий пар подается в кипятильник 3, обратная вода - в холодильники 6, 2 и сжатый воздух - в колонну 4.

Нестандартная кислота из холодильника 2 через коллектор сбрасывается в бак нестандартной кислоты. После уменьшения нагрузки колонны по плаву до 50...60 % от нормы в колонну 4 подается слабая азотная кислота в требуемом соотношении. Показатели работы колонны 4 приводятся в соответствие с нормами технологического режима. После достижения нагрузки колонны до проектной отби-

рается проба продукта на анализ. Готовый продукт после холодильника 2 выводится в коллектор продукционной кислоты.

Работа колонны переводится на автоматический режим:

- с подачей слабой азотной кислоты в колонну 4 и греющего пара в кипятильник 3 по расходу плава;
- с подачей флегмы на 17-ую тарелку.

Конденсат сокового пара (флегма) подается в колонну ректификации 10 из бака 13. Регулируется подача греющего пара в кипятильник 11. Работа колонны 10 выводится на нормальный температурный режим. Регулирование расхода пара в греющую камеру выпарного аппарата 9 по температурной депрессии переводится на автоматическое управление.

Остановка агрегатов концентрирования (поагрегатная). При остановке управление агрегатов концентрирования переводится на ручное регулирование, при этом блокировка аварийной подачи острого пара в среднюю часть колонны 4 остается включенной. Прекращаются:

- подача слабой азотной кислоты в колонны концентрирования 4;
- выдача продукционной кислоты в коллектор стандартной азотной кислоты с переводом вывода продукта в коллектор нестандартной кислоты;
- подача технологического воздуха в колонну 4 и отключается блокировка автоматической подачи острого пара в среднюю часть колонны;
- подача пара в кипятильник 3 и выпарной аппарат 9;
- подача плава нитрата магния в колонну концентрирования 4.

С целью исключения кристаллизации плава в системе подается конденсат сокового пара в линию плава нитрата магния из напорного бака 7, в колонну концентрирования 4 и, в случае необходимости, в выпарной аппарат 9. После достижения уровня разбавленного плава в сборнике 8 до 2000 мм приступают к выдаче раствора в хранилища установки приготовления раствора, где разбавляют его до массового содержания $Mg(NO_3)_2$ 30...40 %.

Прекращается подача пара в кипятильник 11 и флегмы в колонну 10. При достижении массового содержания нитрата магния в растворе в системе агрегата концентрирования 30...40 % прекращается подача конденсата сокового пара на разбавление плава и откачивается раствор из сборника 8, останавливается насос 5 и осе-

вой насос выпарного аппарата 9, отключается парожекционный вакуум-насос 17, раствор дренируется из аппаратов и трубопроводов в дренажный бак, затем откачивается на установку приготовления раствора нитрата магния.

Остановка общепехового оборудования. Для остановки узла очистки нитрозного газа от кислоты и оксидов азота прекращается прием слабой азотной кислоты в напорный бак 1, дренируется кислота из аппаратов и трубопроводов в дренажную емкость. Прекращается подача оборотной воды в холодильники и конденсаторы, а также в рубашки колонн концентрирования 4. Отключается от сети электрооборудование насосов, газодувок. Аппараты и коммуникации перед сдачей в ремонт пропариваются острым паром, продуваются воздухом; и устанавливаются заглушки согласно схеме установки заглушек и сдача систем в ремонт.

Правила пуска и остановки производства в зимнее время. При пуске агрегата в зимнее время необходимо принять дополнительные меры, обеспечивающие безопасные условия работы. Прием и подача пара в теплообменную аппаратуру производится с особой осторожностью, предварительно полностью отводится конденсат из подогреваемых участков. Прогрев линий и аппаратов ведется медленно, избегаются гидроудары и резкие температурные изменения. Прием химически обессоленной и оборотной воды производится в аппараты и коммуникации, предварительно прогретые до плюсовой температуры. В случае замерзания (кристаллизации) продукта трубопроводы разогревают острым паром, при этом обязательно отключают отогреваемый участок от действующей схемы.

При остановке отделения в зимнее время необходимо полностью сдренировать охлаждающую воду из холодильника 2 и конденсаторов 12 и 6. При освобождении системы концентрирования плава нитрата магния разбавляется до массового содержания $Mg(NO_3)_2$ 30...40 %. Линии раствора нитрата магния вне помещений продуваются сжатым технологическим воздухом.

Обслуживание насосов и газодувок

При эксплуатации насосов и газодувок необходимо контролировать показания контрольно-измерительных приборов (термометров, манометров, расходомеров, амперметров), их соответствие инструкциям заводов-изготовителей.

Нередко причиной выхода из строя центробежных насосов является кавитация — явление, происходящее в движущихся потоках, когда местное давление оказывается меньше давления насыщенного пара жидкости и растворенных в ней газов.

Внешним проявлением кавитации являются характерный шум (потрескивание) и вибрация. При сильно развитой кавитации треск переходит в глухие удары, а вибрация заметна даже визуально и передается на фундамент и трубопроводы. При этом наблюдаются снижение подачи, напора и потребляемой насосом мощности; происходит срыв подачи насоса.

Например, при постепенном открытии напорной задвижки подача сначала увеличивается, а затем вдруг резко падает до нуля. Это самая опасная ситуация, которая может привести к аварии насосного агрегата.

Возможными причинами появления кавитации в процессе обслуживания насоса могут быть:

- увеличение подачи насоса сверх нормы и повышение скорости вращения вала (в этом случае происходит увеличение скорости жидкости на входе в колесо и падение давления на всасывании);

- повышение сопротивления во всасывающей линии (в результате установки дополнительной арматуры, изменения формы и длины трубопроводов);

- снижение давления на входе в насос по технологическим причинам (снижение уровня в питающем насос аппарате);

- повышение температуры перекачиваемого продукта или увеличение содержания растворенных в нем газов.

Наряду с повышенным износом рабочих колес и деталей проточной части кавитация нередко приводит к разрушению подшипников, уплотнений и даже поломке вала под действием сильной вибрации.

Ниже приведены основные неисправности в работе насосной установки, их причины, способы устранения:

Неисправность	Причина	Метод устранения
Низкая производительность	Засорение подводящего трубопровода, рабочего колеса	Прочистить всасывающую линию, рабочие каналы колеса
	Образование воздушных мешков во вса-	Изменить конфигурацию трубопроводов

Неисправность	Причина	Метод устранения
Перегрузка двигателя	сывающем трубопроводе	
	Неисправности в системе регулирования напора	Проверить работу регулирующей арматуры
	Подача превышает номинальную	Прикрыть регулируемую арматуру на линии нагнетания
Неплотность концевых уплотнений	Неисправности в системе регулирования напора	Проверить арматуру на линии нагнетания, а также систему автоматики
	Износ контактных колец торцового уплотнения или набивки сальника	Заменить контактные кольца, подтянуть сальник или заменить набивку
	Разрушение вторичных уплотнений в торцовом уплотнении	Заменить разрушенные элементы
	Увеличение давления и температуры затворной жидкости, износ и разрушение уплотнительных элементов	Отрегулировать систему затворной жидкости, заменить разрушенные элементы
	Повышенная вибрация, биение ротора	Выяснить причину вибрации и устранить ее

П о д г о т о в к а н а с о с а к п у с к у

После окончания монтажа или ремонта насосного агрегата перед пуском необходимо:

- проверить исправность запорной арматуры и срабатывание защитных устройств;
- проверить наличие смазки подшипников;
- установить сальниковую набивку в сальниковую камеру уплотнения вала;

- убедиться в отсутствии касания неподвижных деталей насоса о подвижные, проворачивая ротор рукой или с помощью специального устройства;

- подготовить к пуску электродвигатель согласно инструкции по эксплуатации насоса;

- кратковременным пуском при вынутых пальцах муфты, проверить направление вращения двигателя (вращение ротора должно быть против часовой стрелки со стороны двигателя);

- установить щиток ограждения муфты.

П у с к н а с о с а

Пуск насоса производить в следующей последовательности:

- подать греющий агент в обогревающую камеру (в случае насосов с обогревом) и охлаждающую воду в рубашку охлаждения корпуса сальника и в камеру охлаждения кронштейна (при необходимости);

- подать затворную жидкость в сальниковое уплотнение;

- полностью открыть задвижку на всасывающем трубопроводе (пуск насоса при закрытой или не полностью открытой задвижке на всасе запрещается);

- проверить положение задвижки на напорном трубопроводе (она должна быть закрыта);

- включить двигатель насоса (категорически запрещается пуск не залитого перекачиваемой жидкостью насоса);

- открыть задвижку на нагнетательной линии насоса. Работа насоса при закрытой задвижке допускается в течение не более 2 мин.

О б с л у ж и в а н и е а г р е г а т а в о в р е м я р а б о т ы

С целью обеспечения надежности химического оборудования и поддержания его рабочих характеристик создана "Система технического обслуживания и ремонта оборудования предприятий Министерства по производству минеральных удобрений" (М.: НИИТЭХИМ, 1984), которая сочетает техобслуживание и планово-предупредительные ремонты (ППР).

Обслуживание насосов осуществляется эксплуатационным и обслуживающим персоналом. Оно включает в себя следующие виды работ: эксплуатационный уход, чистку, смазку, контроль состояния основных узлов с записью в журнале, мелкий ремонт (устранение

небольших дефектов, подтяжку креплений (регулировку, замену прокладок) и выполнение работ, отмеченных в сменном журнале.

К монтажу и эксплуатации насосов и газодувок допускаются только квалифицированные механики и слесари, которые изучили особенности конструкций насосов и имеют опыт их обслуживания и ремонта.

При установке и эксплуатации электрооборудования необходимо соблюдать требования ПУЭ.

Эксплуатация насосного или газодувного агрегата запрещается, если уровень вибрации превышает норму для данного типа насоса (газодувки).

Запрещается устранять какие-либо неполадки при работающем насосе (газодувке).

При нарушении герметичности стыков насос (газодувка) должен быть остановлен.

О с т а н о в к а н а с о с а

Остановку насоса следует производить в следующей последовательности:

- закрыть задвижку на нагнетательном трубопроводе;

- отключить двигатель;

- закрыть задвижку на всасывающем трубопроводе;

- отключить в соответствии со специальной инструкцией все трубы на входе в насос и выходе из него.

Перед разборкой насосного агрегата для ремонта необходимо полностью слить перекачиваемую жидкость и промыть его нейтральной жидкостью.

При подготовке газодувки к работе необходимо:

- проверить подачу и слив воды, охлаждающей масло подшипников;

- залить масло в масляные ванны;

- проверить, свободно ли проворачивается рукой ротор;

- проверить затяжку болтов соединений агрегата;

- проверить соответствие напряжения и частоты питающей сети указанным на табличке двигателя;

- проверить направление вращения двигателя при вынутых кольцах муфты.

Пуск газодувки осуществляется при полностью открытой задвижке на всасывании. Задвижкой на нагнетании устанавливается требуемый режим работы.

При повышении вибрации или сильном шуме машину остановить и установить причину неполадок.

Остановка газодувки производится в следующей последовательности:

- выключить электродвигатель;
- закрыть задвижки на нагнетании и всасе;
- прекратить подачу воды на охлаждение подшипников.

Основные неисправности в работе газодувки, их причины и способы устранения

Неисправность	Причина	Метод устранения
Недостаточное разрежение на всасе газодувки	Большая нагрузка по нитро-розному газу	Уменьшить подсос воздуха из атмосферы или снизить нагрузку по нитро-розному газу путем уменьшения подачи сжатого воздуха (подсоса из атмосферы) в колонну 4
	Завышено сопротивление системы в производстве неконцентрированной азотной кислоты	Выяснить причины, устранить
Повышенная вибрация газодувки или двигателя к ней	Несоосность валов машины и двигателя	Отцентрировать валы
	Разбалансирован ротор	Произвести динамическую балансировку ротора
	Недостаточно затянуты болты, крепящие корпус машины и двигателя к плите на крышках и корпусах подшипников	Затянуть гайки
Стук в подшипнике газодувки	Повреждение подшипника	Перевести работу производства на резервную газодувку, заменить подшипник

Возможные неполадки, их причины и способы устранения (см. рис. 10)

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
1. Приготовление 30...40 %-ного раствора нитрата магния		
1.1. Сильное вспенивание и выброс газов в атмосферу из аппарата растворения магнезита 4 при растворении магнезита	Большое газоразделение из-за передозировки магнезита Отсутствие вакуума	Уменьшить подачу магнезита Проверить вакуум на всасе газодувки 25 в отделении концентрирования и положение штока вентилей на линии отсоса нитро-розовых газов (открыт или закрыт). При необходимости включить резервную газодувку
1.2. Прекращение перемешивания раствора в аппарате 4 (падение давления на линии нагнетания насоса 7)	Забивка шламом линии всаса Неисправность насоса	Остановить насос и прочистить линию Ликвидировать неисправность
2. Концентрирование азотной кислоты		
2.1. Понижение температуры в нижней (дентитрационной)	Недостаточен подвод теплоты в колонну с соковым паром	Увеличить подачу пара в межтрубное пространство кипятильника 3

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
части колонны 4 (тарелки I, 14)	Неисправен регулирующий клапан на линии подачи пара в кипятильник 3 Завышен расход флегмы	Перевести клапан на ручное управление, устранить неисправность Увеличить отвод продукционной кислоты См. п. 2.1
2.2. Повышение содержания азотной кислоты в отработанном плаве нитрата магния после колонны 4	См. п. 2.1 Нарушено соотношение (по МНГ) плава: кислота, подаваемых в колонну 4 Большой расход флегмы	Отрегулировать соотношение
2.3. Снижение концентрации продукционной кислоты с агрегата	Недостаточная подача плава нитрата магния Недостаточная подача флегмы Завышенный подвод теплоты в колонну с соевым паром из кипятильника 3 Пропуск воды в холодильники продукционной кислоты 2 или в конденсатор 6	Проверить клапан на подачу продукционной кислоты, при необходимости исправить Увеличить подачу плава нитрата магния Уменьшить вывод продукционной кислоты на склад Уменьшить подачу греющего пара в кипятильник 3 Остановить колонну, испытать аппараты на герметичность, ликвидировать пропуски

2.4. Увеличение содержания оксидов азота в продукционной кислоте	Недостаточное количество воздуха, подаваемого на отдушку оксидов азота Переохлаждение кислоты в холодильнике-конденсаторе 6 Неудовлетворительная работа газодувки 25 Подсос воздуха через неплотности в оборудовании и коммуникациях Перегрузка колонны 4	Увеличить количество подаваемого в колонну воздуха Уменьшить подачу воды в конденсатор-холодильник 6 Перейти на резервную газодувку Обнаружить и устранить подсос, при необходимости остановить колонну Уменьшить подачу кислоты и плава в колонну Увеличить подачу воды в конденсатор (или сбросить накопившиеся в воде инертны из конденсатора, определиться в необходимости чистки труб)
2.5. Падение вакуума вверху колонны 4	Повышение уровня кислоты в кубе колонны 24 выше допустимого Большая нагрузка на колонну по кислоте Большое сопротивление насадке колонны 4 Перепополнение колонны жидкостью из-за кристаллизации	Понизить уровень кислоты в колонне 24 Уменьшить нагрузку Остановить колонну, заменить насадку Остановить колонну, устранить пробки
2.6. Увеличение давления в кубе колонны	Недостаточное охлаждение сконденсированной кислоты в конденсаторе 6	Уменьшить подачу кислоты и плава в колонну Увеличить подачу воды в конденсатор (или сбросить накопившиеся в воде инертны из конденсатора, определиться в необходимости чистки труб)

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
2.7. Уменьшение количества продукционной кислоты по сравнению с вводимым сырьем	плава на линии выхода плава из колонны в кипятильник (снижение уровня в баке 8) Падение вакуума вверху колонны	См. п. 2.5
2.8. Прекращение подачи плава в колонну	Завышена температура нитрозных газов Завышен расход воздуха в колонну Неисправен ротаметр	Понизить температуру циркуляционной кислоты Снизить расход воздуха в колонну Остановить колонну, исправить ротаметр Продуть коллектор паром Наладить обогрев
2.9. Понижение температуры на 14-й тарелке колонны 4	Закристаллизовался плав в вентиле или трубе Снизился уровень в напорном баке Неисправные клапаны	Прекратить подачу в колонну 4 слабой азотной кислоты, включить резервный насос 5 Остановить колонну, исправить клапаны Проверить исправность клапана на выдаче продукционной кислоты из агрегата

ной кислоты из верхней части колонны)

Снижена подача сокового пара из кипятильника 3
Проверить (при необходимости увеличить) давление греющего пара в кипятильнике 3

2.10. Повышение температуры на 17-й тарелке колонны 4
Занижено соотношение плава : кислоты

Избыток сокового пара, вводимого в колонну
Неисправен клапан на выдаче продукционной кислоты из агрегата
Уменьшить подачу свежего пара в кипятильник
Остановить колонну, исправить клапан

2.11. Понижение температуры на 17-й тарелке колонны 4
Неисправен регулирующий клапан на выдаче продукционной кислоты из агрегата

Завышено соотношение плава : кислоты
Отрегулировать соотношение плава : кислоты

3. Концентрирование отработанного плава нитрата магния и ректификации сокового пара

3.1. Понижение концентрации готового плава нитрата магния (после напорного бака 7)
Недостаточное количество теплоты для выпаривания
Увеличить подачу греющего пара в межтрубное пространство выпарного аппарата 9
Поднять вакуум в системе (см. п. 3.2)

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
3.2. Падение вакуума в выпарном аппарате	Разбавление плава греющим паром из межтрубного пространства выпарного аппарата в результате появления пропусков в трубах Выход из строя циркуляционного насоса Вакуум-насос не создает достаточного разрежения (см. п. 3.3) Подсос воздуха через неплотности в выпарном аппарате 9, ректификационной колонне 10, 12 и связывающих коммуникациях Недостаточное давление рабочего пара	Остановить выпарной аппарат, ликвидировать неплотности Остановить аппарат, отремонтировать насос Наладить работу вакуум-насоса (см. п. 3.3) Ликвидировать неплотности
3.3. Пароэжекторный вакуум-насос 17 не создает достаточного разрежения	Высокая температура инертов после конденсаторов 12 Недостаточная подача воды в конденсаторы	Отрегулировать степень открывания паровых вентилей Продуть паропроводы, проверить манометры Увеличить подачу охлаждающей воды в конденсаторы 12 Увеличить подачу воды в конденсаторы

Засорение сопел эжекторов	Остановить агрегат, отсоединить паровые тройники и проверить чистоту сопел. Прочистить сопла медной или алюминиевой проволокой
Высокая температура охлаждающей воды Износ сопел	Принять меры к понижению температуры оборотной воды в ВОЦ Остановить агрегат, вынуть, осмотреть и обмерить сопла. Заменить изношенные сопла
Засорение или сильный износ диффузоров	Демонтировать диффузоры и проверить их размеры и вид внутренней поверхности Заменить изношенные диффузоры
Попадание парового конденсата из паропровода в сопла	Продуть паропроводы. Проверить состояние теплоизоляции паропроводов
Неполная конденсация пара в конденсаторах Нарушена очередность пуска сопел	Увеличить расход охлаждающей воды в конденсаторы Остановить вакуум-насос и повторить пуск
Не поджата набивка Износилась набивка	Поджать набивку Заменить набивку
Нарушена герметичность уплотнения между подвижным корпусом и корпусом уплотнения	Заменить второпластовые кольца
3.4. Пульсация остаточного давления перед пароэжекторным вакуум-насосом	
3.5. Сильная течь воды из корпуса уплотнения осевого насоса выпарного аппарата	

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
3.6. Дымит сальниковая набивка осевого насоса	Сильное поджатие набивки Кольцо сальника смещено от отверстия подачи охлаждающей воды Давление воды, подаваемой для охлаждения набивки, ниже нормы	Обеспечить умеренное поджатие набивки Установить кольцо сальника строго против отверстия подачи воды
3.7. Усиленный шум и вибрация насоса выпарного аппарата 9	Разбалансировался ротор Износ подшипников или заедание вращающихся частей	Установить требуемое давление воды для охлаждения набивки (заменить манометр) Проверить балансировку ротора Заменить подшипники или устранить заедание
3.8. Понижение температуры в нижней части колонны 10	Недостаточен подвод теплоты в колонну Неисправен регулирующий клапан на линии подачи пара в кипятильник II	Увеличить подачу пара в межтрубное пространство кипятильника II Перевести клапан на ручное управление, устранить неисправность
3.9. Повышенное содержание азотной кислоты в конденсате сокового пара после конденсаторов 12	Недостаточное количество флегмы на орошение колонны 10 Завышено содержание кислоты в плаве после колонны 4	Увеличить подачу флегмы в колонну 10 и греющего пара в кипятильник II Проверить режим работы колонны 4 (см. пп. 2.1, 2.2) Разгрузить агрегат на 20...30 %

3.10. Низкая концентрация азотной кислоты, поступающей из куба колонны 10	Повышенный расход флегмы Недостаточное количество сокового пара из кипятильника II	При необходимости остановить агрегат, прекратив подачу кислоты и плава в колонну 4, проверить исправность верхних тарелок, трубопровод кипятильника 3 Уменьшить расход флегмы Увеличить подачу греющего пара
3.11. Понижение температуры конденсата сокового пара после конденсатора 12	Недостаточное количество охлаждающей воды подается в конденсатор 12 Высокая температура охлаждающей воды, поступающей в конденсатор 12	Увеличить подачу воды в конденсатор 12 Принять меры по снижению температуры оборотной воды в ВОЦ
4. Промывка нитрозных газов		
4.1. Превышение содержания оксидов азота в нитрозных газах после промывателя 24	Большая нагрузка на промыватель 24 по исходному газу Повышение температуры циркуляционной кислоты Неисправен клапан на линии подачи конденсата сокового пара в промыватель 24	Проверить температуру нитрозогаза после конденсатора 6 При увеличении температуры выше 45 °С увеличить подачу охлаждающей воды в конденсатор 6 Увеличить расход воды на холодильник 15, 26 Устранить неисправность или заменить клапан, перевести питание промывателя 24 на байпас

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
4.2. Падает (или растет) уровень в кубе промывателя 24	Неисправен клапан на линии выдачи кислоты из куба промывателя по уровню	Перевести выдачу кислоты по байпасу, устранить неисправность клапана
4.3. Появление азотной кислоты в нитрозных газах после предварительного промывателя 20	Неисправен уровень Недостаточное охлаждение циркуляционной кислоты в холодильнике 21	Устранить неисправность Увеличить расход воды в холодильник, "остравить" воздух из трубоного пространства, проверить температуру прямой оборотной воды, поступающей в цех
5. Смещение кислот	Недостаточное количество циркуляционной кислоты на промывку	Увеличить расход кислоты на промывку
5.1. Значительные колебания уровня в баке 23	Неисправен клапан на выдаче кислоты из бака 23 в бак I	Устранить неисправность
5.2. Занижена концентрация кислоты в баке 23	Неисправен уровень Низкая концентрация азотной кислоты, поступающей из куба промывателя 24 или ректификационных колонн IO	Проверить уровень, устранить неисправность Наладить работу промывателя 24, ректификационных колонн IO

6. Редуцирование и увлажнение перегретого пара	Увеличить расход парового конденсата в паровлажнитель (в крайнем случае остановить производство, проверить сопло, подающее паровой конденсат на увлажнение пара)	Устранить неисправность
6.1. Завышена температура пара после паровлажнителя	Недостаточная подача парового конденсата на увлажнение	Проверить, заменить манометр
6.2. Понижение давления вгоричного пара после расширителя менее $P_{изб} = 0,55 \text{ МПа}$	Неисправен регулирующий клапан на подаче пара из сетки с избыточным давлением $1,7 \text{ МПа}$ (17 кг/см^2)	Устранить неисправность
7. Выгрузка порошкообразного магнетита из железнодорожных вагонов	Неисправен манометр	Проверить, заменить манометр
7.1. Потери вакуума в системе пневморазгрузки	После продувки фильтров клапаны механизма продувки неплотно сели на гнезда Обратный клапан механизма выгрузки пропускает атмосферный воздух в осадительную камеру	Отрегулировать прилегание клапанов к гнездам Отрегулировать прилегание клапана к гнезде
	Прекратилось поступление воды в вакуум-насос	Обеспечить нормальное поступление воды из системы водоснабжения

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
7.2. При наличии нормального вакуума в системе магнетизма не выгружается	Имеются неплотности в соединении трубопроводов Закупоривание гибкого шланга или входного отверстия сошла посторонними предметами (бумагой, обломками досок, комками магнетита)	Подтянуть болты фланцевых соединений или сменить прокладки Вывести заборное устройство из магнетита, включить электродвигатель привода дисков и прочистить гибкий шланг или сошло
7.3. Снижение производительности разгрузчика	Увеличение зазора между витками шнека и гильзой свыше (4...5) мм на сторону вследствие износа шнека или гильзы	Уменьшить зазор до (0,5...1) мм путем наплавки поверхности витков износоустойчивыми электродами
7.4. Заклинило шнек механизма выгрузки	Подсос воздуха в полость шнека через обратный клапан, уплотнение вала, шнека, лопки и др. Сошло забито инородными телами	Устранить подсос Очистить сошло
7.5. Не включаются пускатели	Потеря вакуума в системе Подавание инородных тел между витками шнека и гильзой	Рассмотрено выше (см. п. 7.1) Повернуть шнек вручную в обратном направлении и удалить предмет

7.6. Подсос и пыление через уплотнения оси обратного клапана	Недостаточный расход сжатого воздуха	Увеличить подачу сжатого воздуха в смесительную камеру
7.7. Попадание магнетита в вакуум-насос; воздух на выходе из вакуум-насоса имеет примесь магнетита	Неплотное прилегание блоков-ровочных контактов или по-верхностный нагар на них Сработало тепловое реле; повреждена подводка, перегорели предохранители	Разобрать пускатель, зачистить и поджать контакты Проверить схему, в случае перегорания предохранителей заменить их новыми
8. Выгрузка порошкообразного магнетита из пневмоцистерны	Пробито сальниковое уплотнение	Сменить сальниковое уплотнение
8.1. При разгрузке магнетит не поступает в трубопровод	Повреждены фильтры Хомуты слабо затянуты на обечайках фильтров Ослабло крепление фильтров	Фильтры отремонтировать или заменить новыми Подтянуть крепеж Подтянуть крепеж
8.2. При наборе воздуха в котел часть его попадает в	Забито разгрузочное устройство Порвана, влажная или покрытая корками и комками пористая ткань аэролотков Сработано уплотнительное резиновое кольцо заслонки	Очистить от магнетита трубы разгрузочного устройства и магнетитопровод Заменить пористую ткань аэролотков; очистить пористую ткань от корок и комков Заменить кольцо

Неполадки	Возможные причины	Действия персонала и способ устранения
Трубопровод магнезита при просельных заслонках, установленных в положении "закрыто"	Не затянута до предела диск заслонки	Подтянуть рукоятку до положения "закрыто"
8.3. Негерметичность предохранительного клапана	Нарушены уплотнительные поверхности	Устранить неплотности
8.4. Не работают трубы дува	В трубопровод попал продукт и заклинил обратный клапан	Очистить трубопровод от продукта и продуть его, снять и прочистить обратный клапан
8.5. Манометр на пневмоцистерне не дает показаний	Неисправен манометр Засорен штуцер для подсоединения манометра	Заменить манометр Прочистить штуцер
8.6. Магнезит не поступает в бункер	Негерметичность котла Забился трубопровод (большое сопротивление трубопровода)	Найти и устранить пропуск Включить в работу форсажную камеру

Глава IX. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ ПРОИЗВОДСТВА

Классификация основных цехов, отделений и наружных установок по взрыво-, пожароопасности, электрооборудованию и санитарной характеристике приведена в таблице.

Цех, отделение, установка, сооружение	Категория взрыво-, пожароопасности производства (СНИП П-М.2-72)	Группа производственных процессов по санитарной характеристике (СНИП П-92-76)
Отделение концентрирования кислоты	В	Ша
Склад кислот и кислотного меланжа	В	Ша
Установка приготовления раствора нитрата магния	Д	Ша
Химлаборатория основного производства	В	-
Блок вспомогательно-бытовых помещений:		
- механическая мастерская	Д	Ia
- сварочный участок	Г	Пб

Пожаро-, взрывоопасные и токсичные свойства сырья, полупродуктов, готового продукта

Магнезит (оксид магния). Вдыхание пыли магнезита концентрацией $4...6 \text{ мг/м}^3$ в течение 12...15 мин вызывает явления, напоминающие лихорадку, но легче протекающую. При попадании на слизистые оболочки глаз, носа магнезит вызывает слабое раздражение.

Вдыхание паров концентрацией $0,05...0,116 \text{ мг/л}$ вызывает предрасположение к язвенной болезни.

ПДК в воздухе рабочей зоны 10 мг/м^3 .

Азотная кислота. Концентрированная азотная кислота уже при обычной температуре сильно дымит.

Дым азотной кислоты обычно содержит NO_2 , N_2O_5 и туман чистой кислоты, который раздражает дыхательные пути, может вызвать разрушение зубов и поражение роговицы глаз.

При вдыхании больших концентраций паров азотной кислоты может привести к отеку легких (тяжелое отравление).

Легкие отравления могут привести к бронхиту.

Действие паров азотной кислоты резко усиливается при одновременном присутствии аэрозолей оксида кремния, хлорида натрия, моторного и минерального масел. Признаки отравления - слабость, кашель, тошнота, головокружение, желудочно-кишечные расстройства.

Действуя на кожу, концентрированная азотная кислота вызывает тяжелые ожоги, струп окрашен в желтый цвет (ксантопротеиновая реакция). Разбавленные растворы азотной кислоты могут быть причиной экземы.

Нитрозные газы (смесь NO_2 , NO с воздухом). В наиболее типичных случаях отравление начинается легким кашлем, который через некоторое время проходит. В более тяжелых случаях (при относительно высоких концентрациях) раздражение верхних дыхательных путей сильнее, наблюдается сильный кашель, головная боль, рвота. Пострадавший не может сделать глубокий вдох. Но и в этих случаях на свежем воздухе явления быстро проходят. Однако очень часто после временного облегчения через 2...12 ч проявляются последствия отравления.

Концентрация 0,2...0,3 мг/л нитрозных газов считается опасной при кратковременном воздействии, при многочасовом - переносимы концентрации 0,07 мг/л. Вдыхание в течение 4...7 мин нитрозных газов концентрацией 0,15 мг/л вызывает раздражение верхних дыхательных путей и кашель.

Серная кислота (купоросное масло). Пары серной кислоты раздражают и прижигают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражают легкие, роговицу глаз.

На коже серная кислота вызывает тяжелые ожоги.

Раздражающе действует туман серной кислоты уже при концентрации 1 мг/м³. Туман серной кислоты затрудняет дыхание, вызывает спазмы голосовых связок, жжение в глазах, а при высоких концентрациях - кровавая мокрота, рвота, позднее тяжелые воспалительные заболевания бронхов и легких.

Меланж кислотный - смесь концентрированных азотной и серной кислот. По токсической характеристике и поражающим действиям на кожу меланж соответствует концентрированной азотной кислоте.

Раствор и плава нитрата магния. Токсическое воздействие раствора и плава нитрата магния зависит от содержания в них азотной кислоты. Безопасность раствора и плава нитрата магния характеризуется его высокой температурой (170 °C), при попадании на участки незащищенного тела может привести к ожогам.

Пар водяной и паровой конденсат. Применяется в цехе пар давлением 1,28...1,67 МПа (13...17 кгс/см²) температурой 197...305 °C и пар давлением 0,539 МПа (5,5 кгс/см²) и температурой 165 °C.

При воздействии на незащищенные участки тела пар и конденсат вследствие высокой температуры вызывает термические ожоги.

Щелочь применяется в виде 42 %-ного раствора. Сильная едкая жидкость. При попадании на незащищенные участки тела вызывает долго незаживающие раны. При попадании в глаза может привести к потере зрения.

При работе внутри аппаратов, емкостей, хранилищ в качестве спецодежды применяется резиновый противокислотный костюм, а как защитное средство шланговый противогаз марки III-I.

Индивидуальные средства защиты в производстве концентрированной азотной кислоты

Каждый работник цеха может приступить к работе только при наличии исправной спецодежды и индивидуальных средств защиты.

Спецодежда рабочего, имеющего дело с кислотой, обслуживающего или ремонтирующего оборудование персонала включает в себя:

- костюм суконный,
- белье нательное,
- сапоги резиновые,
- перчатки резиновые,
- рукавицы суконные,
- шлем суконный.

Для выполнения наружных работ зимой дополнительно выдаются хлопчатобумажные куртка и брюки на утепляющей прокладке.

Индивидуальными средствами защиты для всех работников являются фильтрующие промышленные противогазы с коробкой марки В с фильтром для защиты от тумана азотной кислоты; щиток наголовный с экраном из оргстекла (для защиты от брызг), защитные очки с резиновой полумаской, каски.

Индивидуальными средствами защиты от аэрозолей магния и магнетита являются респираторы типа "Лепесток", У-2К, "Астра-2", РПГ-67 и другие.

Кроме индивидуальных средств защиты в отделениях цеха имеются в специальных шкафах аварийные противогазы с комплектом противогазов на максимально возможное число людей в работающей смене, оснащенные коробками марки В и КД, коробки марки КД на случай появления загазованности аммиаком из других цехов предприятия.

ЛИТЕРАТУРА

Атрошенко В. И., Каргин С. И. Технология азотной кислоты. 3-е изд. М.: Химия, 1970.

Дятлова В. Н. Коррозионная стойкость металлов и сплавов: Справ. 2-е изд. М.: Машиностроение, 1964.

Киселев Г. Ф., Рязанов С. Д. Техническое обслуживание и ремонт насосных установок. М.: Химия, 1985.

Миниович М. А. Технический справочник по азотной кислоте. М.: ГИАП, 1961.

Производство азотной кислоты в агрегатах большой единичной мощности/ Под ред. В. М. Олевского. М.: Химия, 1985.

Правила устройства электроустановок. М.: Энергия, 1976.

Салтанова В. П., Торочешников Н. С. Технология связанного азота. М.: Высшая школа, 1981.

Симулин Н. А. Справочник азотчика. М.: Химия, 1969. Т. 2.

Сухотин А. М. и др. Коррозия и защита химической аппаратуры. Л.: Химия, 1972. Т. 8.

Ципарис И. Н., Добросердов Л. Л., Коган В. Б. Солевая ректификация. Л.: Химия, 1969.

Чернышев А. К., Заичко Н. Д., Ципарис И. Н. Концентрирование азотной кислоты с помощью водоотнимающих добавок: Обзорная информация. М.: НИИТЭХИМ, 1974.

СОДЕРЖАНИЕ

Глава I. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ	3
Способы производства азотной кислоты	3
Свойства азотной кислоты	4
Свойства оксидов азота	7
Виды и свойства азотной кислоты	8
Глава II. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ПРОЦЕССЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ	10
Глава III. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ НИТРАТОМ МАГНИЯ	11
Глава IV. СЫРЬЕ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ЭНЕРГОРЕСУРСЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В ПРОИЗВОДСТВЕ	13
Неконцентрированная азотная кислота	13
Раствор нитрата магния	14
Химически обессоленная вода	16
Пар насыщенный водяной	16
Сжатый технологический воздух	16
Охлаждающая промышленная вода	16
Фильтрующие материалы	16
Глава V. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА	17
Принципиальная схема производства КАК с агрегатами АКК-М-72	17
Принципиальная схема производства КАК с агрегатами АКК-М-80	21
Глава VI. ОСНОВНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ АППАРАТОВ И ТРУБОПРОВОДОВ	23
Основное оборудование для концентрирования азотной кислоты	23
Конструкционные материалы для аппаратов и трубопроводов	33
Глава VII. АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА И КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА	35
Глава VIII. ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРОИЗВОДСТВА	37
Основные правила ведения процесса	37
Пуск и остановка производства	38
Обслуживание насосов и газодувок	41
Возможные неполадки, их причины и способы устранения	47

Глава IX. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ ПРОИЗВОДСТВА	61
Пожаро-, взрывоопасные и токсичные свойства сырья, полу- продуктов, готового продукта	61
Индивидуальные средства защиты в производстве концент- рированной азотной кислоты	63
Литература	64

Иван Федорович Бескаравайный
 Михаил Александрович Воропаев
 Валентин Валентинович Лямин
 Владимир Федорович Скакун
 Руслан Зурафович Хитерер

ПРОИЗВОДСТВО КОНЦЕНТРИРОВАННОЙ
 АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ
 НИТРАТ-МАГНИЕВЫМ СПОСОБОМ
 (Учебное пособие для рабочих профессий)

Ответственный за выпуск Т. Н. Лакомская
 Научный редактор Т. И. Яким
 Редактор Л. Г. Толчинская
 Технический редактор Е. Ф. Печар
 Корректор Н. Л. Гончаренко

Подписано к печати 04.03.88. Формат 60х84 1/16. Усл. печ. л. 3,95 +
 + вкл. 0,46. Уч.-изд. л. 3,86. Заказ № 249. Тираж 704 экз.

Цена 60 к.

Отдел подготовки, издания и распространения
 информационных материалов Отделения НИИТЭХИМа,
 г. Черкассы, ул. Шевченко, 205.

257136, г. Черкассы, ул. Шевченко, 205,
 Отделение НИИТЭХИМа

КАРТА ОБРАТНОЙ СВЯЗИ

(заполняется отделом технического обучения)

Производство концентрированной азотной кислоты нитрат-
 магниевым способом (учебное пособие для рабочих профессий)

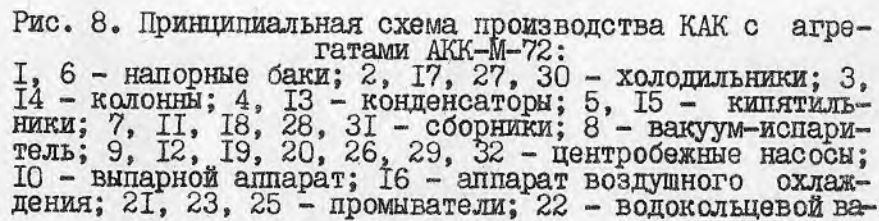
1. Учебное пособие в течение года использовалось:
 - а) при обучении новых рабочих _____ чел.
 - б) при повышении квалификации _____ чел.
 - в) при освоении смежной профессии _____ чел.
2. Ваше мнение о полезности материала для профессиональ-
 но-технического обучения рабочих _____

3. Ваши замечания или предложения _____

Начальник (инженер) ОТО _____ "___" _____ 198_ г.

(наименование предприятия, организации; телефон)

Л и н и я о т р ы в а



куум-насос; 24 - газодувка; КАК - кислота азотная концентрированная; КАН - кислота азотная неконцентрированная; ПМН - плав нитрата магния; РНМ - раствор нитрата магния; КНС - конденсат сокового пара; НГ - нитрозный газ; ПС - пар соковый; ПСО - пар соковый очищенный; ВО - вода оборотная; ВОО - вода оборотная отработанная; ПАК - пары азотной кислоты; ИН - инерты; ВЗ - воздух; П - пар; ПН - паровой конденсат

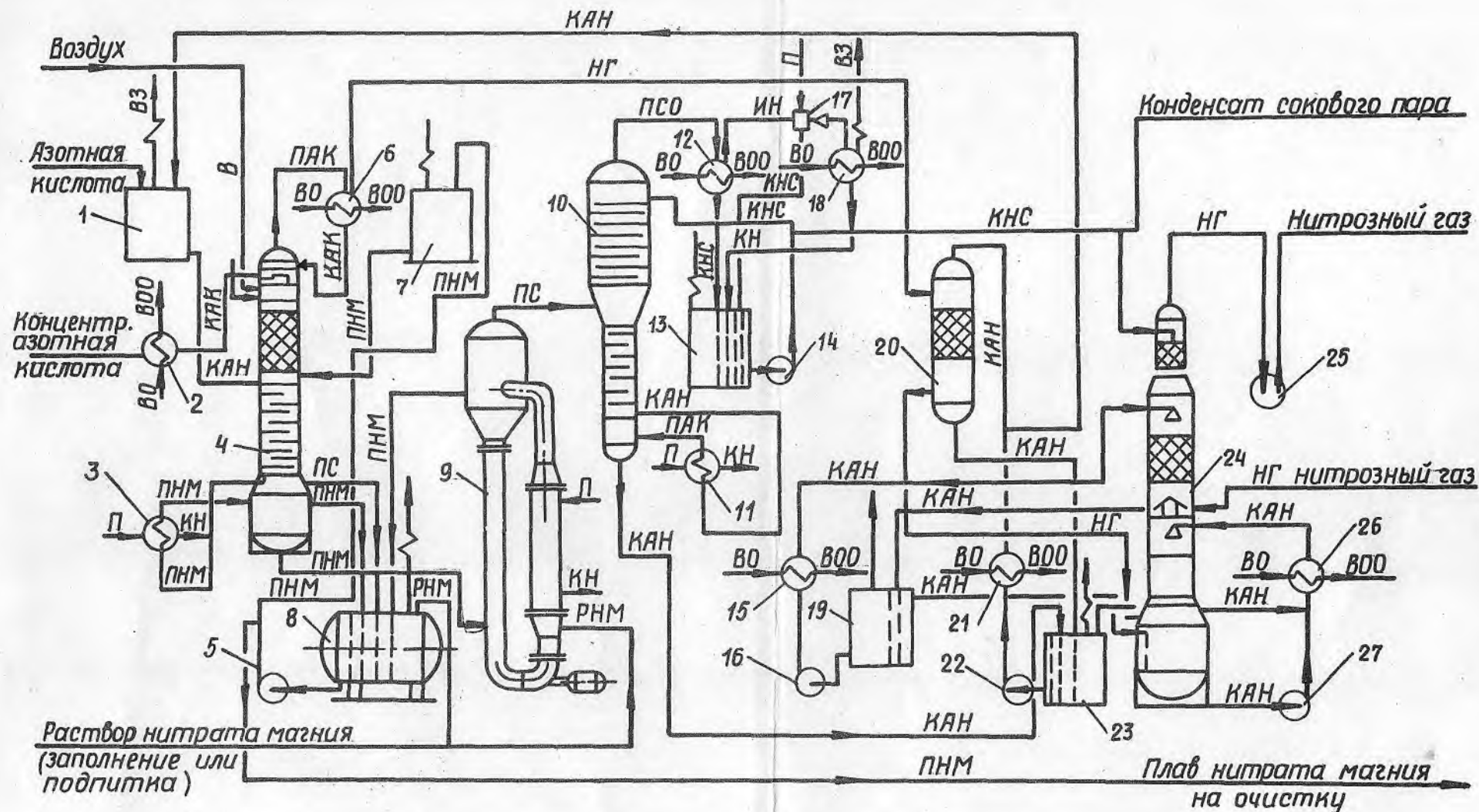


Рис. 10. Принципиальная схема производства КАК с агрегатами АКК-М-80:
 1, 7 - напорные баки; 2, 15, 21, 26 - холодильники; 3, 11 - кипятильники; 4, 10 - колонны; 5, 14, 16, 22, 27 - центробежные насосы; 6, 12, 18 - конденсаторы; 8, 13, 19, 23 - сборники; 9 - выпарной аппарат; 17 - парожетекторный вакуум-насос; 20, 24 - промыватели; 25 -

газодувка; ВЗ - воздух; ВО - вода обратная; ВОО - вода обратная отработанная; П - пар; КН - паровой конденсат; ПС - пар соковый; ПНМ - плав нитрата магния; ПАК - пары азотной кислоты; РНМ - раствор нитрата магния; ИН - инерты; ПСО - пар соковый очищенный; КАН - кислота азотная неконцентрированная; КАК - кислота азотная концентрированная