

~~049016~~

5895

1

О Н Т И • Г О С Х И М Т Е Х И З Д А Т • 1984

СПИСОК

замеченных опечаток в книге Марычева П. А. и Фотинича И. Д.
„Производство азотной кислоты из аммиака“

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
6	6 стр.	тана-	монтана-
33	15 стр.	87%	27%
46	13 стр.	Аммиак	В трубки
49	9 стр.	аммиака	аммиака сырьем
67	23 стр.	образованию	обрыванию
68	17 стр.	он и не действует	они не действуют
71	1 стр.	отравление	отравление
73	14 стр.	падает	попадает
76	7 стр.	исключаются	включаются
97	12 стр.	$N_2O \rightleftharpoons 2MO_2$	$2NO_2 \rightleftharpoons N_2O_4$
98	16 стр.	$ \begin{array}{c} \text{OH} \\ \diagup \\ 2SC_2 \\ \diagdown \\ \text{O} - \text{NO} \end{array} $	$ \begin{array}{c} \text{OH} \\ \diagup \\ 2SO_2 \\ \diagdown \\ \text{ONO} \end{array} $
138	16 стр.	видной	выкидной
139	14 стр.	10	100

конденсата
Горячая
разделена
стороной
масла
 $-\text{OH} + 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}$
NO
9140
0,1225
 $\frac{224}{13} = 0,00532$
ских — 2, изданы

а 19013

УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ ДЛЯ ШКОЛ ФЗУ

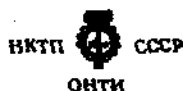
Д Е П

а/х/2995
П. А. МАРЫЧЕВ и И. Д. ФОТИНИЧ

1305367
ПРОИЗВОДСТВО
АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ
ИЗ АММИАКА

Утверждено ГУУЗом НКТП СССР в качестве
учебника для школ ФЗУ и учебного пособия
для ПТК по химической промышленности

РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ХИМИКО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
МОСКВА * 1934 * ЛЕНИНГРАД

X-21-3-2

В С С Р
Депозитарий
г. З. И. Ленин
№ 12849

1966 г.

Настоящая книга предназначена в качестве учебника для школ ФЗУ, подготавливающих аппаратчиков по специальности — азотнокислотчик, а также может быть использована в качестве учебного пособия для ПТК и кружков техницизма азотной промышленности.

В книге дано подробное описание большинства существующих в СССР установок по производству азотной кислоты окислением аммиака, приведены необходимые для ведения технологического процесса теоретические и практические сведения. Даны основы организации цеха, освещены вопросы техники безопасности, контроля производства и т. д.

Книга составлена инженерами ЧХЗ П. А. Марычевым и И. Д. Фотиничем; причем последним написаны глава I «Основные сведения об азотной кислоте» и «Описание установки Дюпона» в главе IX, а также он принимал участие в составлении глав X и XI.

Издательство обращается с просьбой к преподавателям и учащимся школ ФЗУ, а также ко всем работникам азотной промышленности присылать свои отзывы о данной книге — по адресу: Москва, проезд Владимирова (б. Юнков пер.) 4, Госхимтехиздат.

Несмотря на затяжной многолетний кризис в капиталистических странах, все же азотная промышленность продолжает свой бурный рост. Вызвано это тем, что от азотной промышленности как основной части химической промышленности зависит в первую очередь военная мощь государства, урожайность в сельском хозяйстве и развитие других отраслей промышленности. В лихорадочной гонке вооружений основные капиталистические страны Европы и Америки усиленными темпами строят новые азотные заводы, расширяют имеющиеся, интенсифицируют процессы и т. д. Это расширение и усовершенствование идет в капиталистических странах, несмотря на то, что в настоящее время 50—60% азотных производств не работают или работают с неполной нагрузкой.

У нас в СССР в области азотной промышленности имеются значительные достижения. Построены и пущены Березниковский, Горловский, Сталиногорский азотнотуковые заводы. Прекрасно работает Чернореченский хим. завод. Идет строительство новых азотнотуковых заводов (Кемерово, Чирчикстрой). Однако спрос на азотные удобрения во много раз превышает производственные мощности наших заводов. Удовлетворение спроса сельского хозяйства на удобрения должно пойти не только по линии строительства новых азотнотуковых заводов, но и по линии интенсификации имеющихся производств. Существующая у нас азотная промышленность имеет большие скрытые запасы мощности, особенно по синтезу аммиака, азотной кислоты и др. Увеличение производительности существующих агрегатов — это наша первая задача.

По сравнению с подобными заграничными установками мы значительно отстали и в части увеличения мощности агрегатов и в части качественных показателей (расходные коэффициенты).

Поэтому, имея мощные азотнотуковые заводы, мы должны по-настоящему освоить производственные мощности,

перекрыть их и достичь норм передовых заводов Западной Европы и Америки.

Это может быть выполнено только при условии правильной организации труда в производстве, неуклонного проведения в жизнь решений XVII партсъезда.

Задача, поставленная XVII партсъездом — увеличить в 10 раз выпуск минеральных удобрений во второй пятилетке, — будет выполнена.

История развития азотной промышленности

Азотная промышленность существует всего около 30 лет. До 1900 г. единственным источником азота были природные залежи натриевой селитры, главным образом в Чили. Чилийская селитра NaNO_3 стала употребляться с половины прошлого столетия в качестве удобрения и частично перерабатывалась в азотную кислоту. Вывоз селитры из Чили возрос с 935 т в 1835 г. до 200 тыс. т в 1873 г. и до $2\frac{3}{4}$ млн. т в 1913 г.

Другим источником азота являлся аммиак, получающийся при коксовании каменного угля и в производстве светильного газа.

Выдающиеся открытия в середине XIX в. (открытие нитроглицерина и динамита, гремучей ваты) и все возрастающее производство серной кислоты в значительной степени расширили область применения азотной кислоты.

В связи с увеличивающимся потреблением азота возникло опасение, что в недалеком будущем может наступить истощение залежей чилийской селитры; это вызвало стремление каждого государства создать собственную независимую азотную промышленность и дало толчок к изысканию новых способов добывания азота. Мысль о получении азотной кислоты из воздуха возникла еще в конце XVIII в. Еще в 1784 г. Кавендиш показал, что при пропускании электрических искр через воздух образуются окислы азота.

Первый опытный завод непосредственной фиксации азота и кислорода в окись азота (дуговой способ) был построен в Америке на Ниагарском водопаде в 1901 г. Завод этот был закрыт в 1904 г. из-за сложности аппаратуры и экономической невыгодности производства.

В 1905 г. Биркеланд и Эйде построили завод по дуговому способу в Норвегии.

В 1907 г. построен подобный же завод по способу Паулинга в Австралии. Возникли подобные заводы также в США, Италии и Франции.

Но этот дуговой способ связан с громадным расходом электроэнергии, что заставило искать других методов связывания азота.

В 1906 г. найден был способ связывания азота при помощи получения цианамид кальция из карбида кальция.

Цианамид кальция при действии воды разлагается на аммиак и углекислый кальций. Аммиак может быть использован для получения азотной кислоты, различного рода удобрений и т. д.

Позже разрабатывается синтетический способ получения аммиака непосредственно из азота и водорода. Первый подобный завод построен в Германии в 1913 г. по способу Габера-Боша. Вначале он имел производительность 25 т связанного азота в сутки.

В 1914 г. был построен в Германии же другой завод в Оппау производительностью 100 тыс. т связанного азота в год в дальнейшем расширенный до 200 тыс. т в год.

В 1903 г. в Германии по предложению В. Оствальда был построен первый завод по получению азотной кислоты (50—55%-ной) путем окисления аммиака в окислы азота с последующим поглощением окислов водой. В 1904 г. в Вест-фалии был построен большой завод по получению азотной кислоты из аммиака, и затем возникли подобные же заводы в Бельгии, Англии и других странах.

Производство синтетического аммиака и азотной кислоты все время совершенствовалось; возникли новые методы синтеза аммиака — способ Казале, способ Нитрожен, Фаузера, Клода. Возникли способы получения азотной кислоты из аммиака под давлением (Дюпон, Фаузер). У нас в Союзе первый завод по производству азотной кислоты из аммиака был построен в б. Юзовке (Сталино) в 1917 г.; в 1926/27 г. и позднее построен ряд заводов производства синтетической азотной кислоты.

Основная масса связанного азота идет на удобрения, главным образом в виде солей азотной и серной кислот: аммиачная селитра, норвежская селитра, натриевая селитра, калиевая селитра, сульфатаммоний, смесь сульфатаммония с аммиачной селитрой (тана-, или лейноселитра); аммофос, фосфорнокислый аммоний и др.

Мировое потребление связанного азота по годам распределялось приблизительно так, как это показано в табл. 1.

Рост производства отдельных видов связанного азота виден из табл. 2.

Таблица 1

**Мировое потребление связанного азота
в тысячах тонн**

Годы	В сельском хозяйстве	В промыш- ленности	Всего
1924/25	1 020	130	1 150
1925/26	1 117	142	1 259
1926/27	1 200	113	1 313
1927/28	1 490	152	1 642
1928/29	1 684	188	1 872
1929/30	1 764	195	1 959

Таблица 2

**Рост мирового производства отдельных видов связан-
ного азота в тысячах тонн**

Годы	Добыча чилийской селитры	Получение каменно- угольного азота	Производ- ство синте- тического азота	Всего
1901	185,4	84,2	—	269,6
1905	281,1	133,9	—	415,0
1914	439,81	284,1	60,2	784,0
1918	455,9	365,8	245,2	1966,9
1923	208,9	324,4	348,3	981,6
1926	324,9	350,1	712,8	1387,4
1927	264,8	391,7	794,8	1451,3
1928	506,8	421,8	1019,2	1947,7
1929	529,2	440,5	1392,7	2362,4
1930	450,7	410,3	1384,6	2248,6
1932	—	—	—	4038,0

Круговорот азота в природе

В природе азот встречается в трех состояниях:

- 1) природные залежи (чилийская селитра);
- 2) белковый азот (растения, животные организмы);
- 3) азот воздуха.

Азот все время находится в непрерывном круговороте.

Атмосферный азот может частично связываться с кислородом в окись азота при электрических разрядах в атмосфере (рис. 1). Образующаяся в результате азотная кислота попадает вместе с осадками в почву и превращается в соли азотной кислоты. Азот воздуха может быть связан и непосред-

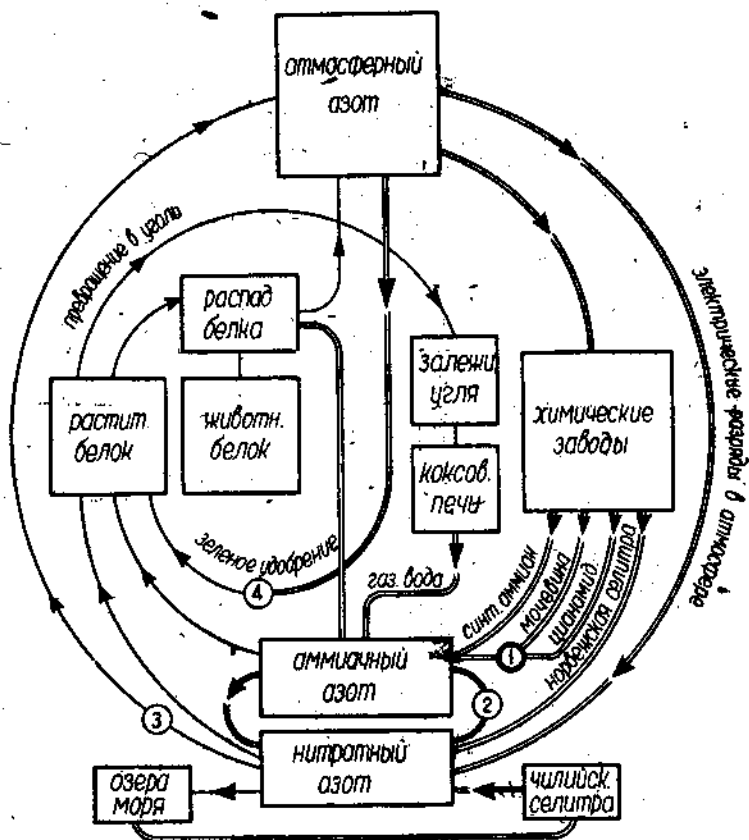
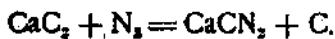


Рис. 1. Схема круговорота азота в природе.

1 — бактерии, превращающие мочевину и цианамид в аммиачный азот. 2 — бактерии, превращающие аммиачный азот в нитратный азот, 3 — бактерии, разлагающие нитратный азот, 4 — бактерии, вызывающие гниение зеленых удобрений.

ственно с водородом (синтетический аммиак), и наконец он может быть связан с карбидом кальция в цианамиде кальция, например:.

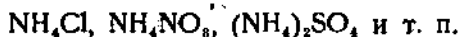


Эти вещества вводятся в почву в качестве удобрений в виде азотнокислых солей, аммонийных солей, мочевины и т. д.

В почве при участии бактерий (рис. 1) происходит процесс превращения мочевины и цианамиды в аммиак, причем азот переходит или в нитратный азот (соли азотной кислоты), например:



или в аммиачный азот (азот в виде аммиачных солей), например:



Аммиачный азот переходит при помощи бактерий в нитратный азот. Из этого азота растения и вырабатывают белковые вещества и другие азотистые соединения. Таким образом азот в почве должен убывать. Для пополнения запаса азота последний вводят в виде удобрений.

Кроме того убыль азота в почве может происходить частично из-за размывания ее дождями и уноса в реки, моря и т. д. Большие количества азота теряются в виде человеческих экскрементов и уносятся в водостоки и оттуда в реки и моря.

Азот из погибших растений, превратившихся в течение тысячелетий в ископаемые угли, вновь извлекается на газовых и коксовых заводах в виде аммиака.

Животные, потребляя растения, образуют животные белки, которые опять частично возвращаются в землю. Часть азота при гниении может снова улетучиваться в виде аммиака в атмосферу. Кроме того азот почвы может выделяться в атмосферу в результате распада нитратных соединений.

Таким образом происходит непрерывный круговорот азота в природе. Это наглядно представлено на рис. 1.

Применение азотной кислоты

Азотная кислота применяется в самых разнообразных отраслях промышленности (военная промышленность, искусственные удобрения, соли и т. д.). Особое значение азотная кислота приобретает в военной промышленности: все основные взрывчатые вещества получают именно через применение азотной кислоты как нитрующего и окисляющего средства. Отсюда значение азотной кислоты в обороне страны. На рис. 2 показана схематически область применения азотной кислоты и основные способы ее получения.



вестна под названием лейнаселитры ($2\text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$). Азота в этой смеси до 26%. Лейнаселитра пользуется большим успехом как удобрительный тук.

В качестве примера применения азотной кислоты приводим схему производства аммиачной селитры.

Газообразный или жидкий аммиак и слабая (40—50%-ная)

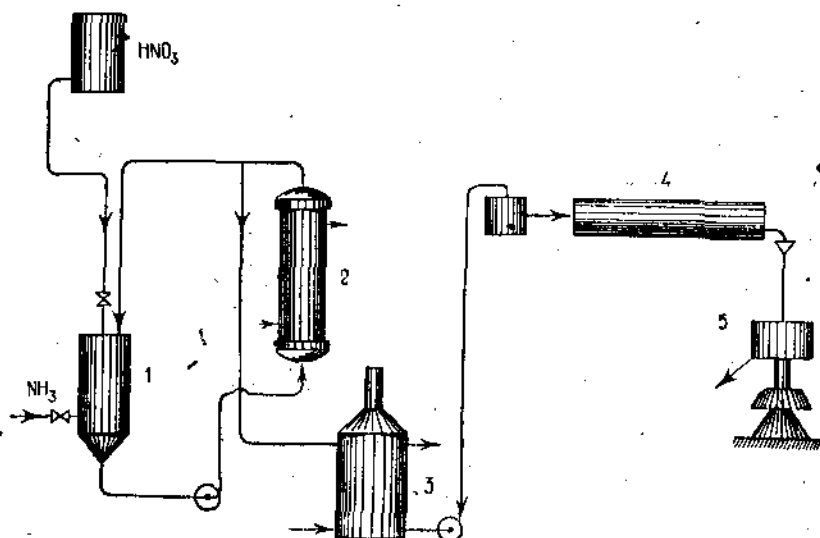
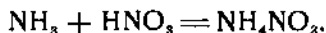


Рис. 2а. Схема производства аммиачной селитры:

1 — нейтрализатор, 2 — холодильник, 3 — выпарной аппарат, 4 — кристаллизатор, 5 — центрифуга.

HNO_3 подаются в нейтрализатор 1 (рис. 2а). В нейтрализаторе происходит следующая реакция:



Щелока с содержанием аммиачной селитры, разогретые теплом реакции взаимодействия аммиака и азотной кислоты, насосом перекачиваются в трубчатый холодильник 2; охлажденные щелока снова направляются в нейтрализатор 1. Такая циркуляция необходима для полной нейтрализации азотной кислоты аммиаком. По доведении раствора до необходимой концентрации (500 г на 1 л) он передается в выпарной аппарат 3, где упаривается до концентрации 95—96%.

Из выпарного аппарата раствор передается в кристаллизатор 4. В кристаллизаторе вследствие охлаждения раство-

ра происходит кристаллизация частиц аммиачной селитры. Кристаллы вместе с маточным раствором поступают далее на центрофугу 5 и отделяются здесь от раствора.

Аммиачная селитра из центрофуг (97—98%-ная) собирается в бункер, а оттуда загружается в мешки или деревянные бочки.

Большое количество аммиачной селитры идет для приготовления взрывчатых веществ (аммонал и др.). Расход аммиака на 1 т аммиачной селитры составляет 0,225—0,226 т, расход азотной кислоты 0,8 т.

Состав азотной кислоты

Составными элементами азотной кислоты являются азот, кислород и водород. Формула чистой азотной кислоты HNO_3 . Атомный вес $\text{H} = 1,008$; атомный вес $\text{N} = 14$; атомный вес $\text{O} = 16$. Вес молекулы азотной кислоты будет: $1,008 + 14 + 3 \cdot 16 = 63,008$. Это значит, что если мы возьмем 63 г азотной кислоты, то в ней будет 1 г водорода, 14 г азота и 48 г кислорода. В процентах это составит:

$$\text{H} = \frac{1 \cdot 100}{63} = 1,59\%$$

$$\text{N} = \frac{14 \cdot 100}{63} = 22,2\%$$

$$\text{O} = \frac{48 \cdot 100}{63} = 76,2\%$$

Способы получения азотной кислоты описаны в главе III.

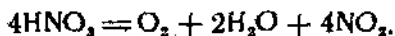
Физические свойства азотной кислоты

Совершенно чистая азотная кислота (100% HNO_3) представляет собой бесцветную жидкость удельного веса 1,53, обладающую чрезвычайно едким запахом.

Такая азотная кислота кипит при температуре $+86^\circ$, при охлаждении до $-41,2^\circ$ замерзает в белое кристаллическое вещество.

Азотная кислота на воздухе сильно дымится, с водой смешивается в различных пропорциях, причем при смешивании выделяется тепло. Уже при 0° чистая азотная кислота начинает разлагаться на свету с образованием двуокиси азота NO_2 .

При нагревании азотная кислота разлагается (частично) на NO_2 , воду и кислород



Поэтому техническая HNO_3 имеет всегда желтый цвет от растворенного в ней окисла азота NO_2 .

Для характеристики HNO_3 приводим ее температуры замерзания и кипения.

Температура замерзания. Температура замерзания азотной кислоты может быть представлена следующей диаграммой (рис. 3).

На вертикальной линии отложены температуры, на горизонтальной — процентное содержание HNO_3 в кислоте.

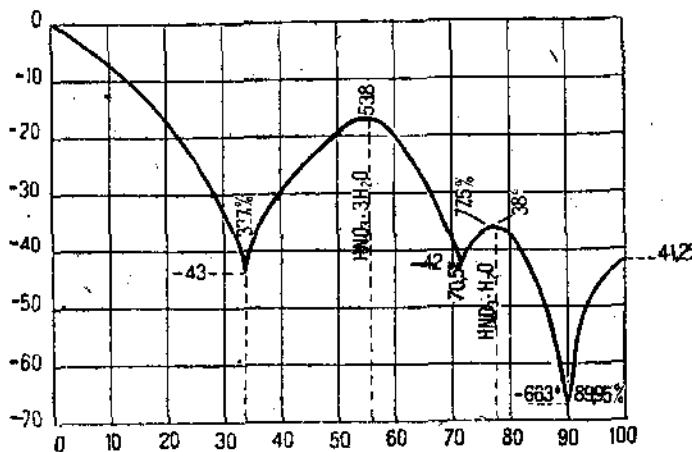


Рис. 3. Диаграмма замерзания азотной кислоты.

Как видно из диаграммы, при повышении концентрации от 0 до 32,7% температура замерзания сильно падает и при 32,7% она равна -43° . При дальнейшем повышении концентрации кислоты температура замерзания повышается и при 53,8% она равна $-18,5^\circ$. В этой точке формула кислоты соответствует составу $\text{HNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

При дальнейшем повышении процентного содержания HNO_3 в растворе температура замерзания снова падает до -42° . Это соответствует 70,5% HNO_3 . Затем идет снова повышение температуры замерзания, и при -38° отмечается другая точка, соответствующая составу $\text{HNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Наконец при 89,95% HNO_3 отмечается самая низкая точка замерзания $-66,3^\circ$, и в дальнейшем идет повышение до $-41,2^\circ$ при 100% HNO_3 .

Температура кипения. Температура кипения обыкновенно зависит от давления и свойства жидкости. Водная азотная

кислота имеет следующие точки кипения при давлении 760 мм ртутного столба.

Процентное содержание HNO_3	Точка кипения	Процентное содержание HNO_3	Точка кипения
0	+100°	60	+120,06°
20	+103,56°	70	+121,6°
30	+108,0°	80	+115,45°
40	+112,6°	90	+102,03°
50	+116,8°	100	+86°

Удельный вес и крепость азотной кислоты

Крепость азотной кислоты определяется по ее удельному весу. Для этого употребляют ареометры по удельному весу или по градусам Боме (рис. 4). Чем выше удельный вес, тем выше концентрация кислоты. Приводим таблицу соотношения градусов Боме, удельного веса и процентного содержания HNO_3 (табл. 3).

Удельные веса и крепости по градусам Боме приводятся к 15° С. Для приведения удельного веса к 15° С пользуются поправками, приведенными в табл. 3а.

Если крепость измеряется по градусам Боме, то поправки будут следующие:

От 0 до 10°	Вé поправка	$\pm 0,04^\circ \text{ Вé}$	на 1° С
" 11 " 20°	Вé	$\pm 0,06^\circ \text{ Вé}$	" 1° С
" 21 " 25°	Вé	$\pm 0,03^\circ \text{ Вé}$	" 1° С
" 25 " 49,4°	Вé	$\pm 0,1^\circ \text{ Вé}$	" 1° С

Приведем примеры:

1. По ареометру удельный вес азотной кислоты 1,365; температура +37° С; поправка на 1° С по таблице равна 0,0012; поправка на разность 37—15 = 22° будет $0,0012 \cdot 22 = 0,0264$; удельный вес кислоты при 15° С равен $1,365 + 0,0264 = 1,391$.

2. Крепость кислоты 48° Вé; температура +25° С; поправка на 1° С составляет 0,1° Вé; на разность 25—15 = 10°; поправка будет $10 \cdot 0,1 = 1^\circ \text{ Вé}$; крепость по градусам Боме при 15° С составит $48 + 1 = 49 \text{ Вé}$.

3. Удельный вес кислоты HNO_3 1,350; температура +5°; поправка на 1° С = 0,0012, поправка на разность температур 15—5 = 10 составит 0,012; удельный вес кислоты при 15° С будет $1,350 - 0,012 = 1,338$.

Таким образом если температура кислоты выше 15° С, то вычисленную поправку следует прибавить к удельному весу или градусам Боме.

Если температура кислоты ниже 15° С, то вычисленную поправку следует вычесть из удельного веса или градусов Боме.



Рис. 4.
Ареометр Боме.

Таблица 8

Соотношение между градусами Бо́ме, удельным весом и процентным содержанием HNO_3 в азотной кислоте

Удельный вес при 15° С	Гра-дусы Бо́ме	Процент-ное со-держание HNO_3	1 л со-держит HNO_3 (кг)	Удельный вес при 15° С	Гра-дусы Бо́ме	Процент-ное со-держание HNO_3	1 л со-держит HNO_3 (кг)
1,000	0	0,10	0,001	1,210	25,0	33,82	0,409
1,005	0,7	1,00	0,010	1,215	25,5	34,55	0,420
1,010	1,4	1,90	0,019	1,220	26,0	35,28	0,430
1,015	2,1	2,80	0,028	1,225	26,4	36,03	0,441
1,020	2,7	3,70	0,038	1,230	26,9	36,78	0,452
1,025	3,4	4,60	0,047	1,235	27,4	37,53	0,463
1,030	4,1	5,50	0,057	1,240	27,9	38,29	0,475
1,035	4,7	6,38	0,066	1,245	28,4	39,05	0,486
1,040	5,4	7,26	0,075	1,250	28,8	39,82	0,498
1,045	6,0	8,13	0,085	1,255	29,3	40,58	0,509
1,050	6,7	8,99	0,094	1,260	29,7	41,34	0,521
1,055	7,4	9,84	0,104	1,265	30,2	42,10	0,533
1,060	8,0	10,68	0,113	1,270	30,6	42,87	0,544
1,065	8,7	11,51	0,123	1,275	31,1	43,64	0,556
1,070	9,4	12,33	0,132	1,280	31,5	44,41	0,568
1,075	10,0	13,15	0,141	1,285	32,0	45,18	0,581
1,080	10,6	13,95	0,151	1,290	32,4	45,95	0,593
1,085	11,2	14,74	0,160	1,295	32,8	46,72	0,605
1,090	11,9	15,53	0,169	1,300	33,3	47,49	0,617
1,095	12,4	16,32	0,179	1,305	33,7	48,26	0,630
1,100	13,0	17,11	0,188	1,310	34,20	49,07	0,643
1,105	13,6	17,89	0,198	1,315	34,6	49,89	0,656
1,110	14,2	18,67	0,207	1,320	35,0	50,71	0,669
1,115	14,9	19,45	0,217	1,325	35,4	51,53	0,683
1,120	15,4	20,23	0,227	1,330	35,8	52,37	0,697
1,125	16,0	21,00	0,236	1,335	36,2	53,22	0,710
1,130	16,5	21,77	0,246	1,340	36,6	54,07	0,725
1,135	17,1	22,54	0,256	1,345	37,0	54,94	0,739
1,140	17,7	23,31	0,266	1,350	37,4	55,79	0,753
1,145	18,3	24,08	0,276	1,355	37,8	56,66	0,768
1,150	18,8	24,84	0,286	1,360	38,2	57,57	0,783
1,155	19,3	25,60	0,296	1,365	38,6	58,48	0,798
1,160	19,8	26,36	0,306	1,370	39,0	59,39	0,814
1,165	20,3	27,12	0,316	1,375	39,4	60,30	0,829
1,170	20,9	27,88	0,326	1,380	39,8	61,27	0,846
1,175	21,4	28,63	0,336	1,385	40,1	62,24	0,862
1,180	22,0	29,38	0,347	1,390	40,5	63,23	0,879
1,185	22,5	30,13	0,357	1,395	40,9	64,25	0,896
1,190	23,0	30,88	0,367	1,400	41,2	65,30	0,914
1,195	23,5	31,62	0,378	1,405	41,6	66,40	0,933
1,200	24,0	32,36	0,388	1,410	42,0	67,50	0,952
1,205	24,5	33,09	0,399	1,415	42,3	68,63	0,971

Удельный вес при 15°С	Гра-дусы Боуэ	Процент-ное со-держание HNO ₃	1 л со-держит HNO ₃ (кг)	Удельный вес при 15°С	Гра-дусы Боуэ	Процент-ное со-держание HNO ₃	1 л со-держит HNO ₃ (кг)
1,420	42,7	69,80	0,991	1,500	48,1	94,09	1,411
1,425	43,1	70,98	1,011	1,501		94,60	1,420
1,430	43,4	72,17	1,032	1,502		95,08	1,428
1,435	43,8	73,39	1,053	1,503		95,55	1,436
1,440	44,1	74,68	1,075	1,504		96,00	1,444
1,445	44,4	75,98	1,098	1,505	48,4	96,39	1,451
1,450	44,8	77,28	1,121	1,506		96,74	1,457
1,455	45,1	78,60	1,144	1,507		97,13	1,464
1,460	45,4	79,98	1,168	1,508	48,5	97,50	1,470
1,465	45,8	81,42	1,193	1,509		97,84	1,476
1,470	46,1	82,90	1,219	1,510	48,7	98,10	1,481
1,475	46,4	84,45	1,246	1,512		98,53	1,490
1,480	46,8	86,05	1,274	1,515	49,0	99,07	1,501
1,485	47,1	87,70	1,302	1,516		99,21	1,504
1,490	47,4	89,60	1,335	1,518		99,46	1,510
1,495	47,8	91,60	1,369	1,520	49,4	99,67	1,515

Таблица 3а

Поправки удельного веса на 1°С

Удельный вес	Поправка на ± 1°С	Удельный вес	Поправка на ± 1°С	Удельный вес	Поправка на ± 1°С
1,000—1,020	± 0,0001	1,162—1,200	± 0,0007	1,366—1,400	± 0,0013
1,021—1,040	± 0,0002	1,201—1,245	± 0,0008	1,401—1,435	± 0,0014
1,041—1,070	± 0,0003	1,246—1,280	± 0,0009	1,436—1,490	± 0,0015
1,070—1,100	± 0,0004	1,281—1,310	± 0,0010	1,491—1,500	± 0,0016
1,101—1,130	± 0,0005	1,311—1,350	± 0,0011	1,501—1,520	± 0,0017
1,131—1,161	± 0,0006	1,351—1,365	± 0,0012		

Учет азотной кислоты

Ознакомившись с приведением кислоты к нормальным условиям (15°С), рассмотрим вопросы учета кислот. Обычно во всех случаях учета кислот последние пересчитываются на 100%-ную кислоту (моногидрат).

Для того чтобы подсчитать количество азотной кислоты, измеряют сначала ее объем, затем отбирают пробу и определяют удельный вес или градусы Боме и температуру. Определяют вес в натуре, умножив объем на удельный вес. Приводят удельный вес кислоты или градусы Боме к 15°C и находят по таблице для азотной кислоты процентное содержание, соответствующее приведенному удельному весу. Количество кислоты в моногидрате получают перемножением веса кислоты в натуре на ее процентное содержание.

Примеры

1. В цистерну залито 2 м^3 слабой HNO_3 . Сколько килограммов 100%-ной HNO_3 содержится в 2 м^3 кислоты, если удельный вес ее $1,36$, температура 24° .

а) Находим вес в натуре: вес в натуре равен $2000 \cdot 1,36 = 2720\text{ кг}$.

б) Приводим удельный вес к 15°C : разность температур $24 - 15 = 9^{\circ}$; поправка на разность температур $9 \cdot 0,0012 = 0,0108$; удельный вес кислоты при 15°C будет равен $1,36 + 0,0108 = 1,370$; это соответствует (по таблице) $59,4\%$ -ному содержанию HNO_3 в кислоте.

Следовательно кислоты в моногидрате (100%-ной азотной кислоты) будет:

$$\frac{2720 \cdot 59,4}{100} = 1610\text{ кг}.$$

2. Выработано в течение часа $3,6\text{ м}^3$ кислоты; крепость 39°Вб ; температура $+8^{\circ}$. Определить вес в моногидрате.

а) Определим вес кислоты в натуре: по таблице для азотной кислоты находим удельный вес, соответствующий 39°Вб ; он равен $1,37$. Вес в натуре $3600 \cdot 1,37 = 4922\text{ кг}$.

б) Приводим крепость кислоты к 15°C : разность температур $15 - 8 = 7^{\circ}\text{C}$; поправка на $7^{\circ}\text{C} = 0,1 \cdot 7 = 0,7^{\circ}\text{Вб}$. Крепость кислоты будет $39 - 0,7 = 38,3^{\circ}\text{Вб}$; процентное содержание HNO_3 по таблице равно $57,57$.

в) Определяем количество кислоты в моногидрате: вес в моногидрате равен $4922 \cdot 0,5757 = 2834\text{ кг}$.

Для подсчетов производственного порядка, когда особой точности не требуется или когда температура кислоты мало отличается от 15°C , можно пользоваться еще следующим методом подсчета.

Пример. Объем кислоты 5000 л ; удельный вес $1,35$; температура 20°C .

В таблице для азотной кислоты в графе „1 л содержит HNO_3 (кг)“ находим для удельного веса $1,35$ соответственно $0,753\text{ кг}$.

Вес в моногидрате будет $5000 \cdot 0,753 = 3765\text{ кг}$.

Можно пользоваться при не требующих точности подсчета следующим методом:

Пример. Удельный вес кислоты $1,300$; температура 25°C , объем кислоты 10 м^3 ; поправка на температуру $(25 - 15) \cdot 0,001 = 0,01$; удельный вес азотной кислоты при 15°C будет $1,3 + 0,01 = 1,31$.

В таблице 3, в 4-й графе находим содержание HNO_3 в 1 л кислоты удельного веса 1,31; оно равно 0,643, умножая объем на 0,643, получим вес в моногидрате: $10 \cdot 0,643 = 6,430 \cdot 1000 = 6430$ кг.

Химические свойства азотной кислоты

Азотная кислота является одной из самых сильных кислот. Она действует окисляющим образом на разнообразные вещества.

При окислении азотная кислота сама восстанавливается (отдавая кислород) до NO и NO_2 , азота и аммиака. Реакция окисления поэтому всегда сопровождается выделением окислов азота.

Действие азотной кислоты на металлы. Азотная кислота действует почти на все металлы; исключение составляют только некоторые из них: золото, платина, родий, иридий, тантал и др. Азотная кислота концентрации выше 45% слабо действует на чистый алюминий. При действии (окисление) азотной кислоты на металл образуются газообразные продукты, состоящие из окиси и двуокиси азота, а в некоторых случаях и аммиака. Кроме этих продуктов восстановления азотной кислоты происходит также образование азотнокислых солей металла.

Эта активность азотной кислоты затрудняла перевозку и хранение азотной кислоты до тех пор, пока не были найдены некоторые очень хорошо противостоящие действию азотной кислоты сплавы, как кремнистое железо (ферросилиций), хромистое железо, хромоникелевая сталь и др.

В настоящее время материалами, применяемыми в работе с азотной кислотой, являются: керамика, алюминий, сплавы железа с кремнием, сплавы железа с никелем и хромом и др.

О материалах, применяемых в азотнокислотной промышленности, будем говорить в следующей главе.

Контрольные вопросы

1. Почему техническая азотная кислота всегда желтого цвета?
2. Как действует азотная кислота на металлы?
3. Какое соотношение между удельным весом и градусами Боуэ?
4. Может ли азотная кислота содержащая 55% HNO_3 замерзнуть в зимнее время?

II. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АППАРАТУРЫ В АЗОТНО-КИСЛОТНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

В этой главе мы дадим краткие сведения о металлах, сплавах, керамике и других материалах, применяемых в азотнокислотной промышленности.

В настоящее время в огромном большинстве в качестве кислотостойких материалов применяют сплавы металлов, которые в сравнении с керамикой обладают большей механической прочностью, что позволяет не ограничивать величину аппаратов, а также строить их для любых давлений.

Алюминий

Широко распространенный в земной коре металл встречается исключительно в соединениях; основное из них Al_2O_3 — глинозем. Алюминий в виде Al_2O_3 входит как основная часть в состав минерала каолина (глина). Промышленная добыча алюминия началась с 1886 г., до тех пор он считался одним из самых редких металлов.

В настоящее время алюминий добывается электролизом из раствора глинозема в криолите (Na_3AlF_6), и добыча его достигает громадных размеров.

Алюминий — белый металл, на воздухе тускнеет от образования окиси, удельный вес алюминия 2,58; это один из самых легких металлов, он тягуч и ковок, температура плавления его 658°.

Получается алюминий для технических целей в относительно чистом виде: 98—99,5% Al.

Замечено, что, чем чище алюминий, тем лучше он сопротивляется разъеданию кислотами.

Влияние кислот и щелочей на алюминий.

Азотная кислота — крепкая HNO_3 — при обыкновенной температуре действует на алюминий незначительно, разрушение увеличивается с повышением температуры кислоты. На скорость разрушения алюминия кроме крепости и температуры кислоты влияет, как выше указано, чистота его, т. е. присутствие примесей; имеет также значение и способ

обработки. Цельнотянутый алюминий в несколько десятков раз более стоек в отношении действия кислот, чем литой. 30—40%-ная азотная кислота действует наиболее разрушающе; кислота более концентрированная и менее концентрированная действует менее сильно, поэтому нужно избегать употребления алюминия для хранения и перекачки кислоты указанной крепости. Нижеприводимые табл. 4 и 5 составлены по наблюдениям инж. Свешникова над образцами алюминия.

Таблица 4

Зависимость потери алюминия от крепости азотной кислоты

Крепость кислоты в %	Потеря алюминия на 1 м ² в 24 часа (в граммах)	
	при 40°	при 70°
12,77	25,22	51,05
24,79	32,19	
30,01	37,76	
34,11		
41,78		77,78
44,02	36,96	93,0
58,09		67,99
59,28	27,79	
68,85	21,55	
73,77	18,70	49,79
78,85		
88,44	17,53	
		32,50

На табл. 4 видно, что наибольшие потери были при 30—40% HNO_3 . С повышением температуры разрушение алюминия увеличивается очень значительно (табл. 5).

В производственных условиях алюминий применяют для хранения и перевозки концентрированной HNO_3 (цистерны).

Очень распространены алюминиевые трубы.

Сухие пары азотной кислоты и окислы азота действуют на алюминий очень слабо, но в присутствии влаги или паров других кислот разрушение очень заметно. Особенное значение имеет здесь способ обработки алюминия: сварной автогенный шов необработанный или холоднопрокованный разрушается в кратчайший срок; наоборот, тот же шов, но

Таблица 5

Зависимость потери алюминия от температуры азотной кислоты

Температура	Потеря алюминия в граммах в 24 часа на 1 м ² в кислоте с содержанием HNO ₃		
	в 82,40%	в 58,09%	в 14,11%
18°	3,70	11,90	21,77
22°	6,23	17,23	28,79
40°	13,24	44,34	46,42
50°	16,48	47,99	67,92
70°	42,09	97,91	132,29

тщательно прокованный нагорячо, значительно повышает свою кислотостойкость.

Серная и соляная кислоты. Эти кислоты сильно действуют на алюминий; даже в примеси к азотной кислоте в небольших количествах они быстро разрушают его, поэтому для работы с этими кислотами алюминий совершенно не употребляется.

Щелочи. Щелочи быстро разрушают поверхность алюминия, поэтому он для работы с ними, так же как и для работы с серной и соляной кислотами, не употребляется.

Свинец

Мягкий металл; свежий разрез свинца на воздухе быстро тускнеет, так как происходит окисление свинца кислородом воздуха. Удельный вес свинца 11,34; температура плавления 327,4°. Свинец легко прокатывается в листы и трубы различной толщины. Добывается свинец чаще всего из свинцового блеска PbS обжиганием и последующим восстановлением образовавшегося PbO углем.

Влияние кислот и щелочей на свинец

Серная кислота. Свинец всего лучше противостоит серной кислоте концентрации до 80% при обыкновенной и повышенной температуре. Высокие концентрации более сильно влияют на свинец, особенно при высоких температурах. Серная кислота с содержанием серной кислоты выше 95% и олеум оказывают неблагоприятное действие на свинец.

Поэтому в концентрационных аппаратах не рекомендуется получать купоросное масло выше 94—95%, так как оно частично разъедает (при высокой температуре) свинцовую аппаратуру.

На быстроту разрушения свинца влияют примеси других металлов. Особенное влияние оказывают примеси мышьяка и цинка; их содержание в свинце не должно превышать 0,01%.

Для придания свинцу большей механической прочности употребляют сплавы его с сурьмой; сурьмы вводится до 12%; такой сплав носит название гартблея; следует отметить, что сопротивление действию серной кислоты от прибавления к свинцу сурьмы падает.

Азотная кислота разъедает свинец, поэтому его нельзя употреблять для работы с азотной кислотой. Против смеси кислот серной и азотной свинец более стоек.

Щелочи. Растворы $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH на свинец действуют разрушающе даже в малых концентрациях.

Железо

Обыкновенно в технике различают два сорта железа — чугуны и сталь. Чугун от стали отличается большим содержанием углерода, фосфора, кремния и других примесей. Содержание углерода в чугуне свыше 2%. Чугун очень хрупок, обработке поковкой не поддается.

Под сталью подразумевают все сорта железа, допускающие поковку без последующей обработки; сталь тягуча, хорошо размягчается при нагревании; содержание углерода в стали от 0,1 до 1,5%. В дальнейшем мы нередко будем употреблять термины: «железные» трубы, «железные» краны; это значит, что они изготовлены из мягкой стали с малым содержанием углерода. Железо — металл; удельный вес его 7,86, температура плавления 1529° , атомный вес 55,84. Железо довольно распространенный элемент, встречается главным образом в соединениях с кислородом (Fe_2O_3 и Fe_3O_4). Железная руда обрабатывается в доменных печах и оттуда выходит в виде чугуна, который идет частью на литье, в основной же массе перерабатывается в сталь.

Влияние кислот и щелочей на железо

Серная кислота. Концентрированная серная кислота (купоросное масло) 92—93%-ная при обыкновенной температуре и даже при кипячении действует на железо очень не-

значительно. При концентрации ниже 80% действие увеличивается.

Поэтому при работе с серной кислотой слабой (до 80%) железо не применяется. Таким образом можно считать, что область применения железа при работе с серной кислотой лежит в пределах ее крепости от 85 до 98%, включая и олеум (серная кислота с содержанием свободного SO_3).

Азотная кислота. При низких концентрациях чрезвычайно сильно разъедает железо; при увеличении концентрации кислоты до 95—97% железо «пассивирует», т. е. покрывается защитной пленкой из окиси, и влияние кислоты ослабляется. Нередко крепкую азотную кислоту хранят в железных сосудах в смеси с купоросным маслом (8—12%), купоросное масло является как бы водудотнимающим средством, в силу чего действие кислоты на железо незначительно. Это действие еще более уменьшается, если хранение производится в герметических сосудах (без доступа воздуха). В открытых сосудах вследствие попадания влаги из воздуха она, перемешиваясь с парами кислоты, расслабляет их и образует таким образом слабую кислоту, которая осаждается на стенки и травит сосуд.

Щелочи. Чугун и сталь хорошо противостоят щелочам при обыкновенной температуре; при повышенной температуре действие щелочей на чугун и сталь увеличивается. Аммиак разведенный (водный) и жидкий на железо действует очень слабо; чугун еще более стоек.

Медь

Металл красноватого цвета, удельный вес его 8,933, точка плавления 1083° ; тягучий ковкий металл. Медь по отношению к чрезвычайно слабым растворам кислот неустойчива; растворов аммиака медь не выдерживает, поэтому там, где имеется аммиак, должно избегать употребления меди. Благодаря тому что медь в чистом виде малоустойчива применяют ее в сплавах (бронза, латунь и сплав с никелем).

Бронза. Сплав меди с оловом и цинком; в зависимости от назначения бронзы, в нее вводят еще некоторые металлы; процент олова доводят до 32.

Бронза обладает большей устойчивостью, чем железо, и там, где железо ставить нельзя, ставят бронзу. В сплаве с 11% олова бронза очень хорошо сопротивляется действию серной кислоты, а с 5—10% алюминия — действию соляной и серной кислот. Из бронзы изготавливают чаще всего вентили, краники, трубки и пр.

Латунь. Сплав меди с цинком (20—40% цинка); употребляется для различного рода литья, проката и в штампованном виде для мелких поделок (краны, трубки, измерительные приборы); хорошо поддается механической обработке. Существует различного рода латунь: марганцевая латунь — меди 60%, цинка до 40%, марганца 1—2% — хорошо сопротивляется морской воде; кремнистая латунь — медь 56—62%, цинка 35—43%, кремния от 0,2 до 1,5% — устойчива против кислот и щелочей.

Хром

Стальносерый металл с удельным весом 6,9 и температурой плавления 1520°; обладает большой твердостью. Слабая азотная кислота растворяет хром, но крепкая кислота на него не действует; она делает хром пассивным, очевидно образуя на поверхности пленку окиси хрома, которая защищает металл от действия кислоты. Хром в химической промышленности употребляется как важнейшая часть хромистых кислотоупорных сталей. Добывается главным образом из хромистого железняка восстановлением с углем. Феррохром служит для приготовления сталей.

Никель

Серебрянобелый металл, довольно твердый, ковкий и тягуч. Удельный вес 8,8, температура плавления 1452°, не окисляется на воздухе. Действие кислот на никель аналогично действию на железо и хром. Крепкая кислота пассивирует никель, так же как и хром. С щелочами никель совершенно не реагирует. Никель находит применение главным образом в производстве кислотоупорных сплавов.

Кремний

В природе встречается главным образом в виде кремнивого ангидрида SiO_2 и солей кремниевой кислоты, называемых силикатами. Кремний плавится при температуре 1410°. Образует многочисленные соединения с металлами. Эти кремнистые металлы очень тверды, находят широкое применение в технике; особенно распространен сплав кремния с железом — ферросилиций.

Кислотоупорные сплавы

Как видно из изложенного выше, сопротивление отдельных металлов по отношению к щелочам и кислотам незначительно. Разъедание кислотами и щелочами металлов

в большой степени зависит от концентрации первых. В химической промышленности в последнее время получили большое применение сплавы металлов. Для ясности изложения мы распределим эти металлы на несколько групп: 1) железохромистые сплавы; 2) железоникельхромистые сплавы; 3) железокремнистые сплавы.

1. Железохромистые сплавы. Железо с хромом дает ряд однородных твердых сплавов, обладающих кислотоупорными свойствами. Кислотоупорность зависит от состава сплава и от обработки его. Обыкновенно углерода в стали от 0,1 до 0,15%, хрома 12—18%. Приводим состав хромистой стали, широко применяемой в азотнокислотных производствах.

Сталь № 1	%
Хром	16—19
Никель	0,4
Углерод	0,13
Марганец	0,5
Сера и фосфор	0,025
Кремний	0,5
Железо	82,446—79,445

2. Железоникельхромистые сплавы. Эти сплавы отличаются от предыдущих хромистых сплавов большим содержанием никеля. Из существующих многочисленных сплавов приводим наиболее распространенные:

Таблица 6

Название сплава	Кем изготовлен	% углерода	% хрома	% никеля
V2A	Крупновский завод	0,25	20	1—7
V1M		0,15	14	1,8—2
Аниа	Англия	0,10	15	10—12

Особенно большое распространение получила сталь марки V2A. Это сплав серебринобелого цвета (температура плавления 1400°) обладает очень большим антикоррозийным свойством по отношению к азотной кислоте. Приводим таблицу действия кислот на V2A.

Как видно из таблицы, серная кислота довольно значительно разъедает V2A, поэтому нужно избегать применения сплава там, где с азотной кислотой попадает серная. Особенно влияние оказывает кипящая кислота. V2A легко поддается сварке; желательно при этом применять электро-сварку, так как ацетиленовая частично ослабляет антикоррозийные свойства стали.

3. Железосилицистые сплавы. Иначе они называются ферросилициевыми; содержание силиция в сплаве от 14 до 20%. Ферросилициевые сплавы носят самые разнообразные названия, например в Англии — тантайрон, айронак, в Америке — дюрайрон, в Германии — термисилид, в Италии — элианит.

Таблица 8

Состав отдельных ферросилициевых сплавов
(в процентах)

Состав	Айронак	Дюрайрон	Тантайрон	Элианит
Железо	83,99	82,23	82,83	82,4
Кремний	13,16	15,51	14,15	15,07
Марганец	0,77	0,66	22,5	0,6
Никель	нет	нет	нет	0,6
Углерод	1,08	0,2—0,6	0,75—1,25	0,6
Сера	0,05	0,01	0,05—0,15	0,6
Фосфор	0,78	0,57	0,05—0,1	0,6
Удельный вес .	6,71	6,44	6,86	6,87

Как видно из таблицы, содержание кремния выше 14%. Если кремния значительно меньше 14%, то антикоррозийные свойства ферросилиция по отношению к кислотам уменьшаются. При большем проценте кремния (25—30%) кислотоупорность сильно понижается; лучшим сплавом является ферросилиций с содержанием кремния 16%. Основным недостатком ферросилиция — это его механическая непрочность: он очень хрупок, трудно обрабатывается, шлифуется только наждаком, не выдерживает и дает трещины при резких изменениях температур. Сваривается ферросилиций так же трудно, как и чугун. Чтобы заварить его, необходимо разогреть всю деталь, а затем уже производить автогенную сварку. Обращение с ферросилициевыми изделиями поэтому должно быть самое осторожное и внимательное,

Керамика

Составными частями керамики являются CaO , Al_2O_3 и SiO_2 . Керамические изделия изготавливаются из глины, которой в смоченном состоянии можно придать любую форму.

Керамический материал не разъедается кислотами и щелочами. Основным недостатком его является хрупкость: он не выдерживает резкого изменения температур. Из керамики изготавливаются трубы, сосуды, отдельные аппараты и т. д.

Контрольные вопросы

1. Как действует азотная кислота на алюминий?
2. Каково взаимоотношение между крепостью азотной кислоты и ее действием на алюминий?
3. Для аппаратуры какого производства употребляется свинец?
4. Каково действие серной кислоты на железо в связи с ее крепостью?
5. Какие сплавы употребляются для аппаратуры азотнокислотного производства?
6. Какие достоинства и недостатки аппаратуры из керамики?

III. ОСНОВНЫЕ СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ АЗОТНОЙ КИСЛОТЫ

Как уже описано в введении, в настоящее время азотную кислоту получают главным образом из аммиака путем его окисления в окислы азота и последующего поглощения их водой.

Все же некоторое количество азотной кислоты получают из селитры и непосредственно из воздуха (окисление азота воздуха). Таким образом есть три способа получения азотной кислоты:

- 1) получение азотной кислоты из селитры;
- 2) получение азотной кислоты из окислов азота, полученных при окислении азота воздуха (способ дуговой);
- 3) получение азотной кислоты из аммиака (контактный способ).

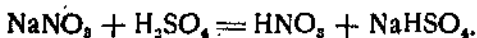
Получение азотной кислоты из селитры

Сырьем для этого способа главным образом является так называемая чилийская натриевая селитра NaNO_3 ; она получила это название потому, что добывается в Чили (Южная Америка).

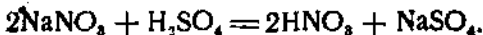
Состав такой селитры, поступающей на производство, приводим ниже:

NaNO_3	94,0—95,0%	Na_2SO_4	0,8—0,1%
NaCl	0,9—1,0%	MgCl_2	0,4—0,8%
KNO_3	1,0—1,5%	H_2O	1,0—3,0%

Кроме того содержатся: NaNO_2 , KClO_4 , MgSO_4 , CaSO_4 и т. д. Если селитру подогреть в смеси с серной кислотой, то происходит следующая реакция:



Кроме того может протекать вторая реакция:



Первая реакция протекает при температуре 140—160° и при избытке серной кислоты. Вторая реакция протекает при

более высокой температуре. Обыкновенно в производственных условиях ведут процесс по первой реакции.

Получающийся бисульфат NaHSO_4 , остающийся в реторте, переводится в жидкое состояние (нагреванием до 160°) и легко выпускается из реторты. Между тем сульфат, получающийся в твердом виде, трудно извлечь из реторты. Кроме того повышенная температура, необходимая для данного процесса, приводит к разложению азотной кислоты на NO_2 , воду и кислород.

Схема производства заключается в следующем (рис. 5).

На схеме представлена установка Валентинера, наиболее распространенная из установок такого типа.

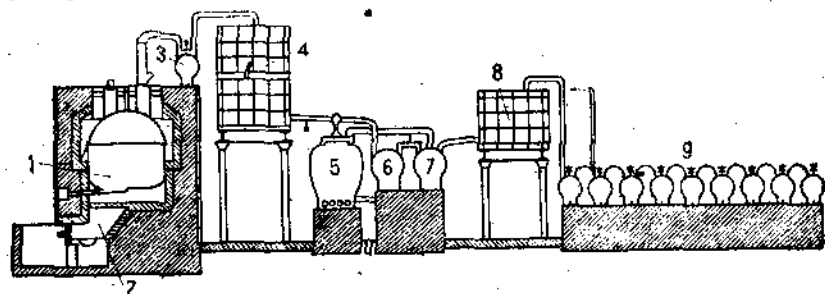


Рис. 5. Схема производства азотной кислоты из селитры.

1 — реторта, 2 — топка, 3 — конденсационный горшок, 4 — холодильник, 5 — производственный баллон, 6 — баллон для грязной кислоты, 7 — баллон, 8 — холодильник, 9 — баллоны для улавливания окислов азота и паров кислоты.

Селитра и купоросное масло (93—95%-ная серная кислота) загружаются в реторту 1. Реторта чугунная и вделана в печь 2. После загрузки серной кислоты и селитры верхний люк герметически закрывается. Весь процесс протекает под разрежением (500—600 мм водяного столба). Реторта начинает подогреваться, и при температуре $80-90^\circ$ наступает разложение селитры, вернее — реакция обмена между серной кислотой и селитрой. Натрий селитры переходит к серной кислоте с образованием бисульфата NaHSO_4 , а вместо натрия в NaNO_3 встает водород. Пары азотной кислоты из реторты поступают по керамиковой трубе в керамиковый сосуд 3. В сосуде 3 частично конденсируется азотная кислота. Из сосуда пары направляются в холодильники 4. Холодильники — змеевиковые керамиковые и соединены последовательно.

В холодильниках пары азотной кислоты конденсируются,

и оставшиеся пары и кислота поступают в баллон 6 или прямо в баллон 7. Обыкновенно кислота поступает в баллон 6 в начале процесса (грязная кислота). В середине процесса пары и кислота поступают в баллон 5 и оттуда, минуя баллон 6, в баллон 7.

Из производционных баллонов 5, 6, 7 кислота сливается в бутылки.

Несконденсировавшиеся пары и окислы далее направляются в холодильник 8, оттуда в систему баллонов 9. Первые четыре из них пустые, пятый наполнен водой, шестой с известковым молоком и остальные пустые. Оставшиеся газы высасываются из системы вакуумнасосом и выбрасываются в атмосферу.

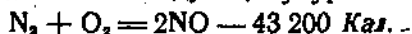
В конце разложения температуру повышают до 120—130°. После выделения всей азотной кислоты из селитры останавливается вакуумнасос, и температура в реторте доводится до 160—170° (для расплавления бисульфата). Бисульфат вытравляется из реторты через штуцер.

Крепость полученной кислоты 99%. Производительность 2—3 т в сутки. Валентинеровский способ получения HNO_3 всюду (в том числе и у нас) почти полностью оставлен и вытеснен контактным методом окисления аммиака.

Получение азотной кислоты дуговым способом

Этот способ основан на свойстве азота соединяться с кислородом в окись азота при температурах выше 1500°.

Реакция протекает по следующему уравнению:



Для получения двух молекул NO необходимо затратить 43 200 Кал. Высокая температура создается вольтовой дугой.

Вольтова дуга получается тогда, когда ток высокого напряжения будем пропускать через два разведенных угля; один из них соединен с положительным полюсом, другой с отрицательным. Тогда между углями будет непрерывно проскакивать искра, и образуется слой раскаленного газа, т. е. пламя.

Положительный электрод сгорает обыкновенно быстрее отрицательного. Свет испускает образующийся на положительном электроде так называемый кратер. В печах для получения окислов азота электроды делаются медными.

Температура в контактном аппарате достигает 3 000—4 000°. Принцип работы заключается в следующем: воздух (состоящий из 4 объемов азота и 1 объема кислорода) вентилятором нагнетается в контактную печь. Приводим описание наиболее распространенной печи типа Беркеланда и Эйде (рис. 6).

Печь представляет камеру, сделанную из огнеупорного кирпича. Внутри вставлены медные электроды 3. Для при-
дания пламени вольтовой дуги дискообразной формы
установлены электромагниты 2. Диаметр дуги около 3 м.
Воздух, проходя по каналам, подогревается до $700-800^{\circ}$ и
поступает в реакционное пространство. Здесь азот вступает
в реакцию с кислородом. Нитрозные газы из печи с содер-
жанием NO 1,5—2,0% направляются в котлы для получе-
ния пара (использование тепла
нитрозных газов), отсюда в хо-
лидильники и затем в башни для
окисления NO в NO_2 и N_2O_5 . При
дальнейшем поглощении окис-
лов водой образуется азотная
кислота.

Обыкновенно получается 40—
45%-ная азотная кислота. Рас-
ход электроэнергии приближи-
тельно 16,6 квт·ч на 1 кг азот-
ной кислоты.

Недостатками данного спосо-
ба являются:

1. Большой расход электро-
энергии. Кроме того нужно учи-
тывать, что на получение окис-
лов расходуется только 3—4%
электроэнергии, 10% могут быть
использованы для подогрева,
87% теряются безвозвратно.

2. Весьма незначительная кон-
центрация окислов азота, что
требует громадных окислительных объемов абсорбцион-
ных башен.

Таким образом этот способ может применяться только
там, где имеется дешевая электроэнергия (гидроэлектростан-
ции на водопадах, реках и т. д.). Такие заводы работают
в Норвегии.

Получение азотной кислоты окислением аммиака

Нами уже сказано, что основное количество азотной кис-
лоты получается методом окисления аммиака с последую-
щим поглощением окислов азота.

Еще в прошлом столетии (1840 г.) ученый Кульман, про-
пуская воздушноаммиачную смесь над раскаленной плати-

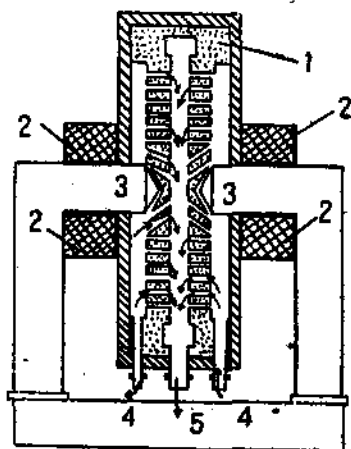
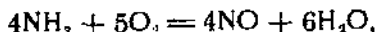


Рис. 6. Печь Биркеланда и
Эйде.

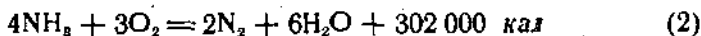
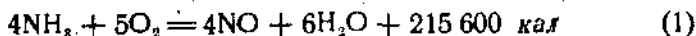
1 — футеровка печи, 2 — электромаг-
нит, 3 — электроды, 4 — вход воздуха,
5 — выход нитрозного газа.

ной, получал окислы азота и из них азотную кислоту по реакции:



но так как аммиак был дорог, то этот метод не получил развития и распространения. Только в 1900 г. Оствальд и другие стали заниматься вплотную вопросом контактного окисления аммиака. Уже перед войной в Германии появился ряд заводов, работающих по методу Оствальда. В России первый завод был построен в 1915 г. в Юзовке — ныне Сталино.

Аммиак в смеси с воздухом (10—11% NH_3 , 89—90% воздуха) в присутствии катализатора¹ сгорает по следующим уравнениям:



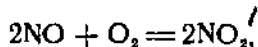
Реакция (2) преобладает тогда, когда аммиак сжигается без катализатора. В присутствии же катализатора (платина, окись железа и др.) реакция протекает по уравнению (1) с образованием окиси азота.

В производственных условиях 90—95% аммиака превращаются в окись азота, 5—10% — в азот.

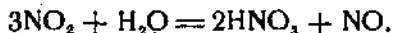
Выделение громадного количества тепла при реакциях поддерживает в контактном аппарате температуру 700—800° (в зависимости от процентного содержания аммиака в смеси и от предварительного подогрева).

Таким образом реакция (2) является для нас вредной, реакция (1) полезной. Об условиях, способствующих образованию окиси азота, мы будем говорить позднее.

Полученная окись азота, охлажденная до 30—40°, окисляется в двуокись:



Двуокись, реагируя с водой, дает азотную кислоту:



Выделившаяся окись азота снова окисляется до NO_2 и N_2O_4 и поглощается водой, и т. д.

Процесс окисления аммиака и поглощение окислов азота может вестись под давлением и без давления; в большинстве заводских установок этот процесс производится без давления.

¹ Катализатором называется вещество, ускоряющее реакцию.

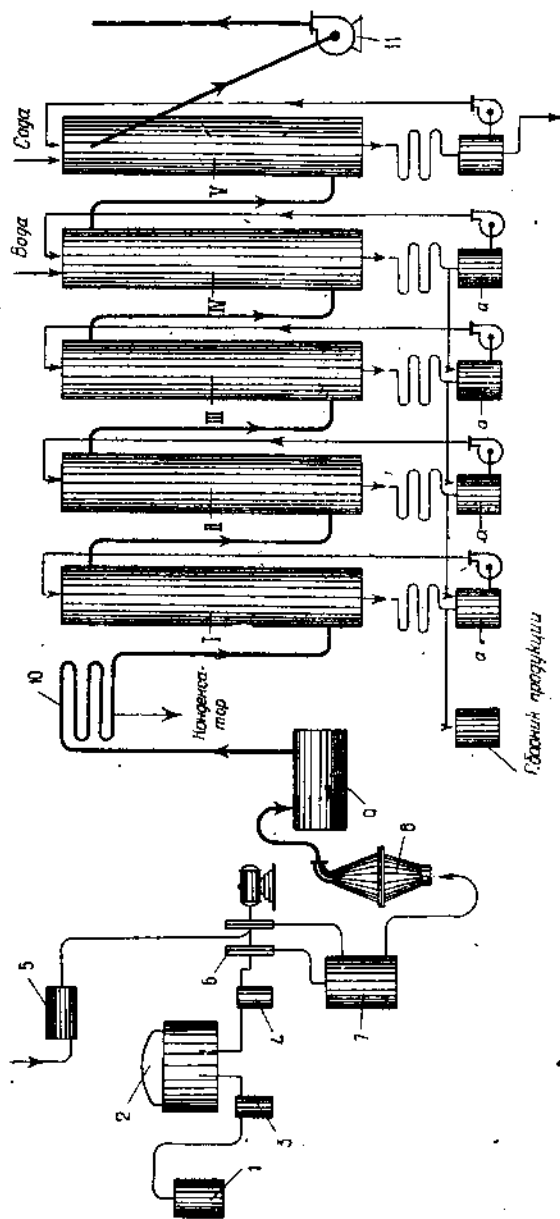


Рис. 7. Типовая схема производства азотной кислоты окислением аммиака.

1 — испаритель жидкого аммиака, 2 — газодержатель, 3-4 — влагоотделитель, 5 — воздушный фильтр, 6 — аммиачновоздушный эксгаузер, 7 — смеситель, 8 — контактный аппарат, 9 — теплообменный котел, 10 — охлаждающий конденсатор, 11 — хвостовой вентилятор, I, II, III, IV, V — абсорбционные башни, VI — башня для кислоты.

Установки без давления

Приводим схему работы типовой установки для получения азотной кислоты из аммиака без давления (рис. 7).

Жидкий аммиак испаряется в испарителе 1, откуда направляется в газгольдер 2. Из газгольдера аммиак подается вентилятором 6 в смеситель 7. Другим вентилятором, поставленным на одной оси с аммиачным, в смеситель подается воздух, предварительно проходящий через фильтр 5. Аммиак перемешивается с воздухом и подается в контактный аппарат, в котором происходит окисление аммиака в окись азота.

Газы с окислами азота (так называемые нитрозные газы) проходят через обычный жаротрубный котел 9; в трубки котла поступает газ, между трубок — вода. За счет тепла нитрозных газов получается пар.

Температура на контактном аппарате 700—800°, процент аммиака в смеси 10—11. Газы с температурой 150—200° из котла направляются в газовый холодильник 10. В газовом холодильнике происходит конденсация паров воды (полученных в результате реакции), охлаждение газов, частичное окисление окиси азота в двуокись и частичное образование азотной кислоты; слабая HNO_3 из холодильника направляется в конец абсорбционной системы в бак с кислотой соответствующей крепости.

Нитрозные газы из газового холодильника с температурой 30—40° поступают в абсорбционную башню, где орошаются 40—50%-ной азотной кислотой. Здесь происходит окисление NO в NO_2 и поглощение двуокиси азота водой и укрепление азотной кислоты.

Непоглощенные окислы из первой башни протягиваются вниз второй башни, в которой также производится орошение их азотной кислотой.

Непоглощенные во второй башне окислы направляются вниз третьей башни, которая в свою очередь орошается азотной кислотой, и т. д.

Последняя башня орошается слабой азотной кислотой, и туда же поступает вода. Продукция выводится или из первой или из второй башни; крепость азотной кислоты 48—53%.

Обыкновенно в конце системы две башни и железные скрубера орошаются раствором соды с целью более полного поглощения окислов азота; при этом получается смесь нитрата и нитрита натрия:



В конце системы установлен вентилятор 11, который вытягивает непоглощенные газы и выбрасывает их в атмосферу. Благодаря этому по всей системе имеется разрежение (вакуум).

Абсорбционные башни монтируются из стали (кислотоупорной), керамики или сложены из гранита. Внутри башни наполнены насадкой (кольца Рашига, керамиковый бой и т. п.).

Установки под давлением

Уже давно было известно, что при ведении процесса получения азотной кислоты под давлением реакция окисления окиси азота в двуокись и поглощение двуокиси идет много быстрее, чем без давления.

Соответственно повышается и производительность установки. Вопрос технически был разрешен только тогда, когда была изготовлена аппаратура, одновременно устойчивая против действия азотной кислоты и выдерживающая давление выше атмосферного. Таким материалом для изготовления аппаратуры служит высокохромистая сталь.

В настоящее время имеется два типа установок: установка типа Дюпон (распространена особенно в Америке) и установка типа Фаузера.

В установке Дюпон окисление аммиака и поглощение окислов азота проводится под давлением 6—7 ат. В установке Фаузера самое окисление проводится без давления, а сжимаются полученные в результате окисления нитрозные газы; таким образом под давлением ведется только абсорбция.

Подробно об этих установках будем говорить ниже.

Контрольные вопросы

1. В чем состоит процесс получения азотной кислоты из селитры?
2. На чем основан дуговой процесс получения азотной кислоты?
3. По каким химическим реакциям идет процесс получения азотной кислоты окислением аммиака?

Аммиак

Основным сырьем для производства азотной кислоты в контактном методе является аммиак.

Аммиак при обыкновенной температуре — бесцветный газ, острого запаха, вызывающий слезы и удушье. Весьма энергично растворяется в воде: 1 объем воды при 20° и 760 мм давления растворяет 710 объемов аммиака. При растворении выделяется тепло.

1 м³ газообразного аммиака весит при 0° и 760 мм давления 0,7708 кг.

Химические свойства аммиака

Характерным свойством аммиака является способность его сгорать в струе кислорода зеленым пламенем. Реакция протекает по формуле:



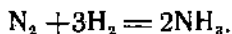
Если содержание аммиака в смеси выше 14%, то смесь сильно взрывает. При пропускании воздушноаммиачной смеси через раскаленный катализатор (платина) получается окись азота.

Водный раствор аммиака ведет себя, как основание, и образует с кислотой соли аммония.

Получение аммиака

Основным методом получения аммиака в настоящее время является синтез его непосредственно из азота и водорода.

Азот и водород при давлениях 150—1000 ат при температуре 450—500° в присутствии катализатора соединяются по реакции:



Этим и пользуются в технике. Существуют разнообразные системы получения аммиака; из них наиболее распространены: 1) способ Казале, где синтез проводится под дав-

лением 800 ат; 2) способ Нитрожен, в котором синтез проводится под давлением 300 ат; 3) способ Габер-Бош — давление 200 ат; 4) способ Фаузера — давление 300 ат; 5) способ Клода — давление 1 000 ат. Кроме того имеется установка системы Уде, где давление 100 ат.

Приводим схему производства аммиака по способу Казале — наиболее распространенной системе в мире.

Для синтеза необходим водород и азот. Водород получают или по железо-паровому способу (разложением водяного пара в присутствии железа), или путем выделения

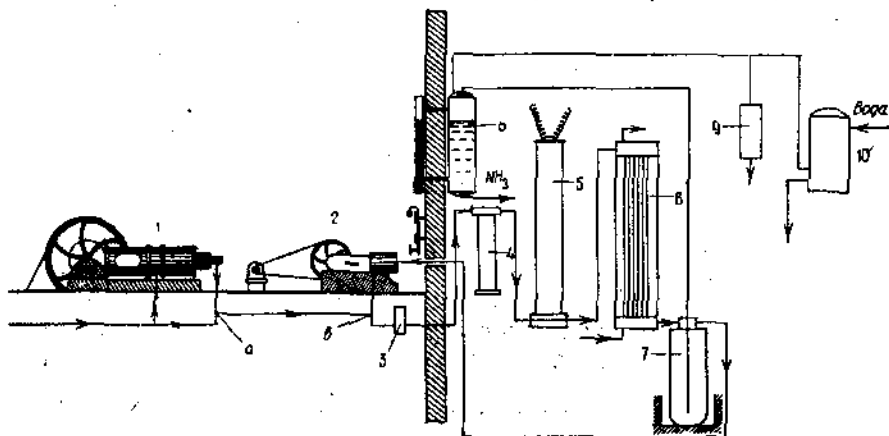


Рис. 7а — Схема синтеза аммиака по способу Казале.

1 — компрессор высокого давления, 2 — циркуляционный компрессор, 3 — Маслоотделитель, 4 — фильтр, 5 — Колонна синтеза, 6 — холодильник, 7 — приемник аммиака, 8 — сепаратор, 9 — фризгоуловитель, 10 — бак для поглощения аммиака.

водорода из коксового или водяного газа (метод глубокого охлаждения). Азот получают из воздуха перегонкой жидкого воздуха (аппараты Линде, Гейландта). Азот и водород перемешиваются в соотношениях 24—25% N_2 и 76—75% H_2 и сжимаются компрессорами высокого давления 1 (рис. 7а).

Сжатие воздушноаммиачной смеси производится в шесть ступеней (шестиступенчатый компрессор). Давление по ступеням распределяется приблизительно следующим образом:

первая ступень 2,4—2,5 ат,	четвертая ступень 100 ат,
вторая ступень 8,5—9 ат,	пятая ступень 300 ат.
третья ступень 34—35 ат,	шестая ступень 780—800 ат.

Сжатая азотоводородная смесь поступает в маслоотделитель шестой ступени 3, а затем в фильтр 4, основное наз-

начение которого дальнейшая очистка газа от примесей масла. После фильтра смесь поступает в контактный аппарат 5. Контактный аппарат Казале представляет собой цилиндрическую толстостенную колонну, имеющую внутри изоляционную, теплообменную и катализаторную трубы. Кроме того в середине колонны имеется спираль нагрева, питаемая электрическим током.

Катализаторная труба заполняется катализатором (железо с примесью активаторов — окисей алюминия никеля).

В контактном аппарате азот и водород в присутствии катализатора при температуре 500—540° и давлении 780—800 ат вступают в реакцию с образованием аммиака.

В аммиак переходит приблизительно 20% воздушноаммиачной смеси, вступающей в контактный аппарат.

Газы из контактного аппарата с температурой 220—250° направляются для охлаждения и выделения аммиака в обыкновенный трубчатый охлаждаемый водой холодильник. Благодаря охлаждению и высокому давлению аммиак переходит в жидкое состояние и направляется в приемник 7 (сосуд высокого давления). Здесь жидкий аммиак отделяется от азотоводородной смеси и отсюда периодически выжимается в сосуд низкого давления (35—40 ат). Из сосуда низкого давления жидкий аммиак направляется в хранилища.

Оставшаяся азотоводородная смесь из приемника 7 поступает в циркуляционный насос 2. Циркуляционный насос служит для передвижения азотоводородной смеси через систему аппаратов: фильтр-колонна-холодильник-приемник. Перед фильтром производится добавка в циркуляцию новой азотоводородной смеси, приблизительно (по объему) такое количество, сколько перешло в аммиак в колонне.

Когда жидкий аммиак из приемника 7 переходит в сосуд 8, то в связи с резким падением давления с 800 до 35—40 ат выделяется большое количество растворенных в жидком аммиаке газов: метана, водорода, азота. Кроме того выделяется и газообразный аммиак. Для улавливания аммиака на пути движения газов ставится башня 10, орошаемая водой. Здесь получают аммиачную воду. Остальные примеси — метан, часть азотоводородной смеси — выбрасываются в атмосферу.

Катализатором является главным образом окись железа с примесью так называемых активаторов (окиси щелочных металлов и алюминия).

В контактных аппаратах окись железа восстанавливается

водородом до чистого металлического железа, которое и является катализатором.

Для получения 1 т аммиака затрачивается 2 200—2 250 м³ водорода и 730—740 м³ азота. Расход электроэнергии 1 400—1 500 квт-ч.

Кроме прямого синтеза аммиак может быть получен из коксовых газов в виде аммиачной воды. Обыкновенно такая аммиачная вода содержит сероводород, угольную кислоту и др. Поэтому перед поступлением такой аммиачной воды в производство она должна очищаться от этих примесей, так как они чрезвычайно вредны для платинового катализатора. Очистка производится перегонкой аммиачной воды с известковым молоком.

Третий способ — это получение аммиака из цианамида кальция. Такой аммиак тоже сильно загрязнен различными примесями, являющимися ядом для катализатора.

Таким образом самым лучшим аммиаком для контактного окисления будет аммиак, полученный путем синтеза.

Обыкновенно жидкий аммиак содержит 98—99% чистого аммиака и 1—2% воды.

Понятие о критической температуре и давлении.

Сжижение аммиака

Газообразный аммиак, углекислый газ, сернистый газ могут быть переведены в жидкое состояние при обыкновенной температуре, если мы будем подвергать их сжатию. Газообразный аммиак, нагретый выше +132°, ни при каком сжатии не переходит в жидкое состояние. То же самое будет и с сернистым газом при температуре выше +157°, с водяным паром выше +374°.

Следовательно, чтобы перевести газ в жидкое состояние, нужно не только давление, но и известное понижение температуры. При определенной для каждого вещества температуре, называемой точкой кипения, мы можем получить жидкость при атмосферном давлении. Так, аммиак при температуре —33° и при давлении 1 ат — жидкость.

Температура, выше которой газ не может быть переведен в жидкость, называется критической температурой, а давление, при котором газ начинает сжиматься при критической температуре, называется критическим давлением.

Критическая температура и критическое давление для различных газов различны (табл. 9).

Критические температуры и критические давления для некоторых газов

	Критическая температура	Критическое давление
Аммиак	+ 132°	111,5 ат.
Воздух	— 140,7°	37,2 "
Азот	— 147°	33,0 "
Кислород	— 118°	50 "
Углекислота	+ 31°	73 "
Водяной пар	+ 374°	224 "
Сернистый газ	+ 157°	77,7 "

Отсюда понятно, почему долгое время не могли получить жидкого воздуха, азота, кислорода. По таблице видно, что для их сжижения необходима температура не выше указанной в таблице, между тем температуру ниже — 100° мы научились получать относительно недавно. Такие же газы, как аммиак, CO_2 , SO_2 , мы сжижаем при небольшом сжатии, так как этот процесс обычно протекает ниже их критической температуры. Так, при сжатии газообразного аммиака до 8—9 ат при температуре 15° получается уже жидкий аммиак. При обыкновенном давлении, аммиак сжижается при —33°.

Всякая жидкость испаряется при любой температуре и давлении, только это испарение иногда бывает совершенно незаметным на-глаз. При некоторой наивысшей температуре при данном давлении начинается бурное парообразование — кипение жидкости.

При определенном давлении кипение данной жидкости происходит всегда при одной и той же температуре. Эта температура носит название точки кипения.

Для того чтобы превратить 1 кг нагретой до температуры кипения жидкости в пар, необходимо затратить определенное количество тепла. Это количество тепла, различное для отдельных веществ, носит название скрытой теплоты испарения.

Количество тепла измеряется в калориях. Одна калория — это то количество тепла, которое нужно затратить для на-

грева 1 кг воды на 1°; эта калория носит название большой калории. Малая калория в 1 000 раз меньше.

Приводим величины скрытой теплоты испарения в больших калориях для некоторых жидкостей при температуре кипения и давления в 1 ат.

Аммиак	301	Толуол	85
Вода	539	Хлор	62
Спирт	210	Углекислота	56
Анилин	110	Эфир	90
Жидкий азот	48		

Свойством жидкого NH_3 переходить в газообразное состояние при обыкновенной температуре пользуются в холодильном деле.

Конденсацией называется обратное превращение пара в жидкость; при конденсации выделяется то количество тепла, которое поглощается данной жидкостью при испарении.

Точка кипения изменяется вместе с давлением. Чем выше давление, тем выше и точка кипения.

Для воды можно привести следующие данные:

Давление в атмосфе- рах	Точки кипе- ния в °С	Давление в атмосфе- рах	Точки кипе- ния в °С
1	99,1	6	158
2	119,6	7	164
3	132,8	8	169,6
4	142	9	174
5	151		

Если в замкнутом сосуде испарить какую-либо жидкость, то в пространстве над ней будет содержаться определенное количество пара. Дальнейший приток пара из жидкости приводит к обратной конденсации его в жидкость. Такое состояние пара называется насыщенным. Чем выше температура, тем больше нужно пара, чтобы пространство было насыщено.

Представим себе закрытый сосуд с жидким аммиаком (рис. 8). Температура аммиака — 33°. В данном случае давление газообразного аммиака будет 1 ат. Это соответствует насыщенному состоянию паров аммиака над жидким аммиаком. При повышении температуры будет повышаться и давление в сосуде, т. е. другими словами, часть жидкого

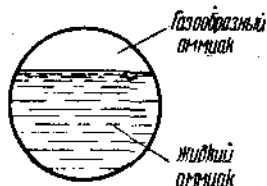


Рис. 8. Момент насыщения паров аммиака при 1 ат.

аммиака начнет переходить в газообразный аммиак, и это будет происходить до тех пор, пока пар не станет насыщенным. При дальнейшем повышении температура часть жидкого аммиака снова перейдет в газообразный аммиак. Давление газообразной фазы соответственно повысится. На табл. 10 показаны давления насыщенных паров аммиака.

Таблица 10

Давление насыщенных паров аммиака

Температура в °C	Абсолютное давление в ат	Скрытая тепло- та испарения в Кал/кг
- 35	0,95	327,95
- 25	1,546	320,94
- 15	2,41	313,53
- 5	3,619	305,64
0	4,379	301,52
+ 5	5,259	297,26
+ 15	7,427	288,27
+ 20	8,741	283,55
+ 30	11,89	273,59
+ 40	15,85	262,85

В третьей графе показана теплота испарения аммиака в Кал/кг. Из таблицы видно, что при обыкновенной температуре (+20°) давление аммиака в закрытом сосуде должно быть 8,74 ат.

Для уменьшения давления в сосуде с аммиаком нужно часть газообразного аммиака выпустить, и таким образом давление его упадет.

Давление восстановится тогда, когда часть жидкого аммиака снова перейдет в газообразный.

Хранение аммиака

Хранение жидкого аммиака производится в железных сварных и прокованных в швах или клепаных резервуарах, выдерживающих давление до 30 ат. Емкость хранилищ от 10 до 50 м³.

Налив аммиака производится из хранилищ с большим давлением в хранилища с меньшим давлением. Обыкновен-

Но завод азотной кислоты имеет свои хранилища, давление аммиака в них 11—12 ат. На рис. 9 изображено хранилище для жидкого NH_3 .

Жидкий аммиак по трубам 1, 2 и 3 рис. 9 может подаваться в хранилище, по этим же трубам жидкий аммиак может передаваться потребителю. Наверху хранилища ус-

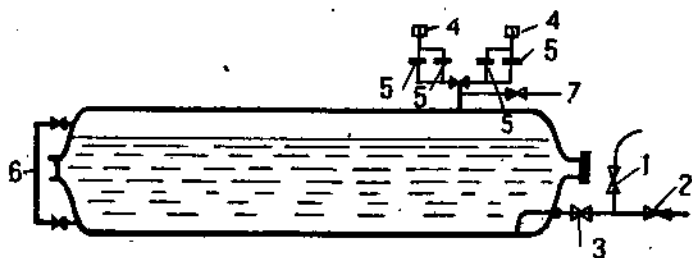


Рис. 9. Хранилище для жидкого аммиака.

тановлены предохранительные диски 5 и предохранительные клапаны 4. Кроме того у хранилища имеется мерное стекло 6 для наблюдения за уровнем аммиака в танке. Для выпуска газообразного аммиака имеется отводная трубка 7.

Аммиак передается по железным толстостенным трубопроводам; толщина стенки 5—7 мм. Особенно ходовыми трубами являются в 10—20 мм диаметром. Соединения труб фланцевые. Наибо-

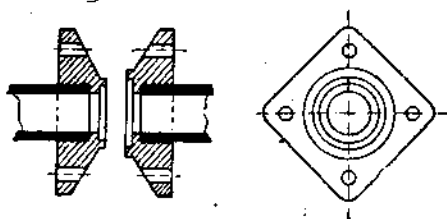


Рис. 10. Фланцы для аммиачных трубопроводов.

лее распространенный тип фланцев показан на рис. 10. Между фланцами ставится свинцовая прокладка.

Вентили делают из обыкновенной стали. Очень опасно оставлять жидкий аммиак в трубопроводе между двумя вентилями (закрытый участок), так как при повышении температуры может от давления аммиака лопнуть трубопровод.

Транспортирование жидкого аммиака

Жидкий аммиак перевозится в специальных стальных цистернах, выдерживающих давление до 35 ат. Снаружи они изолированы.

Каждая цистерна снабжена предохранительным клапаном

на случай превышения давления сверх нормального (12—13 ат). Предохранительный клапан устроен и работает следующим образом (рис. 11).

К нижнему отверстию корпуса клапана подводится труба, сообщенная с цистерной. Давление аммиака передается на

поршень 1, передвигающийся в направляющих 3 и снабженный отверстием 2.

При возрастании давления сверх отрегулированного поршень 1 поднимается вверх, и аммиак начинает выходить через отверстие 2 наружу. Стержнем 5 можно отрегулировать клапан на определенное давление сжатием или ослаблением пружинки 4. Жидкий аммиак можно перевозить и в обыкновенных железных цистернах. Для этого нужно охладить аммиак до -30° и изолировать цистерну.

Испарители аммиака

Перед поступлением на аппараты жидкий аммиак необходимо испарить. Испарители аммиака очень просты по своему устройству. Один тип испарителя изображен на рис. 72.

Испарители могут быть также трубчатого типа. Аммиак

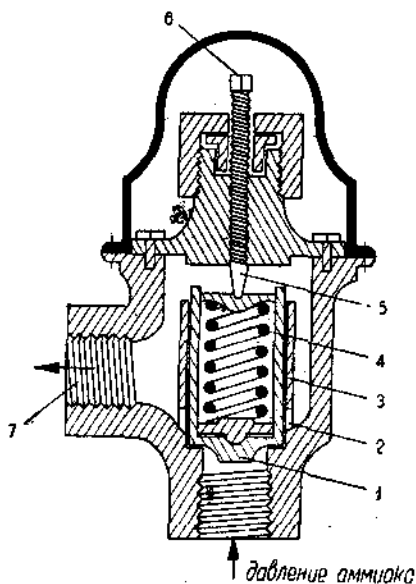


Рис. 11. Предохранительный клапан.

1 — поршень, 2 — отверстие для газа, 3 — направляющие поршня, 4 — пружина, 5 — регулирующий стержень, 6 — головка регулирующего стержня.

поступает пар, а между трубок — жидкий аммиак. Аммиак испаряется теплом конденсирующегося пара и передается в газгольдер.

Паровой конденсат выводится из трубок через конденсационные горшки. Конденсационные горшки пропускают только конденсаты. Таким образом достигается полное использование пара. Конденсат в установках под давлением используют для орошения башен. Аммиачную воду со дна испарителя спускают в хранилище для аммиачной воды. На некоторых заводах испарение аммиака производят непосредственно в танках, для чего туда вводят паровые трубки.

Аммиачная вода

Аммиачная вода — это раствор аммиака в воде. Такой раствор имеет все свойства щелочи. Лакмусовая бумажка, опущенная в аммиачную воду, синее. Правильнее называть такой раствор раствором гидрата окиси аммония NH_4OH . Группа OH и придает аммиачной воде щелочной характер.

Растворимость аммиака в воде зависит от температуры и давления. Приводимая таблица это показывает.

1 л воды растворяет при указанной температуре и давлении нижеследующие количества аммиака в килограммах (табл. 11).

Таблица 11

Растворимость аммиака в воде в кг/л

Абсолютное давление в ат	0°	20°	30°	50°	60°	70°	90°	100°
0,1	0,22	0,085	0,043	—	—	—	—	—
0,5	0,57	0,337	0,247	—	0,065	0,030	—	—
1,0	0,88	0,515	0,400	0,224	—	0,104	0,026	—
2,0	1,62	0,812	0,632	0,389	0,299	0,224	0,106	0,064
3,0	2,40	—	0,839	0,524	0,414	0,324	0,179	0,124
4,0	—	—	1,044	0,639	0,512	0,406	0,241	0,177
5,0	—	—	—	0,758	0,605	0,482	0,300	0,288

Как видно из этой таблицы, чем ниже температура раствора и чем выше давление, тем растворимость увеличивается.

При атмосферном давлении соотношение между удельным весом и процентным содержанием аммиака в аммиачной воде показано в табл. 12.

Показанной в третьей графе поправкой уд. в. на температуру нужно пользоваться следующим образом.

Пример. В цистерну залито аммиачной воды 6 м³, температура 20° (удельный вес 0,908).

Вес аммиачной воды в килограммах

$$6\,000 \cdot 0,908 = 5\,648 \text{ кг.}$$

Поправка на 1° по таблице равна 0,00053. Приводим к 15°. Поправка на (20—15) составит $5 \cdot 0,00053 = 0,00265$, следовательно удельный вес аммиачной воды при 15° будет:

$$0,908 + 0,00265 = 0,91065.$$

По таблице находим содержание NH_3 , равное 24,99%.

Вес растворенного аммиака равен

$$5\,648 \cdot 24,99 : 100 = 1\,412 \text{ кг.}$$

Таблица 12

Соотношение между удельным весом аммиачной воды и процентным содержанием в ней аммиака

Удельный вес при 15°	Процентное содержание NH_3	Поправка для $\pm 1^\circ$	Удельный вес	Процентное содержание NH_3	Поправка для $\pm 1^\circ$	Удельный вес	Процентное содержание NH_3	Поправка для $\pm 1^\circ$
1,000	0,00	0,00018	0,980	4,80	0,00023	0,946	13,88	0,00037
0,998	0,45	0,00018	0,974	6,30	0,00024	0,936	16,82	0,00041
0,996	0,91	0,00019	0,968	7,82	0,00026	0,932	18,03	0,00042
0,994	1,37	0,00019	0,964	8,84	0,00027	0,922	21,12	0,00046
0,992	1,84	0,00020	0,960	9,91	0,00029	0,910	24,99	0,00052
0,990	2,31	0,00020	0,954	11,60	0,00032	0,908	25,65	0,00053
0,986	3,30	0,00021	0,950	12,74	0,00034	0,900	28,33	0,00057
0,982	4,30	0,00022						

По стандарту в аммиачной воде должно быть аммиака 24%, с отклонением $\pm 1\%$ в ту или иную сторону. Она не должна содержать следующих посторонних примесей: сероводорода, органических веществ, тяжелых металлов.

Аммиачная вода, полученная из синтетического аммиака, обыкновенно очень чиста. Примеси попадают в нее вместе с водой при поглощении; обычно — это сернокальциевая соль, серномагниева соль, углекислый магний и кальций.

Аммиачная вода, получаемая поглощением газообразного аммиака при коксовании каменного угля, содержит серу, сероводород, углекислоту и разные другие неорганические и органические примеси. При употреблении такой аммиачной воды для окисления, ее для очистки предварительно перегоняют с известковым молоком.

Аммиачная вода перевозится в железных цистернах. Слив аммиачной воды из цистерн производится или через нижний клапан или через верх сифоном.

Газгольдеры

Регулирование потока жидкого аммиака производится по газгольдеру. Нормально в газгольдере аммиак должен занимать половину его или $\frac{3}{4}$.

Газгольдер служит для создания некоторого запаса и определенного давления газообразного аммиака с целью бесперебойного и равномерного снабжения завода аммиаком.

У каждого завода, работающего без давления, строится газгольдер емкостью 300—600 м³.

Устроен он следующим образом (рис. 12).

Железный колокол 1 опущен в пространство, заполненное водой и сверху маслом (затвор); внутри имеется другой неподвижный колокол 3, служащий одновременно стенкой для затвора.

Колокол 1 поддерживается давлением аммиака. Сбоку газгольдера установлена шкала с якорем, показывающим, сколько кубометров аммиака находится в газгольдере.

Масло заливается для того, чтобы не было потери аммиака в атмосферу, — известно, что масло плохо поглощает аммиак.

Газообразный аммиак всегда содержит в себе часть воды (из жидкого аммиака), поэтому перед входом в газгольдер и на выходе на трубопроводах ставятся конденсационные горшки 4 и 5, представляющие собой, как показано на рис. 12, пустой цилиндр с вводом и выводом аммиака. Капли воды осаждаются в этом цилиндре и в виде аммиачной воды выкачиваются оттуда насосом. Важно регулярное откачивание аммиачной воды из конденсационных горшков, так как в противном случае будет нарушен равномерный поток аммиака в систему.

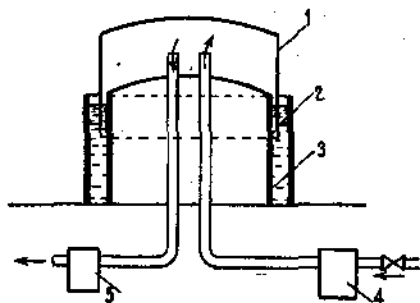


Рис. 12. Схема газгольдера.

1 — колокол газгольдера, 2 — слой масла, 3 — гидравлический затвор, 4—5 — влагоотделители.

Воздух

Помимо аммиака для производства азотной кислоты является воздух.

Необходимый для окисления аммиака кислород поступает в аппарат для смешения в виде воздуха. Образующий атмосферу земли воздух, как известно, состоит из азота и кислорода, но кроме азота и кислорода он включает еще аммиак и другие азотистые соединения, следы водорода, метана, перекись водорода, углекислый газ, озон, водяной пар и благородные газы — аргон, гелий, неон, и др. Со-

держание кислорода в воздухе более или менее постоянно: 20,8—21,1% по объему. Углекислоты содержится в атмосфере 0,0345—0,040%.

Лишенный паров воды и углекислоты воздух имеет следующий состав:

Азот	78,05	объемных	процентов
Кислород	21	"	"
Благородные газы .	0,95	"	"

Аммиак, перекись водорода, озон содержатся в тысячных долях процента.

Сера обнаруживается только вблизи сернокислотных заводов и на территории завода. Она находится в воздухе в виде сернистого газа SO_2 , сероводорода и др. Кроме того в воздухе может быть и фосфористый водород PH_3 , главным образом вблизи заводов по производству фосфора.

Водяного пара всегда имеется в атмосфере в среднем 1% летом и значительно меньше зимой. Кроме перечисленного в воздухе всегда имеется механическая пыль, особенно вблизи цехов дробления колчедана, печных отделов сернокислотного цеха, котельных и др.

В верхних слоях атмосферы количество кислорода и азота уменьшается, и постепенно увеличивается содержание озона, водорода и телурия.

1 м³ воздуха при 0° и 1 ат весит 1,293 кг.

Ниже мы увидим, насколько важно подавать чистый воздух в окислительную установку, так как все посторонние примеси, особенно H_2S , P_2O_5 , PH_3 и др., являются ядом для платинового катализатора. Механическая пыль, попадая вместе с воздухом на контактные аппараты, приводит к забиванию и засорению аппаратуры, к понижению активности платиновых сеток (понижению процента контактирования), к уменьшению срока работы сеток и к увеличению потерь платины.

В установках под давлением пыль, попадая в компрессор, изнашивает преждевременно цилиндры компрессора.

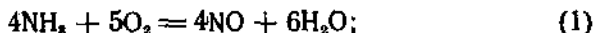
Очищение воздуха от примесей первого рода (газов) возможно только химическим путем, но так как их количества всегда очень незначительны, то это затруднительно и дорого и обыкновенно не практикуется. Таким образом единственным выходом из положения является подача чистого воздуха. Цеха азотной кислоты не должны располагаться близко от заводов, выбрасывающих вредные газы. Иногда целесообразно забирать воздух по специальному воздухо-

проводу из-за территории завода (из леса и т. д.). Очистка воздуха от механических примесей очень проста и заключается обыкновенно в пропускании последнего через слой промасленных стружек, колец Рашига.

Контрольные вопросы

1. Почему нельзя оставлять жидкого аммиака в участке трубы между двумя вентилями?
2. Какое свойство жидкого аммиака позволяет использовать его как охлаждающее вещество?
3. Можно ли перевозить жидкий аммиак в обыкновенных железных цистернах?
4. Что будет, если не откачивать воду из конденсационных горшков перед и после газгольдера?
5. На чертеже газгольдера показаны уровни масла внутри и снаружи газгольдера одинаковыми. Так ли будет при наполнении газгольдера газообразным NH_3 ?
6. Почему трубы с газообразным NH_3 всегда покрыты снегом и льдом, а с жидким нет?

Мы знаем, что на платиновых сетках контактного аппарата протекают две реакции:



Конечно в действительности реакция гораздо сложнее, и до сих пор нет ясной картины процесса, происходящего на платиновых сетках. Если процент выхода окиси азота на заводе 90, то обыкновенно подразумевается, что 90% аммиака прореагировало по реакции (1). По второй же реакции сгорело аммиака 10%. Рассмотрим, какие условия способствуют реакции (1), полезной для нас, и какие — реакции (2), для нас вредной. Следовательно мы должны говорить о наиболее выгодных условиях работы контактного аппарата.

Что же влияет на контактирование? На контактирование могут влиять следующие факторы:

- 1) катализаторы (состав катализатора);
- 2) концентрация кислорода в воздушно-аммиачной смеси;
- 3) время соприкосновения смеси с катализатором;
- 4) температура на катализаторах;
- 5) давление на сетках;
- 6) яды.

Катализаторы

Наиболее распространенным катализатором является, как мы знаем, платина. Платина — металл блестящебелого цвета, удельного веса 21,45. Температура плавления 1772° ; платина очень тягучий металл и может тянуться в проволочку до 0,01 мм в диаметре.

Раньше в качестве катализатора применяли платину в виде пластинок, пучков платиновых нитей, платинированных шариков и т. д. В настоящее время платина употребляется главным образом в виде плетеных сеток. В аппаратах Уде

платина применяется в виде свернутой фольги (лента). Кроме того за последнее время употребляют не чистую платину, а сплав платины с родием (5—10% родия).

Родий — это металл, родственный платине; он, с одной стороны, увеличивает активность катализатора и, с другой, механическую прочность сеток, тем самым снижая потери платины при окислении. Как сказано, добавка к платине некоторого процента родия увеличивает ее активность; это приведено на диаграмме (рис. 13).

Кривые даны для разных температур. На вертикальной линии отложены проценты выхода окиси азота, на горизонтальной — проценты родия. Как видно из диаграммы,

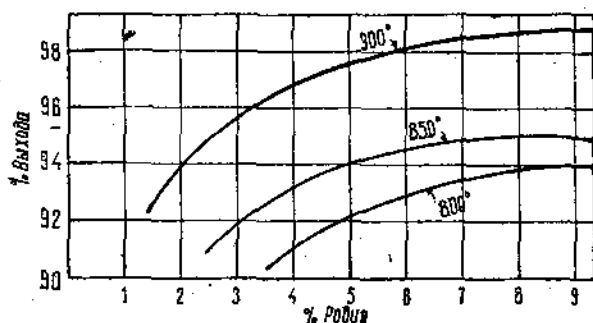


Рис. 13. Влияние добавки родия в платину на процент выхода NO.

вместе с повышением процента родия увеличивается и выход. Однако резкое увеличение выхода заметно до 10—11%, дальше выхода снова начинают понижаться.

Сетки укладываются в аппарат горизонтально или свертываются в спираль (аппарат Парсонса).

Диаметр ниток в сетках бывает от 0,04 до 0,07 мм, число отверстий на 1 см² от 1 024 до 3 600.

Наиболее употребительны сетки с диаметром нити 0,07 мм и числом отверстий 1 024 в 1 см².

Концентрация кислорода

Для проведения процесса окисления аммиак смешивается с воздухом. В нормально производственных условиях содержание аммиака в воздушноаммиачной смеси должно быть 10—10,5%. Для получения хороших выходов по окиси азота необходимо иметь определенное соотношение между

объемом кислорода смеси и объемом аммиака. Лучше это показать на примере.

Возьмем смесь состава:

NH_3	...	9,5%
N_2	...	71,5%
O_2	...	19%

Эта смесь называется нормальной смесью.

Мы знаем, что кислород нужен не только для окисления аммиака в окись азота, но и для окисления окиси азота в двуокись. Без добавления кислорода в абсорбцию отношение между объемом кислорода и аммиака должно быть не меньше 2. В приведенной нами смеси это выражено:

$$\frac{\text{процент } \text{O}_2}{\text{процент } \text{NH}_3} = \frac{19}{9,5} = 2.$$

Если отношение между объемом кислорода и аммиака становится меньше, то, с одной стороны, нужно добавить кис-

лород в абсорбцию (введение дополнительного воздуха), с другой стороны, мы обнаруживаем некоторое ухудшение контактирования. Значительным это ухудшение становится при смеси следующего состава:

NH_3	...	12,3%
O_2	...	18,4%
N_2	...	69,3%

Соотношение объемов кислорода и аммиака в этой смеси равно 1,5.

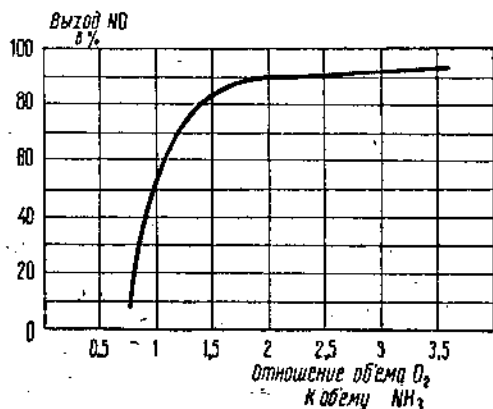


Рис. 14. Диаграмма влияния концентрации газов на процент контактирования.

Без добавления чистого кислорода не рекомендуется держать процент аммиака в смеси выше 11. Для наглядности приводим следующую диаграмму (рис. 14).

На вертикальной линии отложены проценты выходов, на горизонтальной — отношение объемов кислорода и аммиака.

Как видно, если отношение объема кислорода к объему аммиака равняется 1,5, то процент выхода равен 82, т. е. получим ухудшение выхода на 6—8% по сравнению с нормой (90%).

Мы увидим немного позднее, что на выход влияет и температура, а на температуру в свою очередь влияет процент аммиака, поэтому на практике получается несколько меньшее понижение процента контактирования.

Очень выгодно с точки зрения выхода направлять в смесь чистый кислород. Где имеется установка для получения кислорода, это всегда нужно делать. Кроме того добавочный кислород очень благоприятно влияет на окисление окиси азота в двуокись.

Время соприкосновения смеси с катализатором и температура

Реакция аммиака с кислородом начинается приблизительно с температуры 300° , только реакция протекает не с образованием окиси азота, а с образованием элементарного азота, т. е. по реакции (2) стр. 52

Улучшение в выходах начинается с температуры $500-600^{\circ}$; температура на катализаторе поддерживается температурой реакции, и практически можно считать, что каждый процент аммиака в смеси дает повышение температуры на $65-70^{\circ}$. Так, если процент аммиака 10, то температура $650-700^{\circ}$.

Кроме того на некоторых установках (Дюпон, Фаузер) для повышения температуры на контакте пользуются предварительным подогревом воздушно-аммиачной смеси, что создает благоприятные температурные условия для выходов.

Для дальнейшего изложения мы должны пояснить еще один новый термин, именно — скорость газового потока, или время соприкосновения газа с катализатором (сеткой).

Нужно сказать, что реакция окисления аммиака одна из самых быстрых реакций, и время измеряется тысячными долями секунды.

Таким образом нужно выяснить, какое влияние на выходы оказывают температура и время соприкосновения газа с катализатором. Эти две величины — время соприкосновения и температура — взаимно связаны между собой. Инж. Либбиксон приводит очень простую формулу этой связи:

$$T = -282 \lg Z.$$

Эта формула выведена на основании практических данных.

T — абсолютная температура на контакте (абсолютная температура — это градусы Цельсия + 273),

Z — время соприкосновения с катализатором в секундах.

T и Z — это величины, которые соответствуют наилучшим

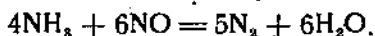
условиям, или, как говорят, это есть оптимальная температура и оптимальное время соприкосновения, т. е. при этом соотношении выхода наилучшие. На основании этой формулы можно вывести зависимость процента контактирования от температуры.

Будем подставлять в формулу Либинсона различные температуры и найдем:

T	Z	
$600 + 273^\circ$	0,0016	сек.
$700 + 273^\circ$	0,0007	"
$800 + 273^\circ$	0,000314	"
$900 + 273^\circ$	0,000138	"
$1000 + 273^\circ$	0,000062	"

Из приведенных данных видно, что при повышении температуры время соприкосновения уменьшается. Наибольших выходов (96—99%) удалось достичь при температуре 900—950°. При температурах 700—800° проценты выхода 90—92.

Следовательно контактные аппараты должны работать таким образом, чтобы время соприкосновения соответствовало приблизительно данному в таблице при данной температуре. При недостаточном времени соприкосновения, значительно меньшем, чем указано в таблице, имеет место проскакивание аммиака сквозь сетку. Проскочив через сетку, аммиак реагирует с NO по уравнению:



При медленном течении газа, т. е. при большем времени соприкосновения, чем нужно при данной температуре, окись азота на сетках может разложиться на кислород и азот, и кроме того может быть обратное попадание окиси азота в аммиак, что опять приведет к потерям окиси азота и аммиака.

Таким образом можно сделать следующие выводы:

1. Выход окиси азота с повышением температуры и одновременным уменьшением времени соприкосновения согласно приведенной таблице возрастает. Это также видно из диаграммы рис. 13. Наилучшие выходы установлены при температуре 900—950°.

2. С повышением температуры оптимальное время соприкосновения уменьшается.

3. Каждому времени соприкосновения соответствует определенная температура.

4. Каждой оптимальной температуре соответствует определенное время соприкосновения.

Кроме того практически наблюдается, что процент выхода при новых сетках (только что установленных в аппаратах) меньше, чем при сетках обработанных. Обыкновенно контактирование становится нормальным после 12—14 час. работы сетки на аппарате.

Давление

Несмотря на то что многие авторы (Фаузер и др.) утверждали, что процент выхода должен значительно уменьшаться с повышением давления, практика работы заводов Дюпон под давлением 7 ат показывает, что процент выхода уменьшается незначительно. Процент контактирования на аппаратах Дюпон достигает 96—97, на аппаратах без давления при этих же условиях 97—98. Таким образом нужно считать, что практически давление уменьшает выхода не больше как на 1 %.

Что же касается производительности аппарата, то выведено, что количество сжигаемого аммиака при работе на 8 ат в 4—4½ раза больше, чем при работе без давления, при одном и том же количестве платины. Обыкновенно сжигается 1½—2 кг аммиака на 1 г платины в сутки, тогда как при работе под давлением, 8 ат сжигается 8—9 кг аммиака в сутки.

Время соприкосновения газа с катализатором остается без изменения.

Яды и регенерация сеток

В производственной практике бывает много случаев, когда выхода резко уменьшаются, падая до 85% и ниже. Причиной этого почти всегда является отравление платины каким-либо ядом, принесенным вместе с аммиаком или воздухом.

Какие газы и примеси воздушноаммиачной смеси являются ядом? К таким ядам относятся фосфористый водород PH_3 , сероводород H_2S , машинное масло, ацетилен и др. Самым страшным ядом является фосфористый водород. При концентрации его в 0,00001% действие его уже очень значительно и восстановить платину без промывания или регенерации невозможно. Фосфористый водород может попадать в смесь из атмосферного воздуха (если вблизи имеется фосфорный завод) и из аммиака, если он получен с коксового завода.

Сероводород также отравляет сетки, но значительно слабее, чем фосфористый водород, и обыкновенно повышение накала сетки восстанавливает ее активность.

Машинное масло может попадать на сетки вместе с воздухом из компрессора или вентилятора.

Попав на сетку, оно заволакивает участок сетки и парализует действие катализатора.

Таким образом для избежания отравления сеток необходимо иметь чистый воздух и чистый аммиак.

Как отделяется воздух от машинного масла, об этом мы скажем несколько позднее. Химическая же очистка воздуха очень сложна и не практикуется.

При понижении активности сеток их подвергают так называемой регенерации — восстановлению к прежней активности. Регенерация сводится к следующему. Приготавливают 15%-ную соляную кислоту, нагретую до 70—80°. Это делается так: нагревают вначале дистиллированную воду до кипения и затем прибавляют $\frac{1}{4}$ по объему концентрированной химически чистой соляной кислоты. Производится это обыкновенно в большой фарфоровой чашке. Промывают сетку в такой кислоте самым тщательным образом. Обычно вместе с грязью отмывается и пылеобразная платина, которая садится на дно и может быть оттуда извлечена и собрана. После промывки в кислоте сетку промывают в горячей дистиллированной воде до тех пор, пока все следы кислоты не будут отмыты (можно попробовать на язык). Промывку сеток нужно производить чистыми руками, предварительно вымытыми в спирте.

После этой операции сетки таким же образом промываются в спирте для удаления масла и высушиваются. Высушивание производится сжиганием спирта на сетке.

Можно регенерировать сетки и в азотной кислоте (50—60%-ной), нагревая ее до 70—80°. О потерях платины и учете мы будем говорить ниже при описании различных установок по окислению аммиака.

Потери платины

В процессе сжигания аммиака вес сеток на контактном аппарате постепенно убывает. Потери платины нужно считать пропорциональными количеству сожженного аммиака. Обыкновенно потери платины исчисляют в граммах на тонну сожженного аммиака или на тонну полученной азотной кислоты. В установках, работающих под давлением, расход пла-

тины 0,3—0,4 г на 1 т HNO_3 , в установках без давления 0,035—0,1 г на 1 т HNO_3 .

Причиной потерь платины можно считать механическое стирание сетки проходящими газами¹, летучесть платины при высоких температурах и др. Потери зависят следовательно от температуры на сетках, состава катализатора и давления.

На приведенной диаграмме (рис. 15) показано влияние температуры на потерю платинового и платинородиевого катализатора. На горизонтальной линии отложены темпе-

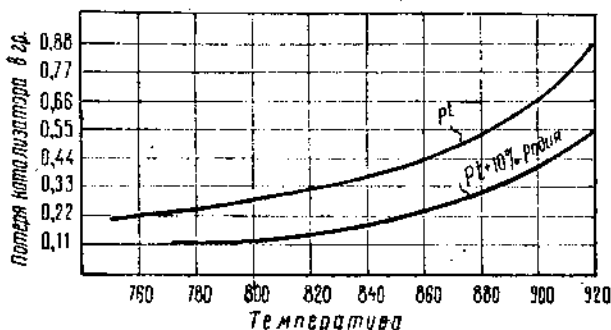


Рис. 15. Зависимость потерь платинового и платинородиевого катализатора от температуры.

ратуры на контакте, на вертикальной — потеря платины в граммах на 1 т сожженного аммиака. Как видно из диаграммы, потери повышаются с увеличением температуры сначала медленно, но затем значительно быстрее. Добавка родия (нижняя кривая) благоприятно влияет на уменьшение потерь.

Что же касается влияния давления на потери, то практически работа заводов показывает, что при давлении 6—7 ат потери увеличиваются в 3—4 раза по сравнению с потерями при работе при атмосферном давлении (при одинаковых температурных условиях). Это есть один из существеннейших недостатков работы под давлением.

Потери платины можно значительно снизить, если правильно поддерживать температурный режим на контактном аппарате, тщательно очищать воздух от механической при-

¹ Чем выше давление, тем плотнее газ. Этим отчасти и объясняется повышенный расход платины при увеличении давления.

меси, пыли, масла и т. д. Грязный воздух ведет к отравлению сеток, к усиленному стиранию их, вызывает необходимость частой регенерации сеток (промывки). Нужно тщательно собирать все платиновые остатки при промывке сеток.

Взрывчатость воздушноаммиачной смеси

В практике работы заводов при окислении аммиака нередко случаи взрывания воздушноаммиачной смеси. На одном из заводов в течение одного года было 3 взрыва. Взрывы разрушали аппаратуру (смеситель, трубопроводы), ломали фундаменты, рвали сетки. Поэтому изучение причин взрывов особенно важно.

Для сухой воздушноаммиачной смеси на основании опытов установлены следующие границы взрываемости: смесь взрывчата в границах содержания 16—27% NH_3 . Когда процент NH_3 ниже 16 или выше 27, смесь не взрывает. На взрываемость влияет и температура воздушноаммиачной смеси. Так, при начальной температуре 100° границы взрываемости расширяются в пределах 14,5—29,5% NH_3 . Когда смесь влажная, то опасность взрыва уменьшается, границы взрываемости суживаются; если производить работу над водным раствором аммиака, то при температуре раствора выше 40° смесь совершенно не взрывает.

Кислородноаммиачная смесь уже при нормальном атмосферном давлении взрывчата при 14% NH_3 . При увеличении давления до 20 ат она взрывает при 10%-ном содержании NH_3 .

При увеличении давления воздушноаммиачной смеси границы взрываемости по сравнению с границами взрываемости при атмосферном давлении почти одинаковы.

Контрольные вопросы

1. Какая выгода от применения платиnorodневых сеток?
2. Как влияет время соприкосновения смеси с катализатором на выхода и связь с температурой?
3. Укажите состав нормальной воздушноаммиачной смеси.
4. Какую пользу приносит добавление кислорода в воздушноаммиачную смесь при окислении аммиака?
5. Укажите основные яды для платины?
6. Чем объяснить потерю платины в контактных аппаратах?
7. Объясните причины взрывов в аммиачной смеси?

Основными типами установок для получения окислов азота из аммиака являются: 1) установка фирмы Бамаг; 2) установка системы Химстроа; 3) установка фирмы Дюпон.

Установка фирмы Дюпон будет описана в специальной главе, в настоящей же главе разберем два типа установок: фирмы Бамаг и системы Химстроа.

Установка фирмы Бамаг

Схема установки Бамаг

Воздух из атмосферы через фильтр 1 (рис. 16) засасывается воздушным эксгаустером 2. В фильтре воздух очищается от механических примесей и пыли. Устройство его видно из рис. 17. Фильтр представляет собой железный барабан с вводом и выводом воздуха. Внутри он перегороден коробками, заполненными промасленными мелкими железными кольцами Рашига. Обычно в барабан вставлено шесть коробок.

Из вентилятора воздух нагнетается в систему по воздухопроводу, сделанному из алюминия. На этой трубе расположены регулирующий шибер 3 и ротаметр 4 (прибор для измерения количества проходящего воздуха). На этой же трубе имеется регулятор давления воздуха 5, служащий, как показывает само название, для равномерного регулирования подачи воздуха.

Для точной регулировки воздуха кроме шибера 3 имеется еще шибер 6, который может закрываться и открываться сверху, где расположены контактные аппараты. Целиком открытый шибер 6 пропускает 600 м³ воздуха в час. Наконец воздух поступает в смеситель 7. Газообразный аммиак из газгольдера засасывается аммиачным эксгаустером 8, установленным на одной оси с воздушным эксгаустером и приводимым в движение одним и тем же мотором.

Такая установка эксгаустеров сделана с определенной целью, а именно: во время остановки воздушного эксгаустера прекращается подача аммиака, так как в противном случае мог бы произойти взрыв воздушноаммиачной смеси в контактном аппарате. Эксгаустером 8 аммиак нагнетается по трубопроводу в систему. На этом трубопроводе распо-

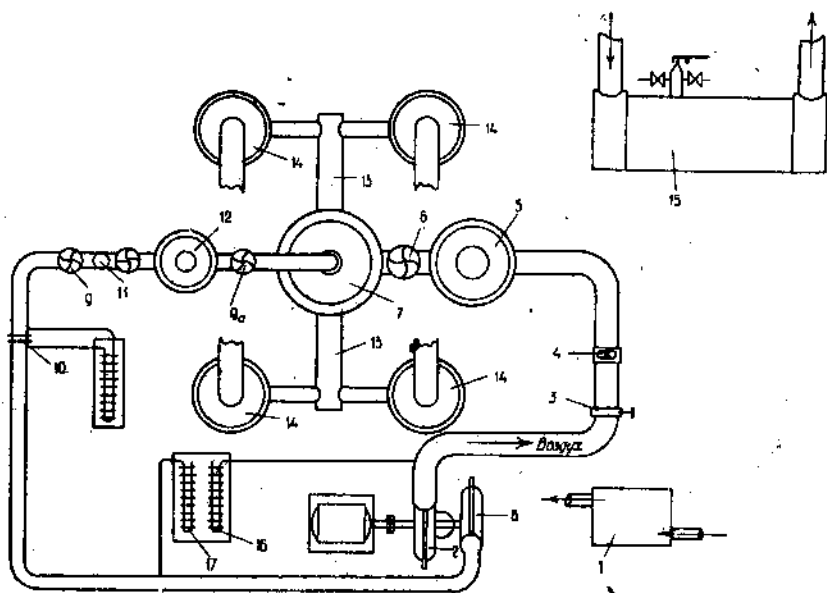


Рис. 16. Схема установки Бамаг.

1 — фильтр для воздуха, 2 — воздушный эксгаустер, 3 — шибер воздушный, 4 — ротаметр для воздуха, 5 — регулятор давления воздуха, 6 — регулирующий вентиль для воздуха, 7 — смеситель, 8 — аммиачный эксгаустер, 9 — вентиль для аммиака, 9а — регулирующий вентиль для аммиака, 10 — диафрагма для замера аммиака, 11 — ротаметр для аммиака, 12 — регулятор давления для аммиака, 13 — распределительный газопровод, 14 — контактный аппарат, 15 — теплообменный котел, 16—17 — манометры.

ложены аммиачный вентиль 9 и регулирующий вентиль 9а, который может закрываться и открываться сверху, где расположены контактные аппараты. Следовательно рядом с контактным аппаратом имеется регулирующий воздушный вентиль 6 и аммиачный вентиль 9а. Для замера количества аммиака, поступающего на аппараты, установлены диафрагма 10 и ротаметр 11. Подробнее об их устройстве будет сказано несколько ниже. Наконец аммиак проходит через регулятор давления 12, устроенный подобно воздушному

регулятору, и оттуда сверху поступает в смеситель 7. Воздух и аммиак перемешиваются в смесителе. Получается смесь состава 10—10,5% NH_3 ; 18,7—18,8% O_2 ; 70,3—70,7% N_2 .

Воздушноаммиачная смесь из смесителя распределяется

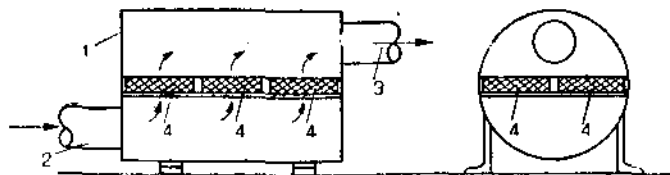


Рис. 17. Фильтр для воздуха.

1 — корпус, 2 — ввод воздуха, 3 — выход воздуха, 4 — коробка с промасленными кольцами.

через трубу 13 на четыре контактных аппарата 14. В контактном аппарате на платиновых сетках аммиак окисляется



Рис. 18. Общий вид отделения Бамаг.

в окислы азота, и получается нитрозный газ приблизительно следующего состава:

NO — 9%; N_2 — 70%; H_2O — 15%; O_2 — 6%,

и с температурой 600—700° направляется в общий коллектор и оттуда в теплообменный котел 15. В теплообменном котле он охлаждается до температуры 160—200° и посту-

пает в абсорбционное отделение. В котле 15 получается пар с давлением 5—6 ат. Этот пар идет для хозяйственных нужд цеха и для испарения жидкого аммиака. Все трубопроводы для воздуха, воздушноаммиачной смеси, нитрозного газа изготовлены из алюминия. Это сделано с той целью, чтобы избежать попадания ржавчины (в случае железных труб) на платиновые сетки и разложения окиси азота после контактного аппарата.

Общий вид установки показан на рис. 18.

Аппаратура

Экспаустеры для аммиака и воздуха. Воздушный экспаустер состоит из чугунного корпуса 1 (рис. 19), составленного из двух половин, скрепленных болтами. Внутри корпуса

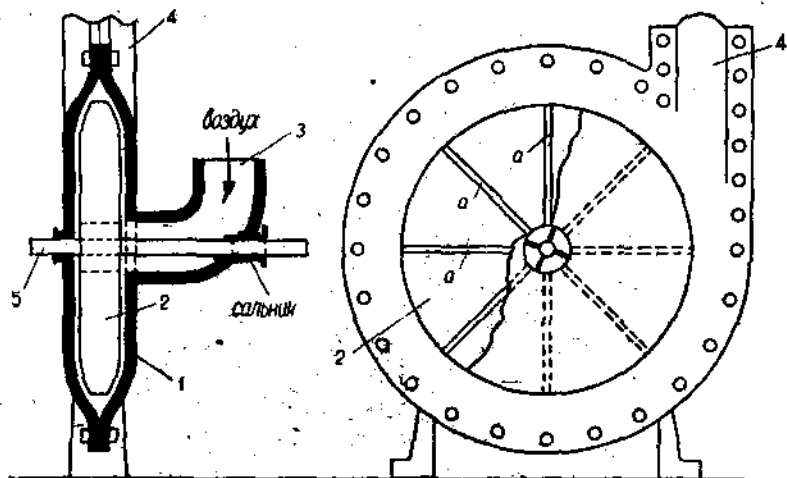


Рис. 19. Экспаустер для воздуха.

1 — корпус, 2 — крылатка, 3 — вход воздуха, 4 — выход воздуха, 5 — вал от мотора, а — лопасти крылатки.

вращается установленная на валу крылатка 2 с лопатками а, приводимая в движение электромотором. Воздух забирается крылаткой в трубу 3 и выбрасывается из корпуса через трубу 4. Давление воздуха после экспаустера замеряется U-образным манометром, заполненным маслом. Обыкновенно давление 350—400 мм масляного столба.

Аммиачный экспаустер устроен подобным же образом, но

он несколько меньших размеров. Давление после эксгаустера замеряется тоже U-образным манометром, расположенным рядом с манометром для замера давления после воздушного эксгаустера. Производительность воздушного эксгаустера 3600 м³ в час, производительность аммиачного эксгаустера 400 м³ в час. Число оборотов 1 400 в минуту.

Регуляторы давления воздуха и аммиака. Регулятор давления воздуха (рис. 20), поддерживающий равномерное давление, служит для создания равномерного притока воздуха в систему.

Работает он следующим образом. Воздух поступает по

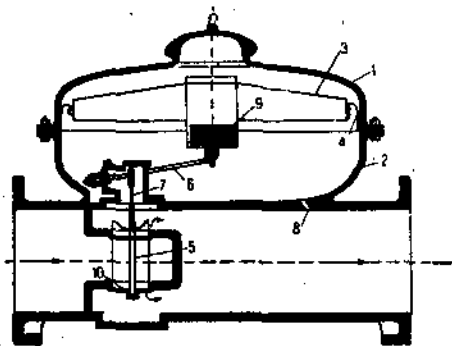


Рис. 20. Регулятор давления воздуха.

1 — крышка, 2 — корпус, 3 — мембрана, 4 — гибкая связь-кожа, 5 — клапан, 6 — рычаг, 7 — рычаг, 8 — отверстие, передающее давление воздуха на мембрану, 9 — груз, 10 — отверстие для воздуха

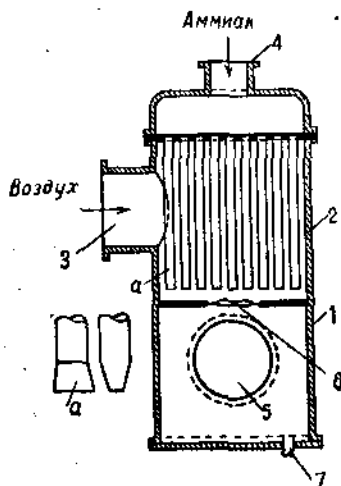


Рис. 21. Смеситель.

1 — корпус, 2 — трубка, 3 — вход воздуха, 4 — вход аммиака, 5 — выход аммиака, 6 — неподвижные лопатки, 7 — штуцер для спуска масла.

трубопроводу через отверстие 10, и давление воздуха передается через отверстие 8 на специальную железную мембрану 3, укрепленную на коже 4 между корпусом 2 и крышкой 1. Мембрана обыкновенно закладывается грузом 9. При помощи системы рычагов 6 и 7 движение мембраны передается клапану 5, который поднимается или опускается, открывая или закрывая отверстие 10. Предположим, что давление воздуха увеличилось; это значит, что пошло больше воздуха в систему. В таком случае мембрана 3 поднимается. Система рычагов в свою очередь поднимает и клапан 5, прикрывая отверстие 10. Поток воздуха уменьшится. При уменьшении давления мембрана 3 опускается, клапан 5 опускается тоже, открывая отверстие 10. Поток воз-

духа увеличивается. Таким образом поддерживается определенное давление воздуха.

Регулятор давления для аммиака устроен и работает совершенно так же, только мембрана опущена в масляный затвор во избежание пропусков аммиака.

Смеситель (рис. 21). Смеситель представляет собой вертикальный цилиндр 1, имеющий крышку с штуцером 4 для аммиака, штуцер 3 для воздуха и два штуцера 5 для вывода воздушноаммиачной смеси. Внутри корпуса вставляется батарея из алюминиевых трубок 2. Каждая трубка на конце сжата, как показано на детали а. В нижней части смесителя установлена перегородка с круглым отверстием, где вставлены неподвижно четыре лопасти (неподвижный вентилятор). Воздух, поступающий по трубе 3 в пространство между трубкой, и аммиак, поступающий по трубе 4 в трубки, перемешиваются у выхода после трубок. Неподвижные лопасти служат для создания вихревого движения, чтобы лучше перемешать аммиак с воздухом. Воздушноаммиачная смесь выходит через трубы 5, расположенные по обеим сторонам смесителя, и распределяется на контактные аппараты.

Один смеситель работает на четыре аппарата. Корпус смесителя сделан целиком из алюминия. Для спуска масла, могущего попадать из эксгаустеров с аммиаком и воздухом, имеется штуцер 7 с краником.

Контактный аппарат. Контактный аппарат (рис. 22) состоит из двух частей: колпака 1 и корпуса 2. Колпак контактного аппарата сделан из листового алюминия. Толщина стенок 5—6 мм. Колпак снабжен смотровым окном 8 из слюды. Через это окно наблюдают за накалом сеток. Колпак в верхней части присоединен к алюминиевому газопроводу болтами. Внутренняя стенка корпуса 9 и верхняя часть сделаны из алюминия, наружный кожух чугунный. В пространстве 3 между внутренней стенкой и кожухом циркулирует вода.

Назначение водяной рубашки — охлаждение верхней части корпуса с целью сохранения материала. Для лучшего перемешивания аммиака с воздухом и равномерного поступления воздушноаммиачной смеси во внутреннюю часть насыпаны фарфоровые кольца Рашига 7. В корпусе сделано отверстие 10, служащее для ввода горящего факела при раскаливании сеток.

Сетки укладываются в верхней части корпуса и зажимаются колпаком. Колпак прикрепляется к корпусу болтами 6, которые вделаны в корпус на шарнирах.

Низ корпуса установлен подвижно на стальные шарики 11, так что при надобности он может поворачиваться. Это сделано для правильного присоединения колпака к газоходу.

Нижняя труба 4 опущена в масляный затвор 5, назначение которого следующее: в случае возникновения сильного давления в аппарате (взрыв) масло будет выброшено из затвора, давление в аппарате сразу упадет, и таким образом сетки и аппарат сохранятся от разрыва; в случае сильного вакуума, наоборот, масло втянется в трубу, образуется сообщение с атмосферой и вакуум упадет. (Сильный вакуум может привести к образованию сеток контактного аппарата).

Воздушноаммиачная смесь поступает в аппарат по трубе 4, проходит через кольца Раша и попадает на платиновые сетки. Здесь происходит окисление аммиака в окись азота.

Температура на сетках зависит от процента аммиака в смеси. Если процент аммиака 10,5, то температура $650-700^{\circ}$; при 11% аммиака температура $700-750^{\circ}$.

Нормальные выходы 91—92%. Диаметр аппарата в самой широкой части 1 м. Диаметр сеток тоже около 1 000 мм. Толщина нити сеток 0,04—0,076 мм. Число отверстий 1 024—3 330 на 1 см². Сетки или чисто платиновые, или с 10%

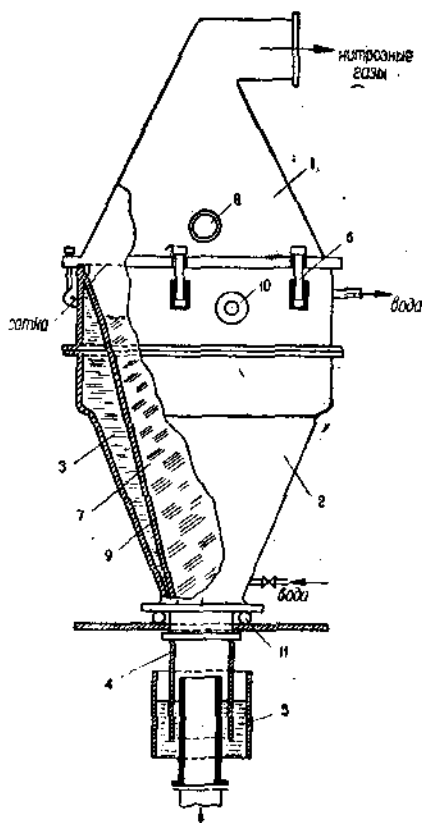


Рис. 22. Контактный аппарат Бамаг.

1 — колпак аппарата, 2 — корпус аппарата, 3 — водная рубашка, 4 — нижняя труба, 5 — масляный затвор, 6 — болты, 7 — насадка, 8 — смотровое стекло, 9 — внутренний кожух, 10 — окно для зажигания, 11 — шарики.

родия. Число их 2—3 штуки. Производительность аппарата около 40—50 кг в час. Нормально в системе после контактного аппарата должно быть разрежение в 1—2 мм. Давление на аппарате выше атмосферного ни в коем случае недопустимо, так как это приводит к выделению окислов азота и отравлению обслуживающего персонала. У каждого аппарата имеется шибер (внизу) для пуска в него воздушноаммиачной смеси и закрытия в случае выключения аппарата.

Теплообменный котел (рис. 23). Теплообменный котел служит для охлаждения нитрозных газов и использования их тепла для получения пара. Теплообменный котел — это

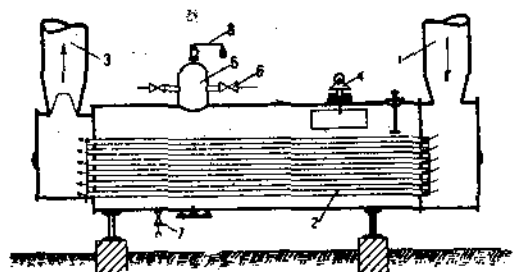


Рис. 23. Теплообменный котел.

1 — труба для входа нитрозного газа, 2 — трубки котла, 3 — труба для выхода нитрозного газа, 4 — обратный клапан, 5 — сухопарник, 6 — мембрана для выпуска пара, 7 — спусковой клапан, 8 — предохранительный клапан.

обыкновенный жаротрубный котел с дымогарными железными трубками. Ввиду того что в котле температура выше 100° (температура входящих газов $450\text{--}500^{\circ}$ а выходящих $160\text{--}200^{\circ}$), то конденсации воды из нитрозных газов не происходит; в сухом же состоянии он и не действует

на железо. При остановке системы во избежание конденсации паров воды и связанного с этим образования азотной кислоты, которая может повредить котел, в котел добавляется пар, и поддерживается определенное давление пара 5—6 ат.

Снаружи котел изолирован асбестом. Горячие нитрозные газы поступают в трубу 1, проходят трубки 2 и выходят охлажденные до $160\text{--}200^{\circ}$ в трубу 3. В междутрубном пространстве залита вода. В котле давление пара колеблется от 4 до 5 ат.

Поверхность теплообменника около 100 м^2 . В котле получается в зависимости от нагрузки от 200 до 300 кг пара в час.

Арматура котла. Котел снабжен необходимой арматурой — поршневым насосом и инжектором для подачи воды в котел, сухопарником с предохранительным

клапаном рычажного типа, обратным питательным клапаном для воды, водомерными стеклами, манометрами. Инжектор — это прибор (рис. 24), служащий для подачи воды в котел. Подача воды производится струей пара, которая по истечении из сопла 1 вызывает разрежение в смешивающей камере 2; под действием разрежения в камере смешения, а также конденсации пара питательная вода попадает в другое, постепенно расширяю-

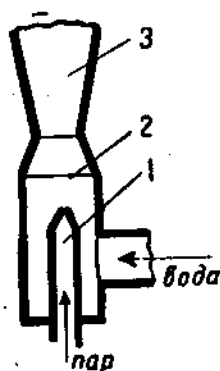


Рис. 24. Инжектор для подачи воды в котел.

1 — сопло для пара, 2 — камера смешения, 3 — расширяющееся сопло.

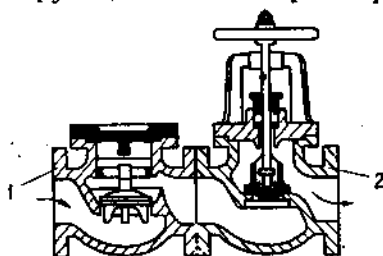


Рис. 25. Обратный клапан и запорный вентиль.

1 — обратный клапан, 2 — запорный вентиль.

щееся, сопло 3, из которого вследствие уменьшения скорости струи и повышения давления вода поступает в котел.

Температура воды 70—80°. Поршневой насос обычного типа системы Воррингтон.

Вода в котел подается сверху через обратный питательный клапан 4 (рис. 23). Этот питательный обратный клапан служит для того, чтобы при прекращении подачи воды в котел автоматически закрыть доступ воды из котла в питающую линию. Обратный клапан изображен на рис. 25. Кроме этого обратного клапана между котлами и им устанавливаются запорный вентиль 2 (рис. 25), служащий для того чтобы можно было

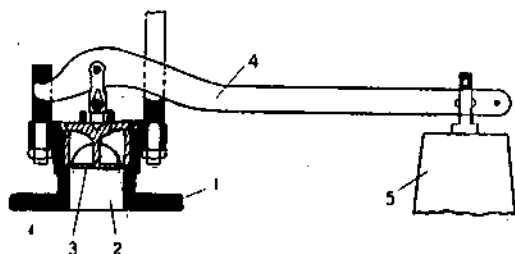


Рис. 26. Предохранительный клапан.

1 — корпус, 2 — отверстие для клапана, 3 — клапан, 4 — рычаг, 5 — груз.

закрыв этот вентиль производить ремонт обратного клапана.

На паровом котле установлен сухопарник 5 с двумя предохранительными клапанами; из них один пружинный и другой рычажного типа. Клапан рычажного типа изображен на рис. 26.

Он состоит из корпуса 1, прикрепленного к сухопарнику с отверстием 2 и клапанам 3. При помощи рычага 4 давлением подвешенного груза 5 на одном конце клапан прижимается к отверстию 2 и закрывает его. Груз ставится с определенным расчетом на необходимое давление; в данном случае 5—6 ат. При превышении этого давления в котле пар из котла начинает поднимать клапан 3, и часть пара выбрасывается наружу. Пар из котла выводится через вентиль 6 (рис. 23). Для удаления из котла грязи и ила

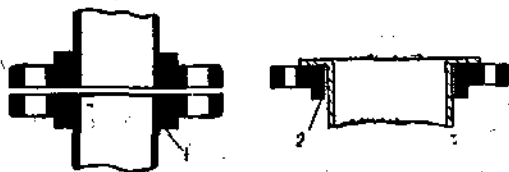


Рис. 27. Фланцы.

1 — фланцы, приваренные к трубе, 2 — свободно сидящий фланец (труба разбортована).

и в случае надобности спуска воды употребляют специальные спускные клапаны. Обычно они присоединяются к патрубку, установленному в самой нижней части котла; на рис. 23 он показан цифрой 7.

Трубопроводы, вентили, задвижки. Существенной частью установки являются трубопроводы для газов, вентили, задвижки и т. д.

Трубопроводы для газообразного аммиака от газгольдера до эксгаустера чугунные; диаметр их не менее 200—300 мм. От эксгаустера до смесителя установлен трубопровод диаметром 100—150 мм. Отдельные трубы соединены на приваренных фланцах.

Фланцы к трубе могут быть приварены или навинчены на трубу, труба может быть развальцована во фланце (рис. 27). На внутренней стороне фланца делается несколько концентрических выемок для плотности прокладки. В качестве прокладок употребляют крингелитовый картон, смазанный глетом, или асбест. Очень важно, чтобы после эксгаустера не было никаких пропусков аммиака в какие бы то ни было соединения: иначе, во-первых, получается по-

теря аммиака и, во-вторых, отправление обслуживающих установку рабочих.

Трубы для воздушноаммиачной смеси, для воздуха после эксгаустера и нитрозных газов, сделаны из алюминия. Фланцы свободно сидят на трубе, а труба разбортована (рис. 27). Для перекрытия трубопроводов устанавливаются самого разнообразного вида задвижки, вентили и т. д.

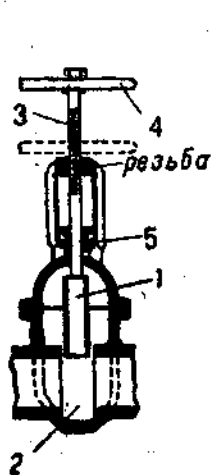


Рис. 28. Задвижка для газа.

1 — клапан, 2 — седло клапана, 3 — шпindel с резьбой, 4 — маховик, 5 — сальник.

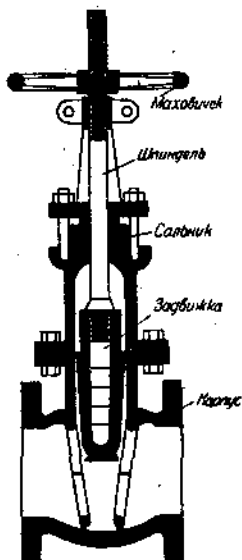


Рис. 29. Задвижка для газа (два положения).

На рис. 28, 29 изображены такие задвижки наиболее распространенного типа. Все задвижки и вентили должны легко закрываться и открываться. Они делаются из алюминия для воздушноаммиачной смеси после эксгаустера и из чугуна — для аммиака.

Измерительные приборы

Диафрагма. Диафрагма устроена следующим образом. Внутри трубопровода между фланцами вставлена круглая шайба с отверстиями (рис. 30).

Внутреннее отверстие шайбы гладко отшлифовано и срезаю под углом. Эта шайба и есть диафрагма.

Поток газа будет двигаться по трубе, суживаться в диа-

фрагме и выходить оттуда сжатой струей. Если мы измерим давление до диафрагмы и после диафрагмы обыкновенным U-образным манометром в точках I и II, то увидим, что давление разное, а именно давление до диафрагмы больше, чем давление после диафрагмы. Установим U-образный манометр, наполненный ртутью или какой-либо другой жидкостью, и соединим его оба колена с точками I и II; получим на манометре разность давления до и после диафрагмы.

Разность давления будет тем больше, чем меньше отверстие диафрагмы (при одном диаметре трубы) и чем большее количество газа будет проходить по трубе. Таким образом можно по показаниям манометра узнавать, какие количества жидкости и газа проходят в данном трубопроводе в час.

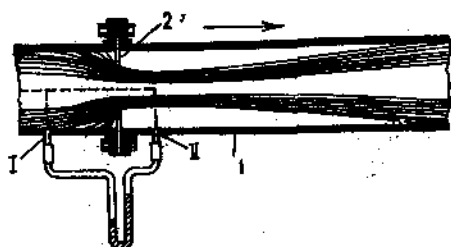


Рис. 30. Диафрагма.

1 — трубопровод, 2 — шайба (диафрагма), I и II — пьезометры.

Манометр устанавливается на измерительной шкале, разделенной на миллиметры. Для каждой диафрагмы имеется градуировка, т.е. число кубических метров в час, которое соответствует данному числу миллиметров.

Например:

5 мм	керосинового столба	соответствуют	10 м ³	в час
10 "	"	"	15 "	"
15 "	"	"	25 "	" и т. д.

Такого рода диафрагма и установлена на аммиачном трубопроводе. Место ее показано на схеме. U-образный манометр наполнен керосином и установлен на видном для аппаратчика месте; тут же имеется градуировка диафрагмы.

Диафрагма должна быть установлена на прямом участке трубы длиной не менее 25—30 диаметров трубы, так как колена, вентили и т. д. создают вихревые движения газа в трубе.

Ротаметр для измерения количества аммиака. Для измерения количества аммиака на аммиачном трубопроводе кроме диафрагмы установлен еще и ротаметр. Ротаметр включен в линию параллельно, и в то время, когда

работает диафрагма, он обыкновенно выключен. Устройство ротаметра следующее (рис. 31). Стеклообразная трубка 2, расширяющаяся кверху, укреплена в сальниках в аммиачном трубопроводе. В трубке плавает волчок 1, сделанный из легкого материала и имеющий в верхней части нарезки, благодаря чему он может вращаться вокруг своей оси.

Потоком аммиака волчок поддерживается на определенном в зависимости от количества аммиака уровне. Трубка

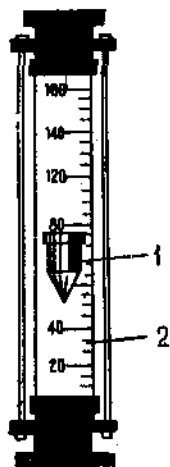


Рис. 31. Ротаметр.

1 — поплавок-показатель, 2 — стекло.

проградуирована, и верхний край волчка прямо показывает в кубических метрах объем аммиака, проходящего в час через ротаметр.

Ротаметр для измерения количества воздуха. Ротаметр для воздуха несколько отличается от ротаметра для аммиака. Если ротаметр для аммиака установлен в трубе таким образом, что весь аммиак проходит через этот измерительный прибор, то в рота-

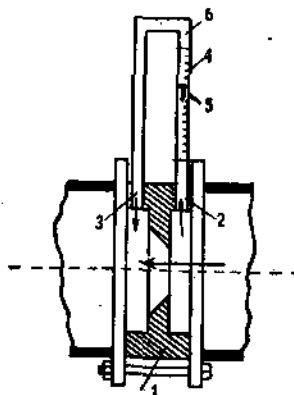


Рис. 32. Ротаметр для воздуха с диафрагмой.

1 — диафрагма, 2 — 3 — отверстия до и после диафрагмы, 4 — стекло ротаметра, 5 — волчок ротаметра, 6 — трубка соединительная.

метр воздушный падает только некоторая часть воздуха, проходящего по его трубопроводу.

Это достигается следующим образом. В главном трубопроводе установлен ротаметр с диафрагмой изображенной на рис. 32. Диафрагма имеет два отверстия 2 и 3; ротаметр установлен на дугообразной трубе 6. Труба 4 стеклянная и в ней плавает волчок 5.

Как мы знаем, давление после диафрагмы меньше, чем давление перед диафрагмой, и какая-то часть воздуха благодаря этому перепаду давления пойдет через ротаметр. Предположим пойдет 0,1 всего воздуха, проходящего по трубе. Объем воздуха в час, предположим, составляет 1 000 м³, следовательно объем, проходящий через ротаметр, будет 100 м³. На стекле ротаметра поставлены цифры, ко-

торые соответствуют не 100 м³, а 1 000 м³ в час, т. е. они больше в 10 раз фактических цифр объема воздуха, проходящего через ротаметр, и показывают полный объем воздуха, проходящего через трубопровод.

Манометр и щит управления. Для измерения вакуума и давления служит стеклянный U-образный манометр (рис. 33).

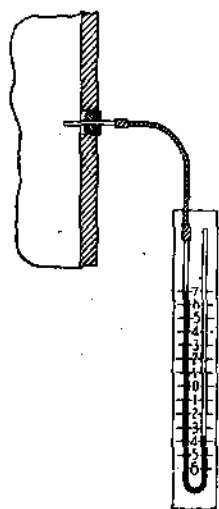


Рис. 33. Манометр.

Этот манометр заливается какой-либо жидкостью (вода, керосин). Если в аппарате нет ни вакуума ни давления, то жидкость в обоих коленах манометра имеет одинаковый уровень, т. е. давление в аппарате равно давлению атмосферы.

Если в аппарате есть давление, то жидкость в колене, соединенном с аппаратом, опускается.

Разность между уровнем жидкостей в коленах будет показывать давление

в аппарате. Наоборот, если в аппарате вакуум (разрежение), то жидкость в колене, соединенном с аппаратом, поднимается, и разность уровня жидкостей покажет разрежение в аппарате. Такой манометр устанавливается на шкале, разделенной на сантиметры и миллиметры и т. д.

Обыкновенно для удобства манометр заливают жидкостью до давления, равного нулю. Тогда отсчет очень прост: так, на рис. 33 манометр показывает давление $3,5 + 3,5 = 7$ см. Если манометр служит для измерения вакуума, то его называют вакуумметром.

На щите управления (рис. 34) установлены: манометр II, показывающий давление после контактного аппарата, манометр I, показывающий давление аммиака в газгольдере,

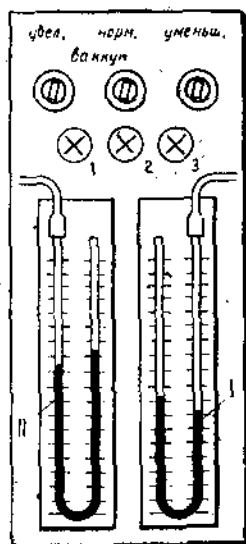


Рис. 34. Щит управления.

I — манометр, показывающий давление аммиака в газгольдере, II — манометр, показывающий давление после контактных аппаратов, 1—2—3 — сигнальные лампы.

и сигнальная связь с отделением вакуумнасосов или вентиляторов.

Эта сигнализация заключается в следующем. В машинном отделении установлены три лампочки с электрическим звонком и с надписями: «увеличить вакуум», «уменьшить вакуум», «нормально». В отделении Бамаг установлены тоже три лампочки с выключателями и с теми же надписями (рис. 34).

В случае надобности аппаратчик отделения Бамаг включает соответствующую лампочку, и в отделении вакуумнасосов дается звонок, и загорается соответствующая лампа.

Кроме этого щита имеется еще щит, где установлен манометр, показывающий давление воздуха после воздушного эксгаустера, и манометр, показывающий давление аммиака после аммиачного эксгаустера.

Ведение процесса окисления аммиака

Обслуживание цеха. Для управления аппаратурой в цехе имеется старший аппаратчик и помощник аппаратчика (он же кочегар). Старший аппаратчик наблюдает за работой контактных аппаратов, эксгаустеров, следит за работой испарителя аммиака, за уровнем аммиака в газгольдере. Помощник аппаратчика наблюдает за работой парового котла.

Пуск отделения. Порядок пуска следующий. Вначале пускается испаритель жидкого аммиака, и газгольдер наполняется аммиаком (150—200 м³). Паровой котел должен быть разогрет паром из главной паровой магистрали. Перед тем как пускать эксгаустер, необходимо проверить, плотно ли закрыты все вентили как для аммиака, так и для воздуха. По проверке этого пускается эксгаустер. Мотор эксгаустера пускает монтер. При пуске эксгаустера необходимо убедиться в его безукоризненной работе (бесшумность). Нужно сказать, что пуск отделения окисления производится всегда вместе с пуском абсорбционного отделения. Вакуумнасосы или вентиляторы в машинном отделении уже пущены заранее.

Аппаратчик дает в машинное отделение сигнал «увеличить вакуум» и, когда вакуум на манометре II поднимется до 25—30 мм, дает сигнал «нормально».

Затем открывается главный воздушный (рис. 16, шайбер 3) шайбер до тех пор, пока манометр II на щите управления

не будет показывать 2—3 мм давления. Затем снова дается сигнал «увеличить вакуум»; доводится вакуум до 25—30 мм. Дается сигнал «нормально», и снова подается воздух через главный шибер, и т. д.

Таким образом по воздушному ротаметру устанавливается количество воздуха до заданной производительности.

Если исключаются два аппарата на системе, то воздух подается 700—800 м³ в час. Если включаются три, то воздуха дается 1 100—1 200 м³ в час, при 4 аппаратах — до 1 600 м³ в час.

Манометр I должен перед пуском аммиака в систему показывать давление 15—20 мм водяного столба. После установления потока воздуха начинается разжигание отдельных аппаратов. Открывается сначала вентиль перед эксгаустером для аммиака и потом вентили 9 и 9а (рис. 16). По диафрагме дается аммиака такое количество, чтобы получить воздушноаммиачную смесь с 9—10% аммиака. Тогда начинается раскаливание платиновых сеток. Для этого открывается отверстие для зажигания на контактном аппарате и вводится туда зажженный спиртовой факел. За раскалом сеток наблюдают в смотровое окно. Обычно если процент аммиака достаточен, то разогревание наступает быстро. Это заметно по слюде на смотровом окне (она разогревается), и кроме того на сетке некоторое время остаются следы раскала. Если сетки не раскалились, то добавляют аммиака и снова их раскачивают.

Постепенно раскал сеток доводится до нормального (слабовишневый цвет), производительность устанавливается по заданной, и берется проба на процент аммиака в смеси.

После длительной остановки пуск ничем не отличается от описанного. Порядок тот же самый. Но паровой котел должен быть заполнен водой (если был капитальный ремонт) и разогрет паром из главной паровой магистрали. Разогрев котла длится 2—3 суток.

Остановка отделения. При плановой остановке необходимо закрыть в первую очередь жидкий аммиак на испаритель. Если в газгольдер поступает помимо испарителя газообразный аммиак, то закрывается поступление и этого аммиака. Срабатывается весь аммиак из газгольдера, закрываются вентили на аммиачной линии, и начинается постепенное снижение количества поступающего воздуха. Это производится в следующем порядке. Дается сигнал в машинное отделение «увеличить вакуум»; когда вакуум на манометре II будет 20—25 мм, дается сигнал «нормально»,

начинается убавление потока воздуха главным шибером. Когда вакуум убавится до 3—5 мм, снова дается сигнал «увеличить вакуум» и т. д. Такое ступенчатое снижение производится до полного закрытия шиберов.

После этого останавливается эксгаустер. При остановке отдельного аппарата закрывается шибер внизу перед аппаратом, и таким образом прекращается доступ воздушно-аммиачной смеси. Во избежание попадания окислов азота на сетки (обратный ток) на выходе после колпака контактного аппарата ставится алюминиевая заглушка.

Остановка вынужденная может быть по следующим причинам:

- 1) выключение электроэнергии,
- 2) остановка эксгаустера (ненормальная работа мотора, сильный перегрев подшипников и т. д.).

При выключении электроэнергии, что сразу заметно по характерному шуму мотора эксгаустера (мотор гудит), немедленно в первую очередь закрывается аммиачный вентиль 9 (рис. 16), затем закрывается главный воздушный шибер. После этого закрывается доступ аммиака на испаритель во избежание переполнения газгольдера. Если газообразный аммиак поступал в газгольдер помимо испарителя, то закрывается и он.

В случае остановки эксгаустера сразу закрывается аммиачный вентиль 9а, закрывается доступ аммиака в газгольдер, и таким же порядком, как при плановой остановке, производится снижение подачи воздуха. Если остановка эксгаустера требуется немедленная, то можно производить снижение потока воздуха непрерывно, т. е. непрерывно давать сигналы в машинное отделение «увеличить вакуум» и одновременно закрывать главный воздушный шибер.

Такой же порядок остановки и в иных случаях.

Режим контактного аппарата и отклонения от нормального режима. Нормальным режимом контактного аппарата нужно считать режим при следующих показателях:

- 1) процент аммиака в смеси 10—10,5;
- 2) вакуум после аппарата 2—3 мм;
- 3) процент выхода не ниже 90.

Поддержание нормального процента аммиака в смеси. Основное для соблюдения правильного режима — это поддержание в смеси нормального процента аммиака. Повышение процента аммиака в смеси может являться результатом снижения давления аммиака перед эксгаустером или результатом резких колебаний давлений аммиака перед

экстаустером. Это в большинстве случаев вызывается скоплением воды в конденсационных горшках после газгольдера. Поэтому нужно регулярно откачивать воду из последних.

В случае понижения процента аммиака в смеси необходимо добавить аммиак в систему открытием верхнего аммиачного вентиля 9а (рис. 16) или убавить воздух регулирующим вентилем 6. В случае повышения процента аммиака в смеси, наоборот, прибавляют воздух регулирующим вентилем 6 или же убавляют аммиак вентилем 9а. Регулировка аммиака должна производиться всегда сверху с тем, чтобы можно было видеть накал сеток. Если прибавление воздуха невозможно сделать через вентиль 6, то осторожно открывается главный шибер.

Старший аппаратчик в это время должен быть обязательно наверху у контактных аппаратов и наблюдать за накалом сеток. В таком случае открывание главного шибера производит помощник аппаратчика. Регулирование воздушным шибером должно производиться исключительно осторожно, так как это может привести к взрывам воздушно-аммиачной смеси.

Регулирование вакуума. После контактного аппарата вакуум должен быть нормально в 2—3 мм (показание манометра II на щите управления). Давление ни в коем случае недопустимо, так как это приводит к отравлению помещения окислами азота (сильное просачивание окислов азота через неплотности).

Если в системе образуется давление порядка 5—10 мм, то это можно устранить или уменьшением потока воздуха в том случае, когда накал сеток недостаточен, или дав сигнал в машинное отделение «увеличить вакуум» и таким образом создать нормальное разрежение. При получившемся давлении порядка 20 мм и выше нужно причину понижения вакуума искать в абсорбционном отделении; в таком случае нужно снизить несколько нагрузку.

Контактирование. Причиной уменьшения процента выхода (контактирования) нередко бывает недостаточный процент аммиака (слабый накал сеток, пониженная температура); мы уже знаем, что снижение подачи аммиака влечет за собой снижение температуры и вместе с тем снижение процента выхода. Вторая причина — отравление сеток. Отравление сеток происходит из-за попадания ядов на пластину. Одной из мер восстановления контактирования является увеличение (временное) процента аммиака в смеси

Рапорт о работе отделения Бамаг

Смена	Часы	Уровень газобаль- дера	Давление аммиака		Показания диа- фрагмы и ротаметра			Температура аппаратов				№ аппарата	Процент NH_3	Процент выхода	Давление пара в котле (ат)	Примечание
			до экс- гаустера	после экс- гаустера	диафрагма NH_3	ротаметр NH_3	ротаметр для воздуха	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4					
1	1	80	160	470	50	180	1600	—	—	—	—	5	11,4	91,2	4	
1	2	110	160	460	50	180	1600	—	—	—	—	—	—	—	4	
1	3	100	160	460	50	180	1650	—	—	—	—	—	—	—	4	
1	4	90	160	460	50	—	1500	—	—	—	—	—	—	—	4	
1	5	90	160	475	50	—	1550	—	—	—	—	—	—	—	4	
1	6	100	165	470	50	—	1600	—	—	—	—	7	11,02	90,3	4	
1	7	110	150	470	50	—	1600	—	—	—	—	—	—	—	4	
1	8	130	150	470	50	—	1550	—	—	—	—	—	—	—	4	

Израсходовано аммиака в кубометрах 1400 м³

" " в килограммах 1094,4 кг

Аппаратчик

до 11,5. По прошествии 2—3 час. работы с повышенным процентом аммиака контактирование может восстановиться до нормального. Если контактирование не восстанавливается, то необходимо выключить аппарат и регенерировать сетки.

Снижение и увеличение нагрузки на аппараты. Когда вызывается необходимость снижения или повышения нагрузки на аппарат, то это делается в следующем порядке: в случае снижения нагрузки в первую очередь убавляется поток аммиака по диафрагме или ротаметру вентилем 6, затем производится уже и убавление воздуха. В случае повышения нагрузки в первую очередь увеличивается поток воздуха большим шибером 3 (см. рис. 16) при одновременном наблюдении за накалом сетки.

После увеличения потока воздуха аппаратчик увеличивает и поток аммиака верхним вентилем.

Отбор проб и ведение записи аппаратчиком. Во время работы контактных аппаратов один раз в смену отбираются пробы на процент выхода (определяется процент аммиака в смеси и процент окиси азота в нитрозном газе).

Отбор проб производит лаборантка в присутствии аппаратчика. Кроме того отбирается один или два раза в смену проба на процент аммиака в воздушноаммиачной смеси. Если в установку поступает кислород из близко расположенного кислородного цеха, то производятся анализы на процент кислорода в воздухе, поступающем в смеситель.

Результаты показаний каждого измерительного прибора (манометр, ротаметр), процент аммиака в смеси, число работающих аппаратов записываются в специальный журнал аппаратчиков (см. стр. 79).

Установка по окислению аммиака системы Химстроя

Схема производства

Газообразный аммиак из газгольдера поступает в аммиачный эксгаустер 2 (рис. 35). На аммиачном трубопроводе до эксгаустера установлен отсекающий аммиака 1. Устройство отсекающего видно из рис. 36. Обыкновенная задвижка 1 — легкоподвижная, плотно перекрывающая трубопровод при помощи рычагов 2 и 3. Открытое положение представлено на рисунке. Задвижка поднята и поддерживается электромагнитом 4. Электромагнит работает на электрическом токе от сети моторов-вентиляторов в конце

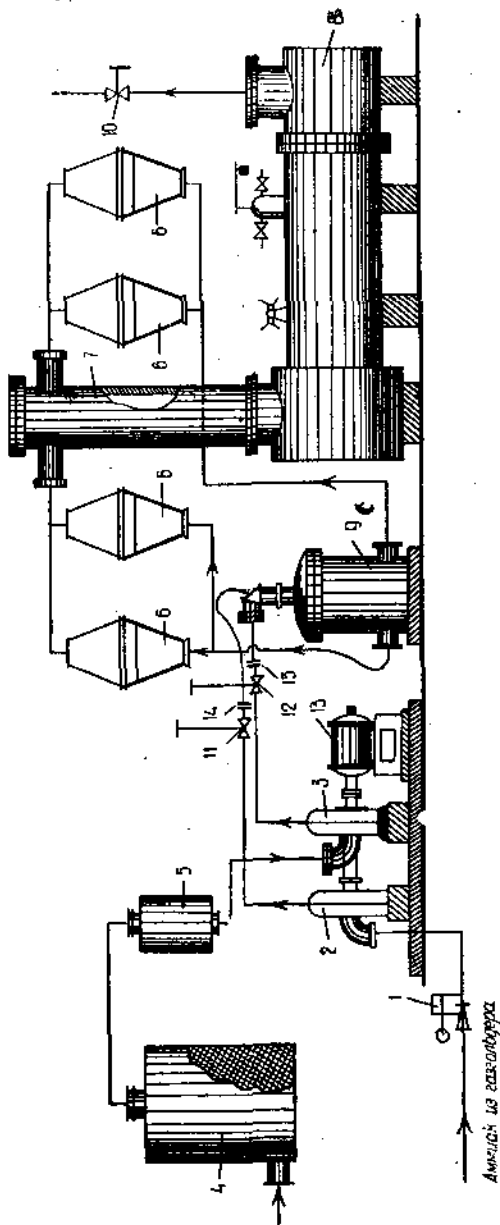


Рис. 35. Схема окислительной установки Химстрой.

1 — отсекатель для аммиака, 2 — аммиачный экстрактер, 3 — воздушный экстрактер, 4 — скруббер, 5 — фильтр для воздуха, 6 — ком-
пактный аппарат, 7 — главный коллектор, 8 — теплообменный котел, 9 — смеситель, 10 — шибер для нитрозных газов, 11 — регулирую-
щий вентиль для аммиака, 12 — регулирующий вентиль для воздуха, 13 — мотор экстрактора, 14 — ротаметр для аммиака, 15 — ро-
метр для воздуха.

системы и моторов-эксгаустеров. Как только электрический ток прервется (выключение), железный якорь 7 размагничивается, и грузы 6 и 5 тянут вниз и опускают задвижку 1 в трубопроводе. Задвижка закрывает (отсекает) доступ аммиака в систему. Таким образом назначение отсекателя закрывать доступ аммиака в систему в момент выключения электроэнергии, т. е. предотвращать возможности взрыва воздушноаммиачной смеси на контактном аппарате. Такие отсекатели устанавливаются на каждом агрегате. Кроме того имеется еще и общий отсекающий для всех агрегатов.

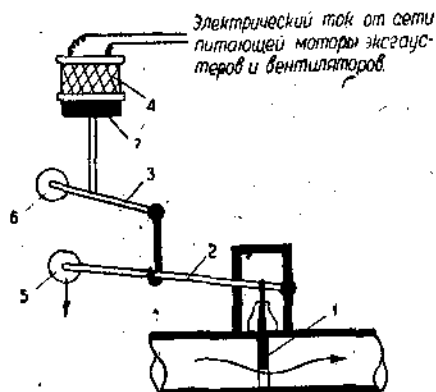


Рис. 36. Отсекатель для аммиака.

1 — шар, 2 — 3 — рычаги, 4 — электромагнит, 5 — 6 — грузы, 7 — железный якорь.

Аммиак эксгаустером подается в смеситель 9 (рис. 35). На трубопроводе от эксгаустера до смесителя установлен регулирующий вентиль 11 и ротаметр 14 диафрагменного типа.

Воздух эксгаустером 3 засасывается через очистительный скруббер 4 и фильтр 5 в смеситель 9. Очистительный скруббер представляет собой деревянный ящик с полками, на-

полненными фарфоровыми кольцами Рашига. Сверху он орошается водой. Таким образом здесь происходит частичная очистка воздуха от пыли и других механических примесей.

На воздухопроводе от эксгаустера до смесителя установлены регулирующий вентиль 12 и ротаметр диафрагменного типа 15.

В смесителе воздух и аммиак перемешиваются, и смесь с 9,5—10% NH_3 распределяется на четыре контактных аппарата, как показано на схеме. Воздушноаммиачная смесь поступает в аппараты снизу. В аппарате происходит окисление аммиака в окись азота, и нитрозные газы из всех четырех аппаратов поступают в общий коллектор 7. Смесь, поступающая на контактный аппарат, имеет приблизительно следующий состав: 9,5—10% NH_3 ; 18,9—19% O_2 и 70—71% N_2 . Состав нитрозного газа, получающегося в контактном аппарате, приблизительно таков: 8—9% NO ;

6—7% O_2 ; 70% N_2 и 14—15% H_2O . Процент контактирования 87—88. Такой низкий процент конверсии объясняется тем, что все трубопроводы для воздушноаммиачной смеси и смеситель сделаны из железа. Поэтому смесь загрязнена железом (окись железа), что сильно понижает активность платиновых сеток. На каждом аппарате установлен U-образный манометр, которым контролируется нормальное раз-

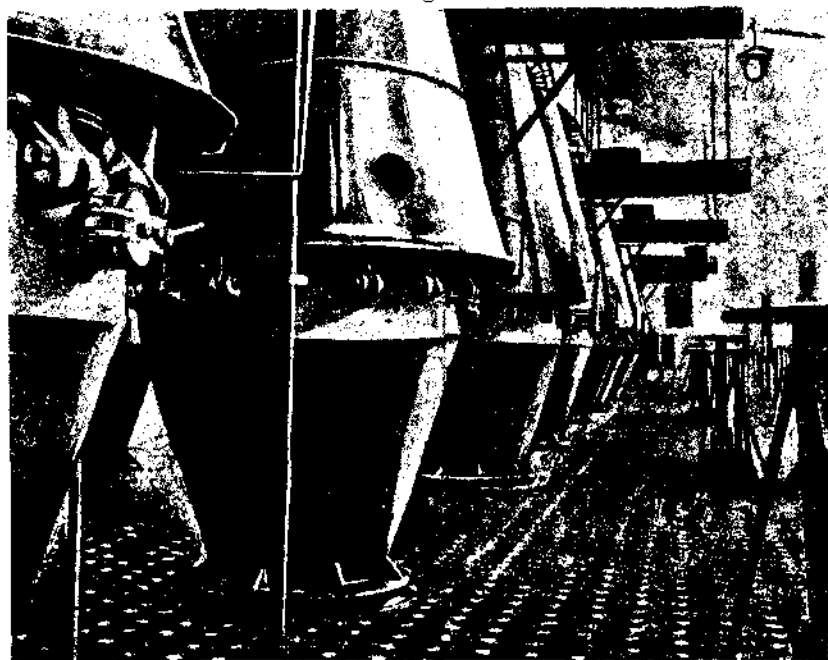


Рис. 37. Общий вид контактного отделения.

режение на аппарате. Обыкновенно разрежение равно 2—3 мм водяного столба.

Общий коллектор 7 железный, футерован внутри жароупорным кирпичом. Нитрозные газы с температурой 580—600° из общего коллектора поступают в теплообменный паровой котел. Паровой котел имеет совершенно такое же устройство, как и котел в установке типа Бамаг. Поверхность нагрева около 142 м², длина 7 350 мм, диаметр 2 320 мм. Передняя камера котла футерована жароупорным кирпичом. Давление пара в котле 4—5 ат. Ни-

твозные газы из котла, охлажденные до температуры 180—200°, поступают в абсорбционную систему. На трубопроводе после котла установлен шибер 10, служащий для регулирования вакуума в системе, главным образом при пуске и остановке агрегатов.

Общий вид отделения окисления аммиака Химстроя виден на рис. 37.

Аппаратура

Фильтр для воздуха (рис. 38). Фильтр для воздуха состоит из корпуса 2 цилиндрической формы с входом 3

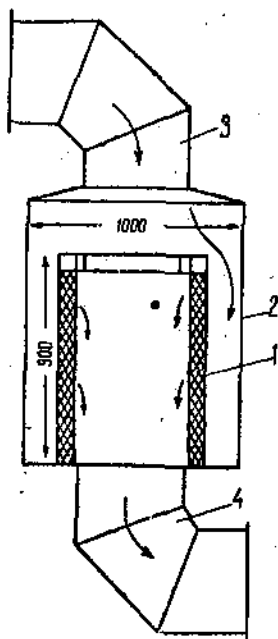


Рис. 38. Фильтр для воздуха.

1 — фильтрующий элемент, 2 — корпус, 3 — вход воздуха, 4 — выход воздуха.

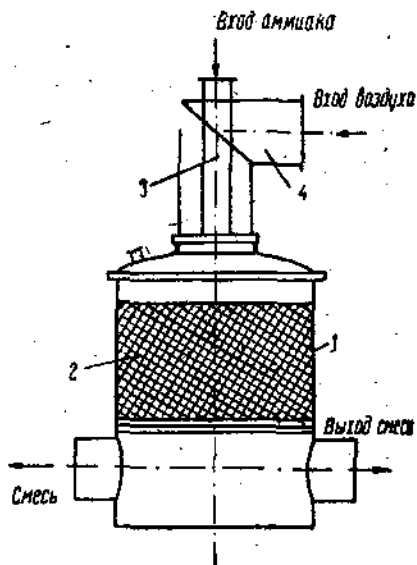


Рис. 39. Смеситель Химстроя.

1 — корпус смесителя, 2 — кольца Рашига, 3 — труба для аммиака, 4 — труба для воздуха.

и выходом 4. Внутри корпуса имеются два концентрических цилиндра 1 с отверстиями; пространство между ними заполнено промасленными железными кольцами Рашига.

Воздух поступает внутрь корпуса, проходит через слой колец и выходит очищенным через штуцер 4.

Такого рода фильтры работают с перебоями: часто заби-

ваются железные решетки и требуют регулярной очистки и промывки. Железные решетки (листовое железо с отверстиями) должны быть заменены железными сетками; тогда свободная поверхность будет больше, и работа фильтра будет более продолжительна.

Аммиачный и воздушный эксгаустеры. Аммиачный и воздушный эксгаустеры установлены на одном валу и приводятся в движение одним мотором. Эксгаустеры фирмы Schiele: производительность воздушного эксгаустера около $6000 \text{ м}^3/\text{час}$ и аммиачного около $600 \text{ м}^3/\text{час}$. Число оборотов 1460 в минуту. Мощность мотора 25 квт. Устройство одинаково с устройством эксгаустеров в установке Бамаг (рис. 19).

Смеситель. Смеситель (рис. 39) состоит из корпуса 1, сделанного из листового 5-мм железа. Диаметр смесителя около 1,5 м. Корпус имеет два штуцера для выхода смеси. На крышке — третий штуцер для ввода аммиака и воздуха. Аммиак поступает по трубе 3. Труба на конце наглухо заварена и снабжена мелкими отверстиями. Воздух поступает по трубе 4. Попадая в смеситель, воздух и аммиак проходят через насадку 2 из колец Рашига; перемешиваются и выходят из аппарата через нижние штуцера, откуда распределяются на четыре контактных аппарата.

Контактный аппарат (рис. 40). Контактный аппарат состоит из двух частей: верхняя часть — колпак 1 и нижняя часть — корпус 3. Верхняя часть аппарата сделана из листового алюминия, снабжена отводящей нитрозные газы трубой 2 и смотровыми стеклами 9. Толщина стенки крышки 5–6 мм.

Корпус 3 чугунный (литой), имеет внутри футеровку 6 из огнеупорного кирпича и окно 8 для ввода факела при раскаливании сеток. Внутри корпуса насыпаны фарфоровые кольца Рашига для лучшего перемешивания воздушно-

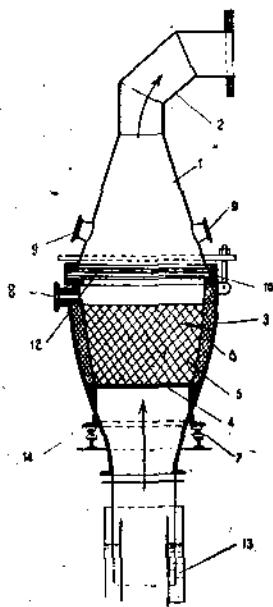


Рис. 40. Контактный аппарат.

1 — колпак, 2 — труба колпака, 3 — корпус, 4 — решетка, 5 — насадка из колец Рашига, 6 — жароупорная футеровка, 7 — железные шарики, 8 — окно для зажигания, 9 — смотровые стекла, 10 — стальные кольца для зажима платиновых сеток, 11 — зажимные болты, 12 — платиновые сетки, 13 — масляный затвор, 14 — выступы для установки аппарата.

аммиачной смеси. Они насыпаны на решетку 4. Весь аппарат установлен на выступах 14 на площадке. Для подвижности он покоится на железных шариках 7. Аппарат, так же как и аппарат типа Бамаг, снабжен масляным затвором 13. Платиновые сетки 12 замыкаются в два специальных (стальных) кольца 10. Эти кольца вставляются между крышкой и корпусом и зажимаются с помощью болтов 11. Диаметр платиновых сеток около 1 100 мм. Диаметр нити 0,076 мм, число отверстий на 1 см² около 1 000. На таком аппарате при трех сетках можно сжечь до 200 м³ аммиака в час.

Общий вид контактного аппарата установки Химстроя представлен на рис. 37.

Измерительные приборы

Ротаметры. Для измерения количества воздуха и аммиака, поступающего на агрегаты, на трубопроводах установлены ротаметры диафрагменного типа подобно ротаметру в установке Бамаг (рис. 32 стр. 73).

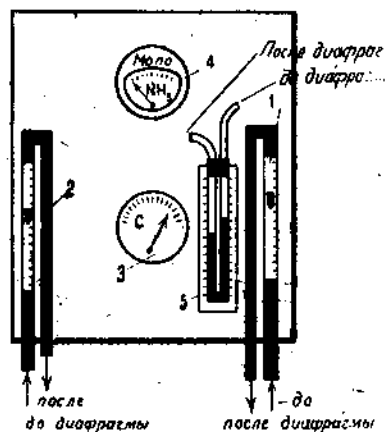


Рис. 41. Щит управления.

1—ротаметр для аммиака, 2—ротаметр для воздуха, 3—гальванометр, 4—показатель аппарата Моно, 5—дифференциальный манометр от аммиачной диафрагмы.

деления процента аммиака в смеси. Аппарат Моно описан ниже, в главе «Контроль производства азотной кислоты».

Для измерения температуры нитрозного газа в коллекторе служит пирометр, показания его вынесены на щит управления (прибор 3).

Щит управления. На щиту управления (рис. 41) подвешены ротаметр 1 для измерения количества аммиака, поступающего в смеситель, ротаметр 2 для измерения количества воздуха, поступающего на смешение, и дифференциальный манометр 5, установленный на диафрагме ротаметра для аммиака. Таким образом осуществляется двойной контроль за расходом аммиака.

Кроме этого на щите управления имеется показатель 4 от аппарата Моно для определения

Сигнальный щит. На сигнальном щите (рис. 42) имеются цветные электрические лампы I, II, III, IV, V; электрический ток к ним подведен по сети, которая связана с отсекателями аммиака на отдельных агрегатах. Если отсекаТЕЛЬ работает, т. е. магнит поднят, то электрический ток на сигнальные лампы прерван. При выключении электроэнергии на отсекатели (выключен ток на моторы вентиляторов в конце системы) или эксгаустеры магнит отсекателя падает вниз, и замыкается цепь электрического тока на сигнальный щит. Лампочка соответствующего агрегата загорается, и дается одновременно сигнал сирены, помещенной сверху щита. Таким образом аппаратчик знает, на каком эксгаустере (агрегате) остановился мотор, и принимает соответствующие меры, т. е. закрывает аммиачный регулирующий вентиль, воздушный вентиль и производит осмотр эксгаустера, мотора эксгаустера и т. д.

На щите имеется лампочка VI, которой ток подведен через общий главный отсекаТЕЛЬ. Этот общий отсекаТЕЛЬ, как мы знаем, закрывает доступ аммиака в случае выключения электроэнергии на вентиляторе в конце системы и на все моторы эксгаустеров. В этом случае загорается лампа VI. 1, 2, 3, 4, 5, 6 — соответствующие выключатели на электрическую сеть ламп.

Кроме того на сигнальном щите имеется сигнальная связь с отделением вентиляторов в конце абсорбционной системы.

На выключателях написано «стоп», «убавить», «прибавить». Это означает, что если на аппаратах вакуум недостаточен, то нужно дать сигнал «прибавить»; если вакуум велик, то дается сигнал «убавить». Когда разрежение будет нормально после убавления или прибавления, то дается сигнал «стоп».

Ведение процесса окисления и режим

Пуск агрегата. Пуск установки Химстроя почти ничем не отличается от пуска установки Бамаг. Порядок пуска следующий. Гавгольдер наполняется аммиаком, пускаются экс-

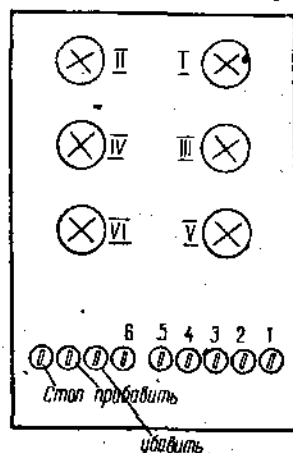


Рис. 42. Сигнальный щит.

I, II, III, IV, V — сигнальные лампы, 1, 2, 3, 4, 5, 6 — выключатели.

гаустеры для аммиака и воздуха. Создается в системе вакуум в 20—30 мм открыванием шибера 10 (рис. 35) после парового котла и дается в систему воздух (открывается регулирующий воздух вентиль 12). Таким поочередным открыванием шибера 10 и открыванием вентиля 12 устанавливается поток воздуха по ротаметру (на один агрегат) 2 000—2 500 м³/час. Разрежение на аппарате 10—20 мм вод. столба. После установления потока воздуха начинается разжигание отдельных аппаратов. Включается в работу отсекающий аммиака в систему, открывается вентиль на аммиачном трубопроводе перед эксгаустером, а затем постепенно начинает открываться и вентиль 11, открывающий доступ аммиака в аппараты. Поток аммиака доводится (по ротаметру) до 150—200 м³/час, и начинается раскаливание сеток. Раскаливание сеток производится через специальное отверстие в корпусе аппарата спортивным горящим факелом. Так раскаливаются сетки на всех четырех аппаратах. Затем накал сеток путем создания нормального содержания аммиака в смеси доводится до слабовишневого цвета, производительность на аппаратах увеличивается и постепенно доводится до нормальной. Спустя некоторое время отбирается проба на процент аммиака в смеси и процент выхода по окиси азота.

Пуск парового котла ничем не отличается от пуска котла в установке системы Бамаг.

Остановка агрегата. При остановке плановой необходимо закрыть в первую очередь аммиачный вентиль 11 и постепенно снижать поток воздуха. Поток воздуха убавляется таким образом, чтобы не было сильного увеличения вакуума на останавливаемом агрегате.

Это достигается одновременным закрыванием шибера 10 и вентиля 12; одновременно нужно следить за разрежением и на других агрегатах, так как в связи с убавлением потока воздуха на останавливаемый агрегат на других работающих агрегатах будет увеличиваться разрежение.

Остановка вынужденная может быть по следующим причинам:

- 1) выключение электроэнергии;
- 2) остановка эксгаустера (ненормальная работа мотора, сгорание предохранительных пробок и т. д.).

В случае выключения электроэнергии в первую очередь закрывается доступ аммиака на агрегат (вентиль 11), затем закрывается воздух (вентиль 12) и шибер 10 после парового котла. Отсекатели закрывают доступ аммиака на эксгау-

стеры. При выключении электроэнергии останавливаются моторы сразу всех эксгаустеров, поэтому производится полная остановка всего отделения. В случае остановки эксгаустера сразу закрывают аммиачный вентиль 11 и шибер 10.

Режим и поддержание нормального режима нами уже описаны в установке Бамаг. Обслуживание и уход за аппаратурой одинаковы с установкой Бамаг.

Отбор проб и ведение записей аппаратчиком. Во время работы цеха один раз в смену (8 час.) отбирается проба на процент контактирования с какого-либо одного аппарата. Отборка проб производится лаборанткой в присутствии аппаратчика.

Результаты показаний каждого измерительного прибора — ротаметра, пирометра, аппарата Моно — и результаты анализов записываются аппаратчиком в специальный журнал.

Таблица 14

Журнал показаний измерительных приборов

Смена	Часы	Показания ротаметров		Моно процент NH_3	Температура на контактах				Температура до котла	Температура после котла	Давление пара
		аммиак	воздух		I	II	III	IV			
I	8	540	5 000	10,4	—	—	—	—	530	190	4
—	9	550	5 100	10,1	—	—	—	—	540	200	4
—	10	560	5 100	10	—	—	—	—	540	200	4
—	11	560	5 100	10	—	—	—	—	540	200	4
—	12	560	5 100	10	—	—	—	—	540	195	4
—	13	560	5 100	10	—	—	—	—	540	195	4
—	14	560	5 100	10	—	—	—	—	530	200	4
—	15	560	5 100	10	—	—	—	—	530	200	4
—	16	560	5 100	10	—	—	—	—	530	200	4

Процент контактирования 89

Сожжено аммиака за смену

Аварии и неполадки в установках окисления аммиака

Наибольшую опасность в работе аппаратов представляет возможность взрывов воздушноаммиачной смеси. Взрыв воздушноаммиачной смеси иногда приводит к серьезным повреждениям аппаратуры, к разрыву платиновых сеток и надолго выводит из строя установку. При серьезных последствиях такого взрыва восстановление отделения требует 5—10 суток.

При имевших место случаях взрыва на установках Бамаг разрушению подвергались следующие аппараты и части установок: смеситель, трубопроводы после смесителя перед контактным аппаратом, опорные фундаменты под трубопроводами и смесителями, платиновые сетки. Сам же аппарат оставался обыкновенно неповрежденным; это объясняется главным образом тем, что удар взрыва смягчался масляным затвором у аппарата.

Причиной взрывов всегда являлось чрезмерное увеличение содержания аммиака в смеси (выше 14%), а это в свою очередь происходило из-за неправильной операции снижения или повышения нагрузки. Были также случаи невнимательного отношения к своим обязанностям аппаратчиков; например вместо того, чтобы открыть главный шибер, он закрывал его и тем самым увеличивал содержание аммиака в смеси. Разумеется, главный воздушный шибер нужно регулировать очень осторожно.

Второй вид серьезных аварий, которые имели место на установке Бамаг, это выбрасывание колокола аммиачного газгольдера при переполнении аммиаком выше предела. Обыкновенно колокол выбрасывало на площадку, и стоило больших трудов (несколько суток) привести его в нормальное положение. Во избежание переполнения газгольдера на шкале, показывающей объем аммиака в газгольдере, устанавливается автоматическая сигнализация и электрический звонок в отделении окисления. Если объем газгольдера 300 м³, то предельный объем устанавливается 200—250 м³, и на 250 м³ по шкале устанавливается сигнализация.

Обслуживание и уход за аппаратурой

Уход за паровым котлом. Паровой котел обслуживается кочегаром, который в то же время является помощником аппаратчика. Котел должен быть всегда в полной исправности, чист внутри и с наружной стороны, иметь всю необходимую арматуру, манометры, водомерные стекла, предохранительные клапаны и т. д. На манометре должна быть проведена красная черта (установленная при испытании котла), выше которой держать давление пара в котле воспрещается. Водомерные стекла должны быть на случай разрыва защищены приспособлением, не затрудняющим наблюдение за уровнем воды в стекле, и снабжены кранами на случай смены стекла.

Предохранительные клапаны на котле должны быть всегда в полной исправности. Рабочий, стоящий у котла, всегда должен помнить, что при неправильной эксплуатации котла может быть взрыв котла, который всегда сопровождается жертвами и громадными разрушениями.

Уход за эксгаустерами. За работой эксгаустеров наблюдают аппаратчики. Эксгаустеры должны быть всегда чистыми. Их регулярно нужно обтирать тряпкой, смоченной в керосине. Особенно важна равномерная смазка подшипников, которые не должны сильно перегреваться. В случае повышения температуры необходимо их промыть несколько раз совершенно чистым машинным маслом, так как причина перегрева всегда лежит в попадании в масло грязи, песка и т. д., что вызывает стирание металла на валу и подшипнике.

Мотор тоже должен всегда быть чист, его подшипники должны равномерно смазываться маслом.

Уход за контактными аппаратами, измерительными приборами и другой аппаратурой. Как правило, вся аппаратура и трубопроводы должны быть чисты, аккуратно обтираться тряпками, смоченными в керосине. Манометры, находящиеся на щитах управления, регулярно протираются, чтобы ясно был виден уровень жидкости в них. Все железные части аппаратов обязательно окрашиваются асфальтовым лаком или другой краской.

Аппаратчик ведет также учет аммиака, поступающего в производство. Учет расхода аммиака производится или замером жидкого аммиака в резервуаре, из которого он берется, или подсчетом показаний измерительных приборов (диафрагмы, ротаметра). В первом случае нужно точно знать уровень аммиака в резервуаре в начале и в конце расхода.

Резервуар для жидкого аммиака имеет градуировку, благодаря чему известно, сколько литров или килограммов жидкого аммиака имеется в 1 см по высоте (резервуар цилиндрический). Предположим, что израсходовано за смену жидкого аммиака 200 см. Градуировка резервуара соответствует, допустим, 7 кг жидкого аммиака в 1 см. Тогда израсходовано будет 1400 кг. Если же учет ведется по газообразному аммиаку, то, зная, сколько аммиака проходит в час по показаниям дифференциального манометра, можно определить объем аммиака за смену или за сутки. Для этого нужно показание дифференциального манометра умножить на число часов; получим объем в m^3 и, помножив на 0,75

удельный вес аммиака), получим вес израсходованного аммиака в килограммах.

Пример. Показание диафрагмы было 200 м^3 в час, следовательно за смену израсходовано $200 \cdot 8 = 1600 \text{ м}^3$; в килограммах это составит: $1600 \cdot 0,75 = 1200 \text{ кг}$.

Планово-предупредительный ремонт

В целях сохранения аппаратуры и соблюдения правильного технологического режима в отделении должны проводиться предупредительные ремонты. Предупредительные ремонты могут быть двоякого рода: ремонт, связанный с остановкой всего отделения, и ремонт, связанный с выключением одного агрегата. Каждый контактный аппарат должен быть остановлен один раз в два месяца. Во время остановки производятся следующие работы:

- 1) разборка аппарата, съемка колпака;
- 2) съемка платиновых сеток и их промывка; в этом случае лучше иметь комплект готовых сеток для замены;
- 3) выгружаются фарфоровые кольца из корпуса аппарата, промываются и просушиваются;
- 4) ремонтируются колпак и сам аппарат.

Затем идет последовательная сборка аппарата, устанавливаются сетки и устанавливается колпак, верхняя часть которого присоединяется к алюминиевому газоходу.

При остановке всего цеха, что происходит один раз в два-три месяца (на 6—8 час.), производятся в отделении окисления следующие работы:

- 1) вскрывается воздушный фильтр; вынимаются железные кольца, промываются горячей водой, высушиваются и смазываются маслом;
- 2) меняются в случаях необходимости прокладки на аммиачных и воздушных линиях;
- 3) осматривается воздушный и аммиачный эксгаустеры.

Кроме таких кратковременных ремонтов ежегодно производится капитальный ремонт длительностью 5—10 дней. В это время разбирают котел, осматривают внутреннее его состояние, подвальцовывают трубки, собирают их и опресовывают.

Осматривается и ремонтируется газгольдер, ремонтируется водопровод, вентили и т. д., разбираются и осматриваются эксгаустеры. Разбираются аппараты, промываются платиновые сетки, кольца Рашига, разбираются смеситель, регулятор давления для аммиака и воздуха, ремонтируются ро-

таметры, и промываются керосином и спиртом. Одним словом, производятся все необходимые ремонты для приведения в порядок отделения.

Контрольные вопросы

1. Почему эксгаустеры аммиака и воздуха установлены на одном валу и приводятся в движение одним мотором?
2. Почему все трубопроводы, где проходит воздушноаммиачная смесь и нитрозные газы, сделаны из алюминия?
3. Почему не разъедаются железные трубы парового котла нитрозными газами?
4. Для чего сделан масляный затвор у контактного аппарата?
5. На каком принципе основана работа диафрагмы и ротаметра?
6. Какой жидкостью заполняется дифференциальный манометр у диафрагмы для аммиака и почему нельзя заполнить его водой?
7. Каково нормальное содержание аммиака в смеси?
8. Почему происходят взрывы в воздушноаммиачной смеси?

VII. ОКИСЛЕНИЕ ОКСИДА АЗОТА В NO_2 И АБСОРБЦИЯ ОКСИДОВ АЗОТА

Свойства оксидов азота

Азот с кислородом образует пять химических соединений, называемых оксидами азота:

- 1) закись азота N_2O ;
- 2) окись азота NO ;
- 3) трехокись азота N_2O_3 ;
- 4) двуокись азота NO_2 и четырехокись азота N_2O_4 ;
- 5) пятиокись азота N_2O_5 .

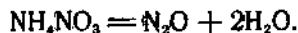
Из кислот известны: HNO_3 — азотная кислота, HNO_2 — азотистая кислота.

Закись азота N_2O . Бесцветный газ. Может быть получена в небольшом количестве при действии окиси азота NO на легко окисляющиеся вещества — сульфит, хлористое олово и т. д.

N_2O обнаружена в отходящих газах при производстве азотной кислоты из селитры, а также в нитрозных газах, выделяющихся при денитрации отработанных кислот после приготовления азотистых веществ.

Легче всего можно получить N_2O через нагревание нитрата аммония (аммиачной селитры) при температуре $160\text{—}170^\circ$.

Реакция идет по уравнению



Температура при разложении не должна быть выше $260\text{—}270^\circ$, в противном случае может быть взрыв.

Образование закиси азота наблюдается при электрических разрядах в кварцевой трубке, наполненной чистым кислородом и азотом.

Закись азота может быть переведена в жидкость при обыкновенной температуре, если ее подвергнуть сжатию до 60 ат; при критической температуре ($+36,5^\circ$) она перейдет в жидкость при давлении 71,5 ат (см. о критической температуре и давлении стр. 41).

Вес 1 м³ = 1,977 кг.

Закись азота растворима в воде, хотя довольно незначительно. Приводим следующие данные:

Температура в °С	Растворимость N ₂ O в см ³ на 1 см ³ воды (при 0° и 760 мм ртутного столба)
5	1,048
10	0,88
15	0,737
20	0,6294
25	0,5443

Закись азота поддерживает горение лучше, чем воздух; тлеющая лучинка вспыхивает в ней, как в кислороде, а смесь равных объемов N₂O и H₂ взрывает.

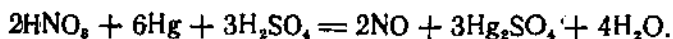
При нагревании N₂O распадется на N₂ и O₂ по реакции $2N_2O = 2N_2 + O_2$. Такое разложение уже заметно при 520° и доходит до конца при температуре 900°. Выделением кислорода при разложении и объясняется активная поддержка горения.

Закись азота производит опьянение и называется поэтому веселящим газом. В абсорбционных установках концентрация N₂O незначительна.

Окись азота NO. Окись азота образуется при пропускании электрических искр через воздух. Об этом мы говорили при описании дугового способа. В больших количествах, как известно, она получается при окислении аммиака. В лаборатории добывают ее действием азотной кислоты на медные стружки:



причем образуются и другие продукты, как закись азота, азот и т. д. Чистую окись азота можно получить при взбалтывании азотной кислоты в смеси с ртутью и концентрированной серной кислотой



Этой реакцией пользуются, как мы увидим дальше, для количественного определения азотной кислоты и окислов азота в серной кислоте.

Окись азота при обыкновенной температуре — бесцветный газ, трудносжижающийся, так как ее критическая тем-

температура — 92,9, и, чтобы перевести ее в жидкое состояние, необходимо охладить ниже этой температуры.

Критическое давление 64,6 ат.
 Вес 1 м³ при 0° и 760 мм — 1,3402 кг,
 Точка кипения жидкой NO = — 150,2°,
 Точка затвердевания = — 160,6°.

В воде окись азота малорастворима; так, при 0° и 760 мм давления в 1 объеме воды растворяется 0,072 объема NO при 30° — 0,04, и чем выше температура, тем растворимость меньше.

Окись азота растворяется и в серной кислоте, причем растворимость зависит от крепости серной кислоты.

Так, например:

1 объем 100%-ной H ₂ SO ₄	растворяет	0,035	объемов NO	при 0° и 760 мм
" 68,50%-ной H ₂ SO ₄	"	0,017	"	" 0° " 760 "
" 45,50%-ной H ₂ SO ₄	"	0,020	"	" 0° " 760 "
" 37,70%-ной H ₂ SO ₄	"	0,027	"	" 0° " 760 "
" 34,30%-ной H ₂ SO ₄	"	0,046	"	" 0° " 760 "
чистая вода	"	0,072	"	" 0° " 760 "

Особенно характерна для NO очень легко идущая реакция присоединения. Она прямо соединяется с O₂ воздуха по реакции:



Эта реакция идет тем быстрее, чем ниже температура. При температуре выше 670° NO с кислородом не соединяется. Совершенно сухие NO и O₂ в реакцию не вступают. О скорости окисления NO в NO₂ мы будем подробно говорить дальше.

NO окисляется в водном растворе KMnO₄ и переходит в азотную кислоту. Этим пользуются при анализах на содержание окислов азота в азотной кислоте.

С окисью азота соединяются хлор, фтор с образованием нитрозидов NOCl, NOF (NO в этих соединениях носит название нитрозила).

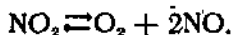
Двуокись азота NO₂. Двуокись азота при обыкновенной температуре — темнобурый газ. Если его пропустить через стеклянную трубку, охлаждаемую смесью снега и соли, то он сжижается в желтоватую жидкость, замерзающую в бесцветные кристаллы, плавящиеся при — 9°.

При нагревании этой жидкости до + 10° она постепенно желтеет, при 15° становится желто-бурой. При температуре 21,2° пары ее красно-бурого цвета и при повышении темпе-

ратуры переходят постепенно в темнобурый; при 140° они совершенно черные.

При определении плотности паров найдено, что бесцветное вещество при температуре -10° есть удвоенная молекула двуокиси азота, носящая название четырехокиси азота N_2O_4 или азотноватый ангидрид. При повышении температуры происходит разложение N_2O_4 до NO_2 , и пары буреют. При все повышающейся температуре все больше и больше четырехокиси переходит в NO_2 . При температуре 60° половина четырехокиси переходит в NO_2 , а при 140° четырехокись целиком переходит в NO_2 . Реакция пишется так: $N_2O_4 \rightleftharpoons 2NO_2$; это значит, что реакция обратима, т. е. N_2O_4 и NO_2 могут превращаться одно в другое.

При подъеме температуры выше 140° NO_2 в свою очередь начинает переходить в NO и O_2 по реакции:



Выше 600° бурые пары исчезают, следовательно все NO_2 перешло в NO и O_2 . NO_2 — очень ядовитый газ. Горения не поддерживает; в то же время — сильный окислитель: окисляет при нагревании серу, фосфор, ртуть, медь.

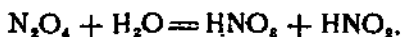
О других химических свойствах NO_2 будем говорить параллельно с описанием свойств N_2O_4 .

Четырехокись азота N_2O_4 . Как мы говорили при описании NO_2 , четырехокись азота образуется соединением 2 молекул NO_2 по реакции: $2NO_2 \rightleftharpoons N_2O_4$.

При обыкновенной температуре в этой смеси двуокиси и четырехокиси азота преобладает последняя.

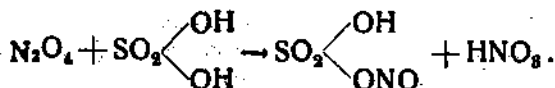
Твердая N_2O_4 — бесцветные кристаллы, которые плавятся при $-10,1^{\circ}$.

Жидкая N_2O_4 представляет собой светлооранжевую жидкость (цвет придает присутствие некоторого количества NO_2), удельный вес при 15° 1,474. N_2O_4 растворяется в воде с образованием азотной и азотистой кислот:



Это и есть одна из важнейших реакций, протекающих в абсорбционном отделении. В дальнейшем азотистая кислота разлагается на азотную кислоту и окись азота.

N_2O_4 легко поглощается серной кислотой с образованием нитрозилсерной кислоты:



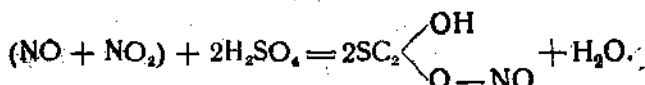
Трехокись азота — азотистый ангидрид N_2O_3 легко можно получить в чистом виде пропусканием смеси равных количеств окиси и двуокиси через охлажденную до -30° U-образную стеклянную трубку. При этом образуется синяя жидкость N_2O_3 , замерзающая при -102° в голубое твердое вещество. Жидкий азотистый ангидрид уже при -21° начинает распадаться на окись и двуокись азота по реакции:



Удельный вес жидкого $N_2O_3 \approx 1,449$, при 0° . С водою дает азотистую кислоту: $N_2O_3 + H_2O = 2HNO_2$.

Если пропускать смесь равных объемов NO_2 и NO через щелочь или H_2SO_4 , то такая смесь ведет себя точно так же, как и N_2O_3 .

Протекают следующие реакции:



Это говорит о том, что в смеси $NO + NO_2$ и при обыкновенной температуре протекает реакция образования N_2O_3 :



Механизм этой реакции таков.

Образующееся незначительное количество N_2O_3 моментально поглощается щелочью или серной кислотой, тотчас же новые количества $NO + NO_2$ вступают в реакцию с образованием N_2O_3 ; N_2O_3 поглощается снова, и т. д. Таким образом в непосредственную реакцию вступает не смесь $NO + NO_2$, а N_2O_3 .

Пятиокись азота (азотный ангидрид) N_2O_5 . Азотный ангидрид может быть получен, если перегонять азотную кислоту с фосфорным ангидридом P_2O_5 .

Полученный азотный ангидрид — бесцветное кристаллическое вещество, плавящееся с разложением при 30° ; растворяется с шипением в воде с образованием HNO_3 :



Быстро разлагается (при $40-50^\circ$) на двуокись азота и кислород.

Выделяющийся O_2 является сильным окислителем.

Для сравнения между собой окислов азота приводим таблицу важнейших их свойств (табл. 15).

Свойства окислов азота

Формулы молекулы	N_2O	NO	N_2O_3	$N_2O_4 \rightleftharpoons 2NO_2$	N_2O_5
Состояние при 20°	Бесцветный газ	Бесцветный газ	Не существует	Коричневая жидкость	Твердый бесцветный
Удельный вес (жидких)	1,226	1,27	—	1,49	1,63
Температура плавления	— 90,7°	— 163,7°	— 102°	— 10°	30°
Температура кипения	— 88,7°	— 151,8°	— 10°	+ 21,2°	около 50°
Соответствующая кислота	—	—	HNO_2	—	HNO_3

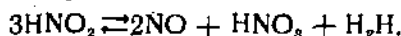
Азотистая кислота

Азотистая кислота может быть получена в очень слабой концентрации при пропускании N_2O_3 через воду

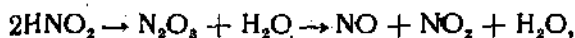


Также она может быть получена восстановлением азотной кислоты окисью азота. В свободном состоянии азотистая кислота не существует.

В водном растворе она тоже очень непрочна и разлагается на HNO_3 , NO и воду:



Если азотистая кислота выделяется в свободном состоянии, то она немедленно распадается на свой ангидрид и воду:



причем, как видно из реакции, N_2O_3 распадается на NO_2 + NO , и в результате выделяются обильные пары NO_2 .

Азотная кислота

Свойства азотной кислоты описаны нами в главе «Основные сведения об азотной кислоте».

Окисление окиси азота в двуокись

Для получения азотной кислоты необходимо полученную окись азота превратить в NO_2 для поглощения ее водным раствором азотной кислоты.

Как мы уже сказали, реакция окисления



отличается от остальных всех реакций тем, что она идет быстрее при более низкой температуре. Реакция кроме того идет с выделением тепла: на каждые 2 молекулы NO_2 выделяется 27 000 Кал.

Эта реакция относится к реакциям обратимым, т. е. реакция может идти в ту или другую сторону, и для каждой температуры наступает определенное равновесие, при котором количество полученной двуокиси равно количеству разложившейся двуокиси на NO и O_2 . Теоретически до температуры 200° реакция идет только в сторону образования NO_2 , следовательно окисление должно проходить до конца.

Превращение NO_2 в N_2O_4 тоже реакция обратимая, и мы уже знаем, что при 64° половина NO_2 переходит в N_2O_4 , при -10° существует только N_2O_4 , при $+150^\circ$ N_2O_4 полностью разложится на NO_2 . Скорость превращения NO_2 в N_2O_4 очень велика, и равновесие наступает в тысячные доли секунды.

Рассмотрим, какова скорость окисления NO в NO_2 . Если реакция превращения NO_2 в N_2O_4 требует очень незначительного времени, то реакция окисления NO в NO_2 протекает в измеримое время порядка десятков секунд. Скорость окисления NO в NO_2 зависит от следующих условий: 1) концентрации окиси азота и кислорода в газе, 2) температуры, 3) давления.

Влияние концентрации NO и O_2 . Прежде чем говорить о влиянии концентрации, покажем, как эта концентрация измеряется. Обыкновенно принято выражать концентрацию в килограммолекулах на 1 м^3 газа или в парциальных давлениях.

Килограммолекула (кг-мол) это есть молекулярный вес, выраженный в килограммах. Например, если молекулярный вес NO 30, то $1 \text{ кг-мол} = 30 \text{ кг}$.

Если имеем нитрозный газ, где находится 14 кг-мол NO , общий объем газа $3\,300 \text{ м}^3$, то концентрация NO , приходящаяся на $1 \text{ м}^3 = \frac{14}{3\,300} = 0,0042 \text{ кг-мол/м}^3$.

Или же концентрацию можно выразить в парциальных давлениях.

Для того чтобы ясно себе представить, что такое парциальное давление газа, познакомимся с законом Дальтона.

Представим себе замкнутый сосуд. Пустим в него один раз некоторое количество газа (предположим, кислорода), другой раз — некоторое количество азота.

Пусть при заполнении кислородом давление на стенки сосуда будет 360 мм ртутного столба $= P_1$, а при заполнении азотом 300 мм ртутного столба $= P_2$.

Если ввести в этот сосуд оба газа вместе, то давление смеси газов окажется равным сумме давления каждого из газов в отдельности. В нашем сосуде давление будет $P_1 + P_2 = 360 + 300 = 660$ мм. Это можно сформулировать следующим образом: давление смеси газов равно сумме давлений, производимых каждым газом в отдельности. Это и есть закон Дальтона.

Отдельное давление газа в смеси и есть парциальное давление.

Следовательно парциальное давление есть доля давления данного газа в смеси газов.

Пример. Газ имеет следующий состав:

NO	9,3 %
N ₂	66,54 %
O ₂	9,56 %
H ₂ O	14,6 %
	100 %

По формуле $p = P \cdot \frac{a}{100}$,

где p — парциальное давление, P — общее давление, a — объемный процент данного газа, можно легко определить парциальное давление данного газа, подставляя в эту формулу соответствующие значения:

$$p_{\text{NO}} = 1 \cdot \frac{9,3}{100} = 0,093 \text{ ат}$$

или если в миллиметрах ртутного столба, то вместо P подставляем 760 мм:

$$p_{\text{NO}} = \frac{760 \cdot 9,3}{100} = 122 \text{ мм};$$

аналогично для кислорода

$$p_{\text{O}_2} = 1 \cdot \frac{9,56}{100} = 0,0956 \text{ ат.}$$

Удобнее выражать все концентрации в кг-мол на 1 м³ газа.

Скорость реакции окисления NO в NO₂ находится в следующей зависимости от концентрации NO и O₂:

$$v = k \cdot c_{\text{NO}}^2 \cdot c_{\text{O}_2},$$

где c_{NO} — есть концентрация NO, выраженная в кг-мол на 1 м³ или парциальных давлениях, c_{O_2} — концентрация кисло-

рода, k — некоторая величина (коэффициент), зависящая от температуры, так называемая константа скорости реакции.

Эта константа выражается следующими цифровыми величинами (рис. 43).

Как видно из рисунка, константа с повышением температуры уменьшается; так, для температуры 20° она 15 000,

а для температуры 100° она равна 8 500,

т. е. уменьшается почти вдвое. Таким

образом скорость превращения NO в

NO₂ пропорциональна концентрации NO

и концентрации O₂ в газе и зависит от k .

При увеличении k (т. е. при понижении

температуры газа) скорость соответ-

ственно увеличивается, и, наоборот,

при уменьшении k скорость соответ-

ственно уменьшается. Для наглядно-

сти приводим диаграмму (рис. 44), где

показано, какое количество времени

нужно для окисления NO в NO₂ при

определенной температуре газов и

разной концентрации. Из диаграммы

видно, что если имеется газ с со-

держанием 8,5% NO и 8,5% O₂, то время, потребное для

окисления NO на 85%, составляет 25 сек. Для окисления

на 85% газа с содержанием NO 2% и O₂ 2% нужно вре-

мени в 3 раза больше, т. е. около 80 сек.

Влияние давления. Рассмотрим, как влияет давление на окисление NO в NO₂. Возьмем нитрозный газ состава: NO

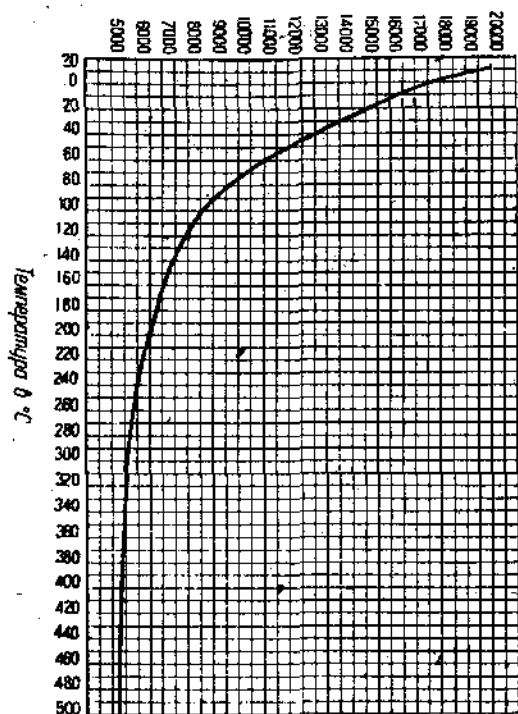


Рис. 43. Константа скорости реакции $2\text{NO} + \text{O}_2 = 2\text{NO}_2$.

содержанием 8,5% NO и 8,5% O₂, то время, потребное для окисления NO на 85%, составляет 25 сек. Для окисления на 85% газа с содержанием NO 2% и O₂ 2% нужно времени в 3 раза больше, т. е. около 80 сек.

Влияние давления. Рассмотрим, как влияет давление на окисление NO в NO₂. Возьмем нитрозный газ состава: NO

9,3%, O_2 9,56%, N_2 66,54%, H_2O 14,6%, и выясним, как изменяется парциальное давление при увеличении общего давления смеси газов. Берем те же формулы:

$$p = P \frac{a}{100},$$

где p — парциальное давление, P — общее давление смеси, a — процент данного газа в смеси.

Увеличим давление газа до 7 ат; тогда, подставляя в формулу цифры, получим:
для окиси азота:

$$p_{NO} = 7 \cdot \frac{9,3}{100} = 0,65 \text{ ат}$$

для

$$O_2 \quad p_{O_2} =$$

$$= 7 \cdot \frac{9,56}{100} = 0,669 \text{ ат},$$

тогда как на стр. 101 для газа такого же состава парциальные давления для 1 ат были 0,093 и 0,095. Следовательно парциальные давления увеличиваются во столько же раз, во сколько раз увеличивается общее давление смеси газов. Если взять концентрацию в кг-мол на 1 м^3 , то получается следующее.

Для примера возьмем газ с содержанием NO 14 кг-мол, объем газа 3300 м^3 . Концентрация NO по предыдущему при 1 ат была:

$$c_{NO} = \frac{14}{3300} = 0,0042 \text{ кг-мол на } 1 \text{ м}^3.$$

При давлении 7 ат объем газа уменьшается в 7 раз, т. е. будет равен

$$\frac{3300}{7} = 470 \text{ м}^3.$$

Концентрация NO будет $\frac{14}{470} = 0,300 \text{ кг-мол/м}^3$, т. е. концентрация тоже увеличивается в 7 раз.

Экспериментально доказано, что для достижения 90% окисления NO в NO_2 (газ состава: NO 9%, O_2 7%) необходим при 1 ат промежуток времени в 178 сек., а для достижения этого же процента окисления при 6 ат нужно всего 9 сек. Отсюда понятна вся выгода применения давления при окислении NO в NO_2 .

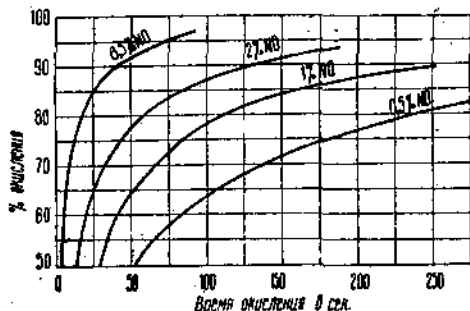
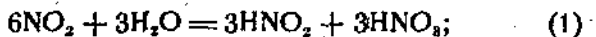


Рис. 44. Время окисления окиси азота в двуокись. т-ра 20°C.

Абсорбция двуокиси азота

По ходу процесса получающаяся двуокись азота растворяется в воде и затем вступает в химическое соединение с ней. Таким образом процесс абсорбции мы разбиваем на две части: 1) процесс поглощения двуокиси азота водой, 2) реакция между поглощенной двуокисью и водой. Нужно сказать, что некоторые авторы утверждают, что с водой реагирует не NO_2 , а только N_2O_4 . Это имеет под собой очень веские основания, но мы для простоты изложения всюду будем в реакциях писать не N_2O_4 , а NO_2 . Всего же вероятнее, что в реакции участвует и NO_2 и N_2O_4 .

Скорость процесса растворения двуокиси азота в воде или в азотной кислоте (вода + HNO_3) собственно и определяет скорость абсорбции вообще, скорость же химического взаимодействия NO_2 с водой значительно больше. В абсорбционных башнях мы можем представить прохождение следующих реакций:



образующаяся HNO_2 распадается по реакции:

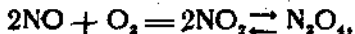


Складывая эти уравнения, получим:



Следовательно из 3 молекул NO_2 получаем 2 молекулы HNO_3 и 1 молекулу NO .

Выделившаяся окись азота вступает в реакцию с кислородом воздуха:



NO_2 снова растворяется в воде и снова вступает с ней в реакцию с образованием HNO_2 и HNO_3 , и т. д.

Какие же условия влияют на скорость абсорбции и образование азотной кислоты в растворе? Основные из них: 1) концентрация NO_2 в газе (процент NO_2); 2) температура газов и кислоты; 3) концентрация азотной кислоты при поглощении; 4) давление; 5) степень соприкосновения кислоты с газом. Рассмотрим все эти условия.

1. Концентрация NO_2 в газе (парциальное давление). Двуокись азота обладает небольшой растворимостью в воде. Поэтому чем больше процент NO_2 в газе, тем лучше идет растворение, а следовательно и реакция NO_2 с водой. Следовательно это определяет и производительность абсорбции.

онной системы. Кроме того практически найдено, что парциальное давление NO_2 (N_2O_4) сильно влияет и на крепость получаемой азотной кислоты, а именно когда процент NO_2 в газе ниже 4,5—5, то невозможно получить кислоту выше 50%-ной.

По мере приближения к концу абсорбционной системы (последние башни) процент NO_2 все время уменьшается, уменьшается и поглощение водой; наконец, когда процент ($\text{NO} + \text{NO}_2$) в нитрозном газе достигнет 1—1,5, абсорбция водой становится уже невыгодной, с одной стороны, из-за того, что поглощение NO_2 и реакция NO_2 с водой идет медленно, с другой, — и окисление NO в NO_2 значительно замедляется.

2. Температура. При повышении температуры, во-первых, уменьшается скорость растворения NO_2 в воде, во-вторых, как мы знаем, уменьшается и скорость окисления NO в NO_2 . Поэтому очень важно иметь равномерное охлаждение кислоты и газов, которые нагреваются теплом, выделившимся при реакции окисления и поглощения. Практически найдено, что охлаждение газов ниже 15—20° почти никакой выгоды не дает, и до 40° температура мало влияет на скорость поглощения.

3. Концентрация азотной кислоты. Когда поглотителем является вода или очень слабая азотная кислота, поглощение NO_2 и последующая реакция NO_2 с водой идет очень быстро. При достижении крепости в 40% скорость поглощения быстро падает и выше 50% поглощение идет крайне медленно.

Максимальная концентрация, какую можно получить при пропускании двуокиси азота через воду при 1 ат и выше 0°, — это 68,4% HNO_3 .

Замедленное образование азотной кислоты при увеличении ее концентрации в растворе объясняют тем, что постепенно становится меньше так называемой свободной воды (несвязанной с HNO_3). При крепости кислоты выше 50% этой «свободной воды» становится все меньше и меньше, и образование HNO_3 идет все медленнее и медленнее.

4. Давление. Мы уже сказали, что давление ускоряет реакцию окисления NO в NO_2 ; в то же самое время сильно ускоряется и поглощение двуокиси азота (увеличивается ее парциальное давление) и реакция двуокиси с водой. Однако это экономически выгодно только для давления не выше 6—7 ат. Концентрация HNO_3 получается в установках под давлением до 62%.

5. Степень соприкосновения кислоты с газом. Кроме перечисленных четырех факторов есть еще один существенный фактор — это степень соприкосновения кислоты с газом или интенсивность и равномерность перемешивания их между собой. Чем лучше соприкосновение, тем интенсивнее идет поглощение и реакция образования азотной кислоты. Такое соприкосновение в башнях обеспечивается насадкой (кольца Рашига, куски кварца и т. д.) и разбрызгиванием кислоты сверху башен через специальные распылители.

Насадка башен и орошение. Насадка в башнях должна удовлетворять следующим условиям:

- 1) поверхность, приходящаяся на единицу объема насадки, должна быть максимальной;
- 2) пространство между насадочным материалом должно быть достаточным для окисления NO в NO_2 ;
- 3) насадка должна иметь форму, препятствующую накоплению грязи (меньше горизонтальных поверхностей);
- 4) насадочный материал должен быть уложен равномерно с тем расчетом, чтобы было равномерное распределение по башне жидкости;
- 5) материал насадки должен быть кислотостойким и сравнительно недорогим.

Все насадочные материалы можно разделить на две группы. К первой относятся различной формы кольца Рашига, шары и т. д., т. е., другими словами, материалу насадки придается правильная форма. Ко второй относятся насадки бесформенные: куски кварца, куски керамики, кокс и т. д.

На азотнокислотных заводах главным образом применяют кольца Рашига разных размеров и бесформенную насадку (куски кварца и т. д.). Наиболее распространенным размером колец являются:

$$110 \times 110 \times 10 \text{ мм},$$

$$100 \times 100 \times 10 \text{ мм},$$

$$80 \times 80 \times 8 \text{ мм}.$$

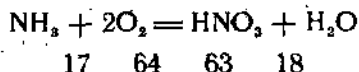
Недостатком бесформенной насадки является малая поверхность и малое свободное пространство. Кроме того кварц и кокс под влиянием кислоты разрушаются, забиваются промежутки между насадочным материалом, что мешает прохождению газа.

Для распыления кислоты сверху башен устанавливаются распылители самых различных устройств. Чаще всего они напоминают обыкновенную лейку.

Концентрация получаемой кислоты

Теоретически при окислении аммиака можно получить кислоту концентрации 77% HNO_3 .

Это видно, если написать уравнение реакции образования азотной кислоты из аммиака:



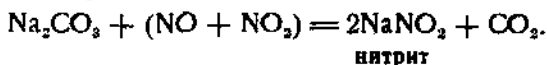
Из 17 вес. частей NH_3 получается воды 18 вес. частей и азотной кислоты 63 вес. части. Следовательно всего будет $63 + 18 = 81$ вес. част.

Содержание HNO_3 в такой смеси будет $\frac{63 \cdot 100}{81} = 77,7\%$.

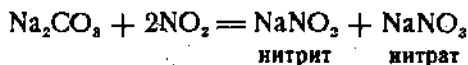
Следовательно без добавления воды максимальный процент HNO_3 77,7, но так как не весь аммиак переходит в NO , а только 90—96% (кроме того в систему дается вода), то это снижает крепость кислоты в установках без давления до 50—55%, в установках под давлением до 56—62%.

Абсорбция окислов азота щелочами и серной кислотой

Из предыдущего нам известно, что поглощение окислов азота с концентрацией 1—2% становится невыгодным ввиду уменьшения скорости поглощения и скорости окисления. Поэтому в конце системы устанавливаются специальные башни, или абсорберы, орошаемые содой или серной кислотой. Для полного поглощения содой или кислотой окислов азота вовсе не нужно полного окисления NO в NO_2 . Смесь равных количеств ($\text{NO} + \text{NO}_2$) имеет такие же свойства, как N_2O_3 ($\text{NO} + \text{NO}_2$), вступает в реакцию с содой с образованием нитрита и CO_2 :



При избытке NO_2 в газе реакция протекает с образованием нитрита и нитрата:

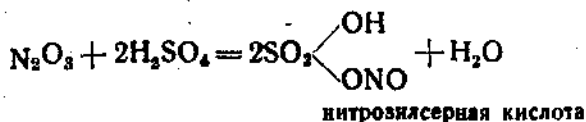


В производстве всегда получается в связи с этим смесь нитрит-нитрата,

Нитрит переводится в нитрат (инверсия) с помощью слабой HNO_3 (50—55%-ной), для чего перемешивают нитрит с азотной кислотой, в результате чего нитрит переходит в нитрат.

Раствор нитрата упаривается и получают в результате натриевую селитру.

При применении серной кислоты образуется нитрозилсерная кислота:



Раствор нитрозилсерной кислоты в серной кислоте носит название нитрозы. Нитроза применяется в башенных и камерных системах при производстве серной кислоты, для орошения Gloverных башен — обогащение системы оксидами азота.

Контрольные вопросы

1. Какие существуют окислы азота?
2. Какой окиси отвечает азотная кислота?
3. Какой окиси отвечает азотистая кислота?
4. Как влияет давление на процесс окисления окиси азота в двух-окись?
5. Что такое абсорбция?
6. Для чего применяют насадку в абсорбционных башнях?
7. Что такое концентрация кислоты?

Как мы знаем из типовой схемы производства HNO_3 (рис. 7), нитрозные газы из отделения окисления поступают на дальнейшую переработку в абсорбционное отделение. Абсорбционные установки, так же как и окислительные, имеются самых разнообразных типов. Мы опишем здесь две установки: 1) установку системы Фришера и 2) установку Уде.

Установка системы Фришера

Схема производства

Нитрозные газы после теплообменного котла (отделения Бамаг) распределяются на две или три параллельно работающие абсорбционные системы (рис. 45).

Газы с температурой $140\text{--}160^\circ$ поступают в холодильник-конденсатор 1.

В холодильнике происходят следующие процессы:

- 1) охлаждение нитрозных газов от 150 до $30\text{--}40^\circ$;
- 2) конденсация паров воды;
- 3) окисление NO в NO_2 и переход в N_2O_4 ;
- 4) образование азотной кислоты.

Холодильник-конденсатор (рис. 46), трубчатого типа, состоит из ферросилициевых труб. Нитрозный газ входит в коллектор 4, распределяется на шесть рядов труб и выходит через другой коллектор 3. Трубы холодильника соединены между собой переходами 2. Между соединениями зажимаются при помощи хомутов просмоленные асбестовые прокладки.

Холодильник установлен в бетонной ванне 5 на железном каркасе. Орошение водой производится сверху через лоток 8; вода уходит из ванны через трубу в канализацию. Для спуска конденсата на коллекторе 3 имеется штуцер 9. Диаметр трубы холодильника 80 мм, длина $2,0\text{--}2,5$ м. Число труб 42—49.

Мы уже сказали, что в холодильнике получается азотная кислота. Сконденсировавшиеся здесь пары воды вступают в реакцию с NO_2 (N_2O_4), и таким образом протекает процесс образования HNO_3 . Несмотря на то что объем холодильника очень мал (около $0,5 \text{ м}^3$), все же время пребывания в нём газов достаточно для окисления NO в NO_2 и поглощения NO_2 водой. Концентрация получающейся в холодильнике кислоты около 18—20%. Эта кислота сходит в керамиковый сосуд IV (рис. 45).

Из холодильника нитрозные газы, охлажденные и освобожденные от воды, поступают вниз первой керамиковой

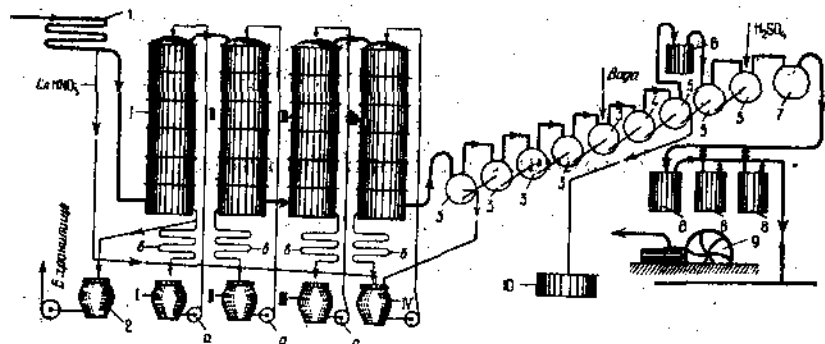


Рис. 45. Схема абсорбции по системе Фришер.

1 — газовый холодильник, 2 — сборник для продукции, 3 — абсорбер азотно-кислотный, 4 — абсорбер пустой, 5 — абсорбер, орошенный горячей кислотой, 6 — фильтр, 7 — брызгоуловитель, 8 — осушитель, 9 — вакуумный насос, 10 — ящик для нитрозы, 11 — насосы, 12 — кислотные холодильники. I, II, III, IV — соответствующие абсорбционные башни и сборники.

башни. Нужно отметить, что раньше до холодильника у Фришера была установлена ферросилициевая башня, насаженная кольцами Рашига и кварцем, которая орошалась нитрозой, полученной в конце системы. Здесь под влиянием горячих газов происходила денитрация нитрозы и обогащение нитрозного газа оксидами. Позднее ход газа был несколько изменен, как показано на рис. 45 (ферросилициевая башня используется как окислительная башня и на схеме не показана).

Керамиковая башня изображена на рис. 47. Она состоит из отдельных звеньев 1 с бортами, днища 7, снабженного штуцером для входа газа 9 и штуцером для выхода кислоты 8, и крышки с штуцером для распылителя 4, для выхода газа 5 и штуцера для вакуумметра и термометра 11.

На борт звена кладется керамиковая решетка 6, на которую засыпаются кольца Рашига приблизительно на $\frac{3}{4}$ по высоте звена. Насадка из колец Рашига размером $100 \times 100 \times 10$ мм и $50 \times 50 \times 6$ мм.

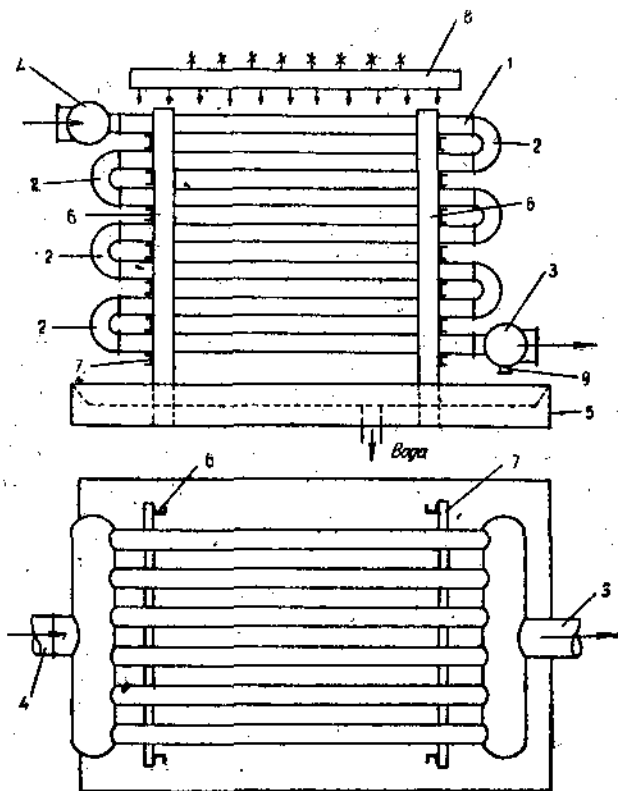


Рис. 46. Газовый холодильник (холодильник-конденсатор).

1 — трубы холодильника, 2 — переход, 3 — коллектор для выхода газа, 4 — коллектор для входа газа, 5 — ванна для воды, 6—7 — каркас, 8 — оросительное устройство, 9 — патрубок для спуска конденсата.

Герметичность соединений звеньев между собой осуществляется заливкой бортов массой, составленной из гудрона и асфальта.

Внутренний диаметр звена 1,5 м, высота звена 1 м. Обычно башня состоит из 6—7 звеньев.

Нитрозные газы (имеющие 4—5% NO_2), поступая через

штуцер 9 в первую башню, проходят насадку башни, причем NO_2 поглощается азотной кислотой, поступающей сверху через распылитель 4; кислота стекает через штуцер в дне башни, проходит кислотный холодильник в (рис. 45), сделанный из ферросилициевых труб и орошаемый водой, охлаждается и поступает в керамиковый в 1500 л сосуд. Оттуда насосом а подается наверх башни и распределяется на все башни (1, 2 или 3) всех систем.

Керамиковый сосуд, кислотный холодильник, насос — общие для всего первого ряда башен.

Таким образом осуществляется циркуляция кислоты

Постепенно кислота укрепляется и при достижении 50%-ной крепости спускается самотеком в сосуд 2, откуда перекачивается насосом в хранилище, на разлив в бутылки или на дальнейшую переработку в крепкую кислоту.

Нитрозные газы из первой башни переходят в верх второй башни. Устройство второй башни одинаково с первой башней. Непоглощенные газы во второй башне выходят снизу и поступают в низ третьей башни.

Кислота через распылитель разбрызгивается сверху, укрепляется, стекает вниз через кислотный холодильник в сосуд II, а оттуда насосом подается снова на башню. Так осуществляется циркуляция кислоты во второй башне.

Керамиковый сосуд, насос, кислотный холодильник — общие для второго ряда башен.

При достижении крепости до 45% HNO_3 кислота самотеком передается в керамиковый сосуд 1, а оттуда на оро-

шение башен первого ряда для дальнейшего укрепления.

Третья башня работает так же, как первая башня. Нитрозные газы поступают снизу и проходят насадку. NO_2 поглощается кислотой и газы выходят через верх третьей башни в четвертую башню. Кислота стекает вниз, попадает в кис-

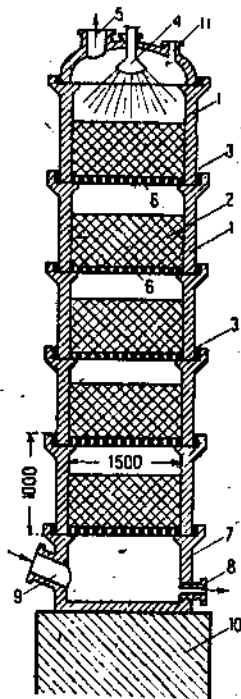


Рис. 47. Абсорбционная башня (керамиковая).

1 — керамиковые звенья, 2 — насадка, 3 — бортовая закладка, 4 — распылитель, 5 — штуцер для газа, 6 — решетка, 7 — днище, 8 — штуцер для кислоты, 9 — штуцер для газа, 10 — фундамент, 11 — штуцер для термометра и вакуумметра.

лотный холодильник, затем в сосуд III, а оттуда наверх третьей башни и т. д. Крепость кислоты в башнях третьего ряда 30—35%. Укрепившись до этого процента, кислота передается в керамиковый сосуд II, а оттуда наверх башен четвертого ряда.

Четвертая башня орошается кислотой еще более слабой (18—25%), которая передается в сосуд III для укрепления в башнях третьего ряда.

Нитрозные газы из четвертой башни попадают в абсорберы 3. Устройство абсорберов видно из рис. 48. Керамиковый цилиндр 1 с штуцером 6 — для перетекания кислоты, штуцером 8 — для ввода кислоты, штуцером 5 — для выхода газа, трубой 4 — для ввода газа и штуцером 3 — для замера разрежения в абсорбере.

Абсорбер снабжен смотровым стеклом 2. Внутри абсорбера установлена керамиковая решетка 7, не достигающая до дна цилиндра. Нитрозный газ через трубу 4 попадает на керамиковую решетку, пробулькивает через слой кислоты и выходит через штуцер 5 в следующий абсорбер и т. д. В пятый абсорбер поступает вода и здесь энергично поглощает двуокись азота. Постепенно кислота переходит через все абсорберы и из первого азотнокислого абсорбера поступает в керамиковый сосуд IV, откуда и попадает на орошение четвертого ряда башен. На одной из фришеровских установок на третьей системе имеется дополнительная пятая башня. Кислота из первых азотнокислотных абсорберов сходит в керамиковый сосуд V, а оттуда подается на орошение пятой башни. Из пятой башни кислота самоотеком перетекает в сосуд IV.

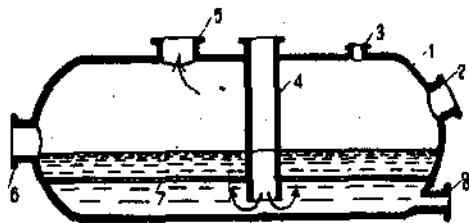


Рис. 48. Абсорбер.

1 — корпус, 2 — смотровое окно, 3 — штуцер для замера вакуума, 4 — труба для ввода газа, 5 — патрубок для выхода газа, 6 — штуцер для ввода кислоты, 7 — решетка, 8 — штуцер для кислоты.

Абсорберы 4 — пустые; их назначение — отделить капли кислоты от газа и дать время для окисления NO в NO₂ перед поглощением их серной кислотой. По ходу газа установлен осушитель 6, орошаемый серной кислотой, служащий для осушки газа, и оттуда уже нитрозные газы поступают в последние два абсорбера 5. В последний абсорбер подается серная кислота (80—85% H₂SO₄). Здесь происходит погло-

щение ($\text{NO} + \text{NO}_2$) и образуется нитрозо, которая и стекает в ящик 10, откуда передается в башенный цех для производства H_2SO_4 .

Для предохранения последних двух абсорберов от образования трещин (они нагреваются теплотой реакции) их орошают водой.

Из последнего абсорбера газы попадают в сосуд 7 — брызгоуловитель, и оттуда направляются в железные сосуды — фильтры 8. Фильтры — это железные сосуды, наполненные коксом. В работе всегда два фильтра. Газы проходят эти фильтры один за другим (последовательно), осушаются и попадают снова в общий керамиковый коллектор для всех систем. Наконец нитрозные газы засасываются вакуум-насосом 9 и выкидываются в атмосферу. Вместо вакуум-насосов можно поставить вентилятор. Таким образом во всей системе создается разрежение. Разрежение в системе регулируется так, чтобы на контактном аппарате в отделении окисления разрежение было 2—3 мм водяного столба.

Разрежение в абсорбционной системе постепенно к хвосту становится все больше и больше.

Регулирование разрежения обыкновенно происходит в машинном отделении через специальный шибер, называемый «ложный воздух»; именно когда в вакуумнасос попадает часть воздуха из помещения и таким образом разрежение в системе понижается, то подается сигнал из отделения окислов «увеличить вакуум», и необходимо закрывать «ложный воздух» до тех пор, пока не будет дан второй сигнал: «нормально».

Нитрозные газы, выбрасываемые вакуумнасосом, имеют следующий состав: N_2 92—93%; O_2 — 5—6%, ($\text{NO} + \text{NO}_2$) 0,5—0,6%.

Режим, отклонения и управление процессом

Нормальный режим в абсорбции характеризуется следующими показателями:

1) концентрация азотной кислоты, получаемой из первой абсорбционной башни, 49—52% HNO_3 ;

2) разрежение на вторых башнях 50—80 мм водяного столба;

3) температура и крепость кислот после холодильников по башням должна быть:

Крепость (градусы Боме)		Температура
Башни первого ряда . . .	31 — 32	25 — 30°
Башни второго ряда . . .	23 — 30	25 — 29°
Башни третьего ряда . . .	21 — 22	25 — 30°
Башни четвертого ряда . . .	15 — 16	25 — 27°
Кислота после первого абсорбера	5 — 6	25 — 29°

В зимнее время крепость соответственно выше на 1—2°, температура 15—20°.

4) крепость нитрозы 55—56°, температура 29—30°; содержание HNO_3 в нитрозе 3—4%.

5) содержание O_2 в выхлопных газах 5—6%.

6) содержание окислов азота ($\text{NO} + \text{NO}_2$) в выхлопных газах около 0,5—0,6% при 5—6% O_2 .

1. Концентрация продукционной кислоты. Концентрация азотной кислоты (продукционной) зависит от температуры нитрозных газов, выходящих из холодильника-конденсатора (она не должна быть выше 40°) и от степени окисления NO в NO_2 . Как мы знаем из предыдущего, чтобы получить 50%-ную кислоту процент NO_2 в газе должен быть не ниже 5.

Кроме того на крепость кислоты будет влиять и охлаждение кислоты в кислотном холодильнике: этот холодильник должен непрерывно орошаться водой.

Зимой обыкновенно концентрация продукционной кислоты около 50—52%, летом снижается до 47—48%.

2. Разрежение в системе. Разрежение в системе измеряется обыкновенным вакуумметром U-образного типа. Точки для замера вакуума должны быть на первой и второй абсорбционных башнях, на первом абсорбере и на последних абсорберах.

Резкое падение разрежения по отдельным точкам может быть из-за закупорки кислоты в абсорбере или башне. Особенно частые закупорки бывают в двух последних абсорберах с серной кислотой; тогда вакуум резко поднимется после абсорбера и упадет перед абсорберами по всей системе. Обыкновенно это сразу же сказывается на разрежении в отделении окисления. В таких случаях там бывает давление 5—10 мм водяного столба. Иногда приходится прибегать к временному снижению нагрузки.

Понижение вакуума может быть из-за прососов в аппаратуре. Герметичность аппаратуры (заливка звеньев и т. д.) — первое условие правильного режима в системе. Особенно это важно к концу системы, так как разрежение постепенно повышается, а чем выше разрежение, тем больше засосы

в аппаратуру. Ежечасно должны сниматься показания вакуумметра со второго ряда башен и других точек.

3. Крепость и температура кислот по башням. При правильном ходе процесса крепость кислоты должна равномерно падать по мере приближения к хвосту системы. Температура и крепость должны укладываться в тех интервалах, которые указаны раньше. Нужно следить за равномерным и постоянным охлаждением кислотных холодильников и за регулярным перепуском кислоты из последующей башни в сосуд предыдущей башни.

Проба на температуру и крепость отбирается помощником аппаратчика регулярно через каждые 2 часа.

4. Нитроза. Для поглощения нужно пользоваться смесью обыкновенной башенной кислоты с купоросным маслом. Такая смесь должна содержать 78—79% H_2SO_4 , по градусам Боме 60—61°. При орошении такой смесью абсорберов в нитрозе получается 3—4% HNO_3 .

Если смесь слабее, чем 78—79%, то поглощение идет хуже; пользоваться более крепкой смесью (купоросным маслом) экономически невыгодно.

Анализ на крепость нитрозы по градусам Боме берется подручным аппаратчика; анализ на содержание азотной кислоты делается лаборанткой при помощи нитрометра (см. стр. 107).

5. Содержание O_2 и окислов азота в выхлопных газах. Содержание O_2 в выхлопных газах зависит от засосов воздуха в системе. Иногда бывают случаи такого сильного засоса, что процент O_2 доходит до 12—13.

Рапорт аппарат

Часы	Вакуум второй башни по системам			Крепость и температура кислоты по башням °Be/°C				
	I	II	III	I	II	III	IV	V абсорбер
1	50	45	80	31,6/33	29/29	22/31	15/27	8/27
3	50	50	60	31,9/30	29/28	21/31	15/27	8/27
5	60	50	70	31,3/35	28/28	20/30	16/26	6/23
7	60	60	60	31,5/31	28,5/27	21/31	15/25	5/28
9	65	65	60	31,6/30	29/27	21/29	16/27	6/23
11	65	60	70	32/30	29/26	22/28	16/27	6/25

Содержание окислов азота в конце системы зависит целиком от работы абсорбционной установки. Если поглощение хорошее и в части водной абсорбции и в части кислотной (в абсорбере с серной кислотой), то выхлоп нормален. Если же абсорбция работает ненормально (плохое охлаждение), то содержание ($\text{NO} + \text{NO}_2$) в выхлопе увеличивается. Особенно это заметно летом. Кроме того на процент окислов в выхлопе влияет и нагрузка на абсорбцию.

Пробы на анализ выхлопных газов берутся один раз в смену (через 6—8 час). Определение производится методом, описанным в главе «Контроль производства». Все результаты анализов, показания вакуумметров, термометров записываются аппаратчиком в специальный журнал. Приводим одну из форм такого рода записей (табл. 16).

Абсорбционная система Фришера имеет существеннейшие недостатки: 1) малую производительность, 2) большое сопротивление системы (абсорберов), 3) большой вакуум, снижающий эффект абсорбции. Поэтому эта система не получила большого распространения.

Абсорбционная установка Уде

Схема производства

Нитрозные газы из отделения окисления с температурой 140—160° поступают (рис. 49) в холодильники-конденсаторы 10 и 11. Холодильники-конденсаторы трубчатого типа: в трубки поступает газ, в междутрубное пространство —

Таблица 16

чка абсорбции

Крепость (°Be) HNO_3 в нитрозе		Температура (t°) и процентное содержание			
°Be/t°	процент HNO_3	°Be/t°	процент HNO_3	°Be/t°	процент HNO_3
54,7/33	2,26	54,5/38	1,9	53,8/40	1,68
55/35	2,30	55/33	1,85	54,9/38	1,95
53/30	2,2	55,3/30	2,1	54,8/35	1,8
55/32	1,9	55,4/30	2,2	54,5/40	1,98
53,2/42	2,59	54,9/40	2,0	54,5/38	2,1
54/40	2,2	55/35	3,1	53/35	1,96

вода. Поверхность одного холодильника около 150 см². Материал V2A. Устанавливается шесть или девять холодильников. В холодильниках происходит охлаждение газа до 40—50°. Сконденсировавшаяся вода в виде слабой (6—7%-ной) HNO₃ спускается в бак 5 или 6 для орошения башен. Охлажденные нитрозные газы поступают вниз первой абсорбционной башни, проходят через слой насадки; часть NO₂ поглощается поступающей сверху в башню кислотой, а не поглощенные газы выходят через верх башни и поступают вверх второй башни. Азотная кислота из первой башни стекает через трубчатый холодильник а (оросительного типа) в бак 1, откуда центробежным насосом подается наверх первой абсорбционной башни. Для подачи кислоты наверх башни установлены насосы типа Амаг или Зульцер. На первую башню работают одновременно два насоса мощностью 90 м³ кислоты в час каждый. Таким образом общая масса кислоты, прогоняемая через башню, около 200 м³/час.

Крепость кислоты, выходящей из первой башни, 42—43%, температура 30—32°.

Нитрозные газы проходят сверху вниз вторую башню; здесь происходит окисление окиси азота в двуокись и абсорбция окислов азота кислотой, поступающей сверху башни через распылитель. Кислота течет из башни в холодильник а, а затем в бак 2. Из бака 2 кислота насосом снова подается наверх второй башни. Во второй башне получается продукционная кислота крепостью в 45—48%. Излишек кислоты из бака 2 непрерывно стекает в бак 1 и в бак 14 с продукционной кислотой. Для освобождения от растворившихся окислов азота кислота проходит через подогреватель 12, через продуватель 13 (продувка кислоты воздухом) и затем в бак 14. Из бака кислота подается насосами в хранилище кислот.

Непоглотившиеся нитрозные газы из второй башни поступают в третью башню, из третьей башни в четвертую башню и т. д. В бак 7 добавляется вода. Учет воды, поступающей в абсорбцию, производится ротаметром, установленным на питающем водопроводе.

Кислота (по мере поступления воды в бак 7) перетекает по трубам 15 из бака в бак в последовательности из 7 в баки 6, 5, 4, 3, 2, 1. Непоглощенные нитрозные газы из седьмой башни, имеющие в своем составе 0,7—1,5% (NO + NO₂) и 2,5—4% O₂, а остальное азот, поступают на щелочную абсорбцию. Башни для щелочного поглощения изготовлены из железа; внутри их находится насадка из керамических

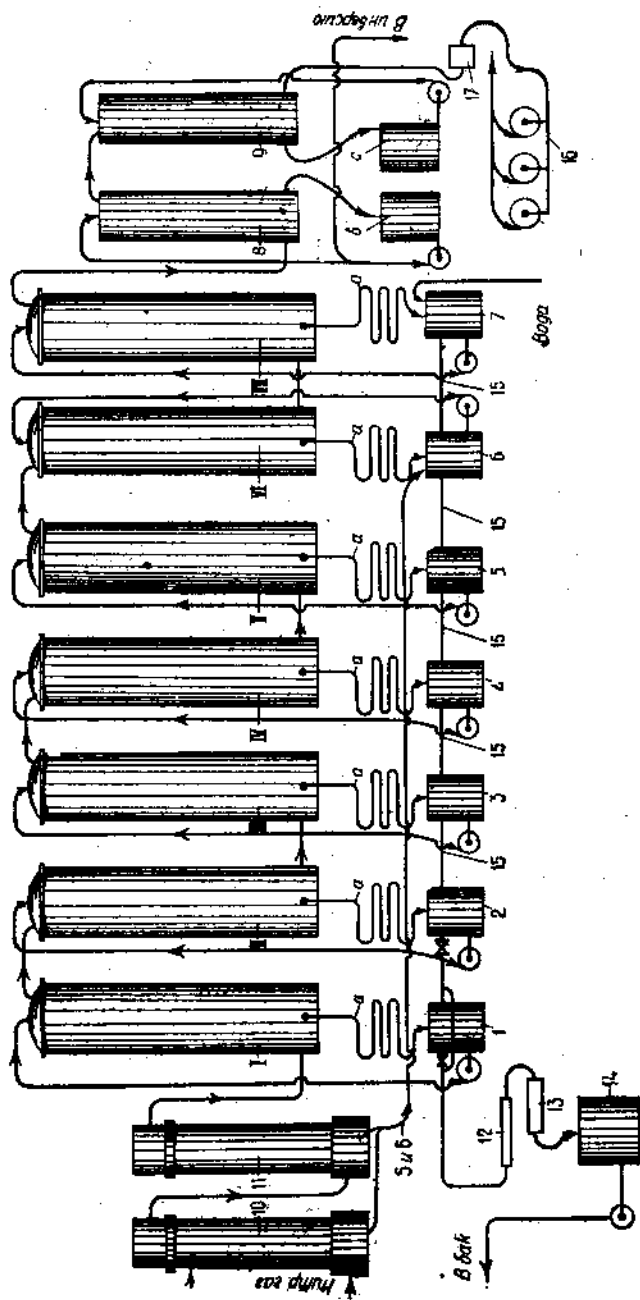


Рис. 49. Абсорбционная установка Удс.

1, II, III, IV, V, VI, VII — абсорбционные башни, 8 — соответствующие башням сборки для кислот, 9 — кислотные холодильники, 10-11 — газовые холодильники (холодильники), 12 — башня с шестами, 13 — железная башня (спиробашня) для целочного поглощения, 14-15 — соединительные трубы, 16 — производные вентильеры, 17 — подогреватель, 18 — конденсатор, 19 — насос, 20 — вентилятор.

колец Рашига. Башни орошаются 20%-ным раствором соды (220—250 г соды на 1 л). Добавка солевого раствора (по мере вывода раствора нитрит-нитрата) из бака в производится в бак с. Нитритные щелока, имеющие в своем составе на 1 л 8—9 г Na_2CO_3 , 50—60 г NaNO_3 , 200—230 г NaNO_2 и 14—20 г NaHCO_3 , передаются на инверсию, т. е. на перевод нитрита NaNO_2 в нитрат NaNO_3 .

Оставшиеся непоглощенными в щелочной абсорбции газы выбрасываются специальными вентиляторами 16 в атмосферу. Для улавливания брызг щелочи и кислоты на пути от

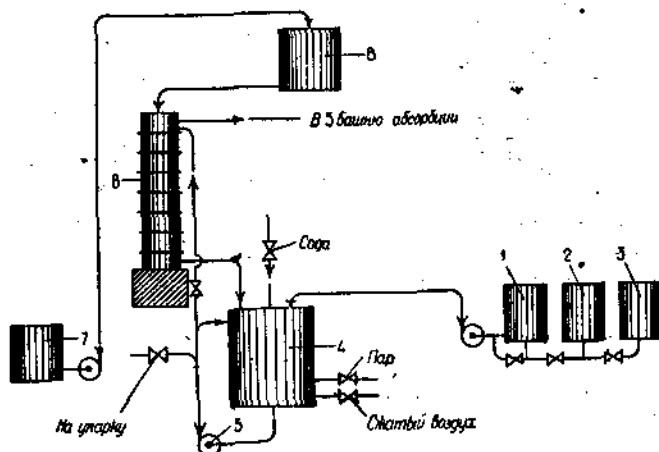


Рис. 50. Схема инверсии.

1—2—3 — сборники для щелоков, 4 — инвертор, 5 — насос, 6 — башня, 7—8 — сборники для азотной кислоты.

щелочных башен к вентиляторам устанавливается ловушка 17, представляющая собой круглый резервуар с перегородкой внутри. Вследствие изменения скорости нитрозного газа все крупные частички (капли и т. д.) отделяются в этой ловушке. Вентиляторы представляют собой обыкновенные закрытые воздуходувки. Мощность каждого вентилятора 10 000 м³ в час; число оборотов около 2 950 в минуту; разрежение перед вентиляторами, т. е. в конце системы, около 540—550 мм водяного столба.

Состав выхлопных газов приблизительно следующий:

$\text{NO} + \text{NO}_2$ 0,3 — 0,4%

N_2 95 — 96 %

O_2 2,5 — 4 %

Инверсия заключается в следующем (рис. 50). Нитритные щелока указанного выше состава из сборников 1, 2, 3 накачиваются в инвертор 4. Инвертор представляет собой бак, сделанный из V2A. Емкость бака 10—12 м³. В инвертор загружается щелоков 4—5 м³.

Слабая азотная кислота из резервуара 8 (после загрузки щелока) начинает подаваться через башню 6 в инвертор. Пускается насос 5, и нитритные щелока для лучшего перемешивания перекачиваются из низа инвертора через трубу в башню 6 или же прямо снова в инвертор. Азотная кислота

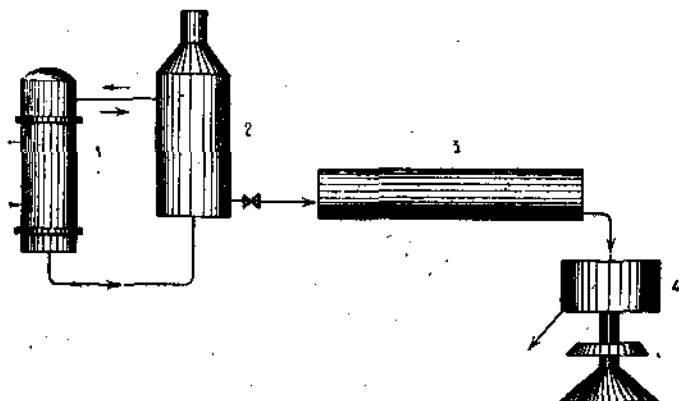


Рис. 51. Схема упарки нитратных щелоков.
1—2 — выпарной аппарат, 3 — кристаллизатор, 4 — центрифуга.

спускается в башню постепенно. Процесс инверсии протекает по следующей реакции:



↓
нитрит

↓
нитрат

получающиеся окислы направляются в пятую или шестую башню абсорбции.

К концу процесса в инвертор пускается сжатый воздух или пар для большей интенсивности процесса. Весь процесс длится около 3—4 час. Азотной кислоты затрачивается приблизительно на 1 м³ щелоков 0,3—0,4 м³.

Готовый щелок состава: 250—280 г NaNO₂, 0,2—0,6 г NaNO₃ в 1 л откачивается на упарку (рис. 51). Упарка щелоков производится в обыкновенных выпарных аппаратах 1—2. Затем происходит охлаждение и кристаллизация упаренного щелока в длинном корыте 3 с шнеком внутри, служащим

для передвижения чистого раствора. Кристаллы полученного NaNO_3 отжимаются в центрифуге 4. Готовый нитрат натрия (натриевая селитра) имеет приблизительно следующий состав:

NaNO_3 98—99%, NaNO_2 0,07—0,13%;

NaHCO_3 0,03—0,06%.

На рис. 52 показаны сборники и насосы абсорбционного отделения.

Абсорбционная башня

Абсорбционная башня представляет собой (рис. 53) 16-угольную сложенную из отдельных кусков гранита башню. Отдельные камни имеют следующую форму (деталь 1). Гра-



Рис. 52. Вид сборников для азотной кислоты после башни.

ни камней *a* и *b* гладко обтесаны. Между отдельными плитами вкладывается асбестовая прокладка, промазанная жидким стеклом. Все плиты стянуты по диаметру башни железными стяжками. Наружные и внутренние швы промазаны кислотоупорной замазкой, составленной из жидкого стекла и андезитовой муки. Таким образом создается герметичность отдельных соединений башни. Башня имеет высоту около 23 м; диаметр 6 240 мм, объем башни 562 м³. Толщина стенки разная, в зависимости от высоты башни, как это показано на рисунке. Так, нижний ряд камней имеет толщину 400 мм, верхний ряд 250 мм.

Башня установлена на прочном бетонном основании и фундаменте 3. Внутренняя часть башни имеет насадку из колец Рашига разных размеров. Вся насадка расположена на гранитной решетке 2. Участок 4 (объем 200 м³) насажен коль-

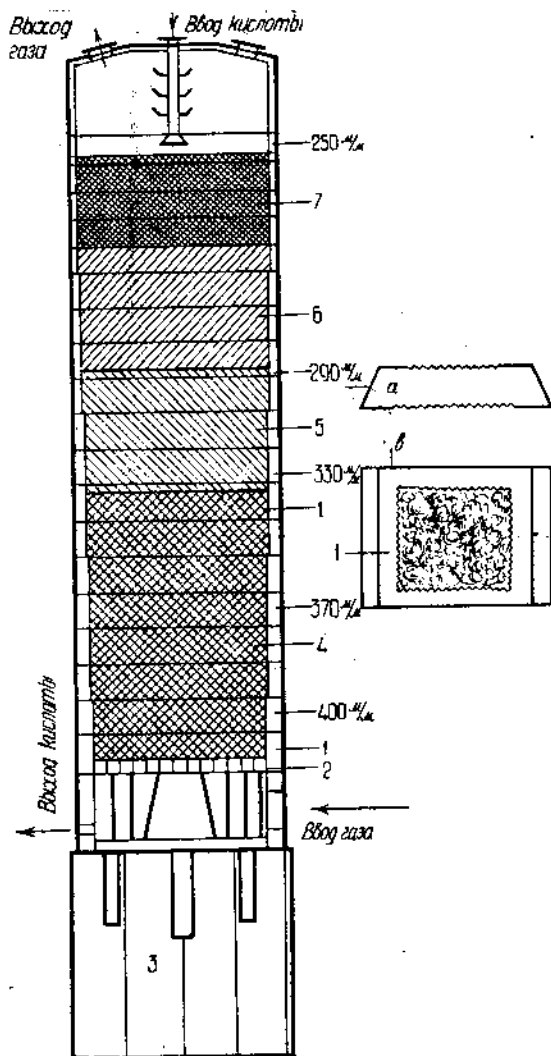


Рис. 53. Абсорбионная башня.

1 — камни башни, 2 — гранитная решетка. 3 — фундамент башни, 4—5—6—7 — насадка.

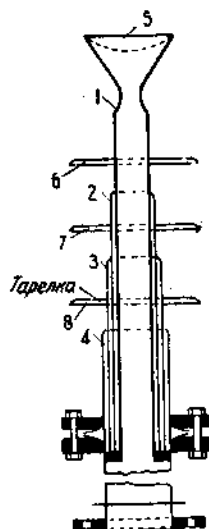


Рис. 54. Распылитель для кислоты.

1, 2, 3, 4 — концентрические трубы, 5 — распылительная воронка, 6, 7, 8 — распылительные тарелки.

цами Рашига, размером $120 \times 120 \times 15$ мм. Нижние слои уложены в порядке, верхние слои врассыпную. Участок 5—6—7 насажен кольцами Рашига размером $120 \times 120 \times 10$ мм и частично кольцами $80 \times 80 \times 8$ мм.

В нижней части башни имеется отверстие для ввода или вывода газа (башня II), в которое вделывается трубопровод. Вверху башни имеется четыре отверстия для ввода или вывода газа. Для спуска кислоты имеется отверстие внизу башни, откуда кислота течет в холодильник.

В крышку башни вделывается распылитель (рис. 54), имеющий следующее устройство. Труба 1 диаметром 51,5 мм вставлена в трубу 2. К трубе 1 приварена тарелка 6. Труба 2 вставлена в трубу 3 и снабжена тарелкой 7. Труба 3 вставлена в трубку 4. На трубе 3 приварена тарелка 8. Кислота, попадая в пространство между труб, бьет с силой на тарелки и разлетается мелкими брызгами по сторонам.

Распылитель сплошь сделан из хромоникелевой стали.

Режим кислой абсорбции

Нормальный режим кислой абсорбции определяется глазным образом крепостью и температурой кислот в башнях и содержанием окислов азота в выхлопных газах. Нормальная крепость для летних условий должна быть следующей:

$\text{NO} + \text{NO}_2$	0,3 — 0,4%
N_2	95 — 96%
O_2	2,5 — 1%

Первая башня процент HNO_3	40 — 41
температура	25 — 27°
Вторая башня процент HNO_3	45 — 47
температура	27 — 29°
Третья башня процент HNO_3	42 — 43
температура	25 — 27°
Четвертая башня процент HNO_3	31 — 34%
температура	25 — 26
Пятая башня процент HNO_3	25 — 27%
температура	26 — 28°
Шестая башня процент HNO_3	15 — 16%
температура	25 — 26°
Седьмая башня процент HNO_3	10 — 12
температура	25 — 26°

Крепость кислоты из газовых холодильников должна быть 6—8% HNO_3 .

В зимних условиях режим несколько изменяется в сторону увеличения крепости кислоты и понижения темпера-

туры кислоты. Крепость кислоты увеличивается на 2—3%, а температура понижается на 5—10°. Нормально процент кислой абсорбции, т. е. процент поглощения окислов азота в гранитных башнях, должен быть 75—80. Остальное падает на щелочную абсорбцию. Вся работа абсорбции целиком зависит от интенсивности орошения башен кислотой, т. е., иными словами, от работы насосов. Насосы всегда должны работать с полной нагрузкой и должны тщательно обслуживаться (смазка, регулирование, своевременный ремонт и т. д.).

Отклонения от нормального режима могут быть по следующим причинам:

1) Плохое охлаждение кислоты в кислотных холодильниках. Это вызывает пониженную абсорбцию в башнях, перегрузку щелочной абсорбции и увеличение потерь окислов азота в атмосферу.

2. Плохое охлаждение нитрозных газов в газовых холодильниках. Это понижает, с одной стороны, производительность абсорбции, так как первая башня начинает работать как холодильная башня, а с другой, — сильно понижает крепость кислоты в первой и второй абсорбционных башнях.

3. Недостаточная подача воды в конце системы в бак 7. В этом случае увеличивается крепость кислоты в башнях, и в связи с этим ухудшается абсорбция окислов азота, что снова приводит к уменьшению процента кислой абсорбции и к увеличению потерь окислов азота. Иногда неподача воды вызывается необходимостью (например в случае отсутствия места под продукцию), тогда приходится прикрывать подачу воды на абсорбцию. Продукционная кислота, полученная во второй башне, имеет значительный процент растворенной двуокиси азота (0,1—0,2%). Для удаления этих растворенных окислов, как мы видели на схеме рис. 49, установлен подогреватель кислоты и продуватель. Кислота после продувки содержит растворенных окислов азота до 0,05%.

Кислая абсорбция обслуживается двумя рабочими. Один из них старший аппаратчик, другой — аппаратчик.

Пробы на крепость и температуру кислот по башням отбирает аппаратчик. На его же обязанности лежит замер температуры газа после холодильников-конденсаторов, замер крепости конденсата из холодильников.

Все результаты замеров вносятся в специальный журнал, имеющий следующий вид (табл. 17).

Смена	Часы	Кол. башен	Крепость и температура кислоты по башням				
			I	II	III	IV	V
1	8	7	39,8/31	46/29	43,6/29	34/30	25/30
—	9	—	—	—	—	—	—
—	10	—	—	—	—	—	—
—	11	—	44/30	47/29	42,8/28	33/30	32/30
—	12	—	—	—	—	—	—
—	13	—	—	—	—	—	—
—	14	—	—	—	—	—	—

Щелочная абсорбция

Щелочную абсорбцию обслуживает аппаратчик. Он производит отборку пробы на крепость щелоков, получающихся в восьмой и девятой башнях и определяет концентрацию соды в нитритных щелоках, для чего он отобранную пробу титрует соляной или серной кислотой.

Запись производится по форме, указанной в табл. 18.

Таблица 18

Смена	Часы	Учет сухой соды		Остаток соды	Заготовлено раствора соды		Выдано раствора соды на башню в л ³	Выдано щелоков из башен	
		Получено	Израсходовано		л ³	°Be/t°		NaNO ₃ в л	Na ₂ CO ₃ в л
1	1	—	—	—	—	—	—	—	7,1
—	2	—	—	—	—	—	5,3	—	7,5
—	3	—	—	—	—	—	4,375	—	7,8

Как видно из формы, здесь производится учет израсходованной сухой соды на орошение башен.

Анализ получающихся щелоков приведен раньше при описании схемы производства.

В щелочной абсорбции поглощается приблизительно 8—10% всех окислов азота.

°Be/°		Показа- ния рота- метра воды	Темпера- тура ки- слоты на продувку в °	Температура газа после газового холодиль- ника			Кислота после продувки	Конден- сат
VI	VII							
15/29	10/29	3,3 м³/час	43	53	47	54	46/40°	4,8/37°
—	—	4	45	—	—	—	45,6/40°	—
—	—	3	43	—	—	—	—	—
26/30	13,9/29	3,4	43	—	—	—	—	—
—	—	3	44	—	—	—	—	—
—	—	3	45	—	—	—	—	—
—	—	3,5	46	—	—	—	—	—

Пуск и остановка абсорбционного отделения

Пуск. Нужно различать при пуске два случая:

1) пуск установки после монтажа или капитального ремонта;

2) пуск установки после непродолжительного простоя.

При пуске установки в первом случае сперва производится проверка правильности работы вентиляторов или вакуумнасосов в конце системы, проверяются насосы, моторы, орошение холодильников и т. д.

После этого баки для кислоты после башен заполняются водой и начинается пуск насосов для орошения башен, причем производится окончательное опробование насосов; тщательно проверяется смазка подшипников насосов и моторов, нагрузка на мотор насоса и т. д. После пуска насосов пускаются вентиляторы в конце системы. Затем дается орошение на все кислотные и газовые холодильники. Пускается окислительное отделение.

При пуске установки во втором случае в первую очередь пускают насосы на орошение, а затем вентиляторы в конце системы. После пуска окислительного отделения начинают давать воду в последнюю башню.

Остановка. Здесь различаются два случая:

1) остановка плановая;

2) остановка вынужденная.

При плановой остановке в первую очередь останавливаются насосы на орошение башен, причем окислительное отделение останавливают на 10—15 мин. раньше. Затем останавливаются вентиляторы. Закрывается через $\frac{1}{2}$ —1 час по-

сле остановки окислительного отделения подача на орошение всех холодильников.

В случае, если остановка длительная (капитальный ремонт), то производится продувка системы, т. е. отделение окисления работает на одном воздухе приблизительно 2—3 часа для выдувки всех окислов из абсорбционной системы.

При вынужденной остановке, которая может быть из-за выключения электроэнергии, выключения воды и т. д., в первую очередь конечно останавливают окислительное отделение.

Если газовые холодильники сделаны из ферросилиция (установка Фришера), то закрывают вентиль для подачи воды на орошение, так как при внезапной подаче воды в линию могут лопнуть ферросилициевые трубы холодильника. В случае выключения электроэнергии особое внимание должно быть обращено на насосы. При внезапной остановке мотора в первую очередь закрывают кран на выкидной трубе, затем на подающей трубе и выключают рубильник мотора. Если это во-время не сделать, то сильный напор кислоты может пробить сальники крана, насоса и облить кислотой мотор, т. е. привести к аварии.

Расходные коэффициенты

Расход сырья в основном определяет качество работы установок. Приводим эти расходные коэффициенты.

Расход аммиака. Расход аммиака зависит от процента контактирования при окислении NH_3 в NO и от содержания окислов в выхлопном газе. От чего зависит процент контактирования, мы уже знаем. Содержание окислов азота в выхлопных газах зависит от объема абсорбционной установки, от интенсивности распыления и охлаждения кислоты, от работы отделения для щелочного поглощения окислов азота.

Объем абсорбционной установки — это сумма внутренних объемов всех башен. Обыкновенно подсчитывается объем, приходящийся на 1 т аммиака, сжигаемого в сутки.

Пример. Объем абсорбционных башен составляет 3 500 м³. Сжигается в сутки 35 т аммиака. Объем, приходящийся на 1 т NH_3 , в сутки, будет $\frac{3500}{35} = 100 \text{ м}^3$.

В установках Уде (гранитные башни) объем, приходящийся на 1 т NH_3 , равен 120—130 м³, в установке Фришера — 40—50 м³.

Теоретически на 1 т азотной кислоты требуется 0,270 т аммиака, но так как окисление NH_3 идет только на 90—92%, кроме того абсорбция составляет 95—96% (4—5% окислов уходит в воздух), расход увеличивается до 0,310—0,320 т.

В установке Уде расход NH_3 составляет 0,320—0,330 т на 1 т HNO_3 . Лишний расход идет не за счет потерь окислов в выхлопе, а главным образом за счет низкого процента контактирования.

В установке Фришера расход NH_3 0,340—0,350 т. Перерасход аммиака идет и за счет низкого процента контактирования, а также и за счет увеличения потерь окислов на выхлопе.

Расход платины. Потери платины в основном определяют расход ее на производство.

На 1 т азотной кислоты (в установках без давления) расход платины составляет 0,06—0,07 г.

Расход электроэнергии. Электроэнергия потребляется на моторы для вентиляторов и эксгаустеров, на моторы для центробежных насосов.

В установке Уде расход электроэнергии 180—190 кВт·ч на 1 т HNO_3 .

В установке Фришера расход электроэнергии 115—120 кВт·ч.

Расход воды. Вода потребляется главным образом для орошения газовых и кислотных холодильников.

Расход составляет в среднем 140—150 м³ на 1 т HNO_3 .

Расходные коэффициенты в производстве натриевой селитры:

Сода для орошения железных башен	0,8 — 0,9 т на 1 т NaNO_3		
Электроэнергия	100 кВт·ч	;	;
Пар	3 — 4 т	;	;
Вода	2 — 3 м ³	;	;

Транспорт слабой азотной кислоты

Как мы увидим дальше, крепкая азотная кислота перевозится в алюминиевых цистернах или в виде смеси с серной кислотой в железных цистернах. Слабую азотную кислоту в алюминиевых цистернах перевозить нельзя, так как нам известно, что алюминий разъедается слабой HNO_3 . Вообще говоря, слабая HNO_3 в основном перерабатывается прямо на заводе в крепкую HNO_3 или в другие продукты, как аммиачная селитра и другие. Транспортировать же слабую HNO_3 , где 50% воды, экономически малоцелесообразно. Но все же часть слабой кислоты транспортируется к потребителям (главным образом мелким) в стеклянных бутылках.

Разлив слабой азотной кислоты в бутылки

Разлив слабой HNO_3 производится в особом помещении—разливочной. В этом же помещении оборудованы хранилища для слабой HNO_3 , краны и шланги для слива. Стеклянная бутылка емкостью в 30—40 л укупоривается в корзину или деревянную обрешетку, и промежутки между корзиной и бутылкой заполняются соломой, стружкой и т. д. Бутылки перед заливкой тщательно промываются, проверяются, нет ли трещин, больших пузырей. Бутылка наполняется HNO_3 до плечиков (свободное пространство 2—3 л), тщательно укупоривается глиняной пробкой и завязывается тряпкой с алебастром. До залива кислотой и после залива бутылка взвешивается, и укупорочный материал (солома, стружка) пропитывается во избежание пожара хлористым кальцием, сернокислым натрием и другими огнестойкими материалами.

Бутылки обязательно хранятся под навесом: рядами по 4 штуки в ряд и группами не более 100 бутылей. Между группами бутылей должен быть широкий проход (1—1,5 м). Бутылки перевозятся в обыкновенном вагоне по 200—220 шт. в каждом.

При перевозке и хранении азотной кислоты бывают случаи пожара (загорание корзин) из-за разлива кислоты. Поэтому нагрузка, перевозка и хранение азотной кислоты должны производиться под особым вниманием и контролем.

Во всех таких случаях заливают корзины водой из шланга. Струя воды не должна быть сильной, так как могут лопнуть другие бутылки в партии.

Перекачка кислот

Прежде чем говорить о перекачке кислот, мы должны ознакомить с основными принципами передвижения жидкостей вообще.

Передвижение жидкостей.

Для передвижения жидкостей в химической промышленности обыкновенно пользуются всякого рода лотками и трубами. В основном передача кислот (H_2SO_4 , HNO_3 , HCl и т. д.) производится по трубам. Трубопроводы строятся самой различной длины от части метра до 400—500 м.

Для того чтобы жидкость могла двигаться по трубе, нужна затрата определенного количества энергии. Представим себе два сосуда 1 и 2 (рис. 55), соединенных между собой

трубой. Жидкость по трубе из сосуда 1 в сосуд 2 будет перетекать с тем большей скоростью, чем выше уровень жидкости в сосуде 1. Расстояние H по вертикали от уровня жидкости в сосуде 1 до конца трубы в сосуде 2 называется гидравлическим напором. Таким образом чем больше гидравлический напор, тем больше жидкости перейдет в единицу времени из первого сосуда во второй. Скорость движения жидкости в трубе можно легко подсчитать, зная расход жидкости и диаметр трубы.

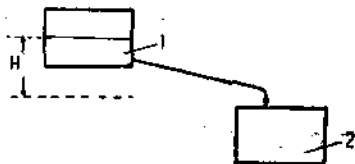


Рис 55. Гидравлический напор.

Пример. Из сосуда 1 в сосуд 2 перетекло в течение часа 36 м^3 жидкости. Диаметр трубы 50 мм , или $0,05 \text{ м}$. Какова была средняя скорость перетекания?

Воспользуемся формулой:

$$Q = A \cdot v,$$

где Q — расход жидкости в секунду,

A — сечение трубы в квадратных метрах,

v — средняя скорость в метрах в секунду.

В нашем случае:

$$Q = \frac{36}{3600} = 0,01 \text{ м}^3/\text{сек},$$

$$A = \frac{\pi d^2}{4} = \frac{3,14 \cdot 0,05^2}{4} = 0,00196 \text{ м}^2.$$

Подставляя в формулу вместо Q $0,01$, вместо A $0,00196$, получим:

$$0,01 = 0,00196v; v = \frac{0,01}{0,00196} = 5,1 \text{ м/сек}.$$

Таким образом для движения жидкости в трубках нужен гидравлический напор. Если взять различные жидкости, например воду и купоросное масло, то мы увидим, что для того чтобы купоросное масло передвигать по трубопроводам, нужно затратить гораздо больше энергии, чем передвигая воду. Причиной является различная вязкость жидкостей. Чем больше вязкость жидкости, тем больше нужен гидравлический напор для передвигания жидкости по трубопроводу, так как такая жидкость имеет большее сопротивление трения.

Если мы захотим переместить жидкость обратно из сосуда 2 в сосуд 1 (рис. 55), то нам нужно будет поднять жидкость на высоту H и преодолеть сопротивление трубы. Такое передвижение жидкости можно совершить при помощи какого-либо насоса, сжатого воздуха и т. д. Сопротивление трубы будет тем больше, чем больше идет жидкости (больше скорость), чем больше имеется на пути движения ее колен, вентилей, загибов и т. д., чем меньше диаметр трубы и чем больше вязкость жидкости.

Мы различаем в движении жидкости два рода движения:

1) движение спокойное (струйное — ламинарное), 2) движение вихревое (турбулентное).

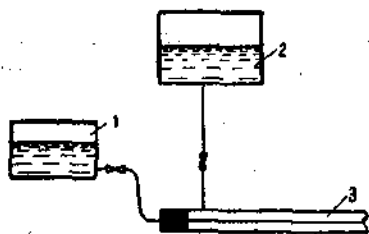


Рис. 56. Определение типа движения жидкости в трубе.

Из сосуда 2 (рис. 56) при помощи крана можно давать в стеклянную трубу 3 то больше, то меньше жидкости. Из сосуда 1 можно давать в эту же трубу струю окрашенной жидкости.

Пустим воду из сосуда 2 в трубу 3, сначала очень немного. Когда течение будет равномерно, пустим струю окрашенной жидкости из сосуда 1; мы будем наблюдать

тощую струйку окрашенной воды, идущей параллельно стенкам трубы. При увеличении потока воды наступает такое положение, когда тонкая струйка окрашенной жидкости исчезает и вся вода в трубе окрашивается равномерно. Это значит, что наступило вихревое движение. Ламинарный поток перешел в поток вихревой — турбулентный. Этот переход совершается при определенной скорости движения, различной для разных жидкостей. Нужно сказать, что практически движение жидкости в трубах в большинстве случаев вихревое; его создают различного рода задвижки, шероховатости, колена и т. д., нарушающие спокойное движение жидкости по трубе. При вихревом движении сопротивление в трубопроводе для жидкости всегда больше, чем при спокойном движении.

Когда скорость потока в данном месте трубы не меняется по величине, то движение можно назвать установившимся. Жидкость течет с равномерной скоростью по трубопроводу. Установив эти основные условия передвижения жидкостей, перейдем к описанию насосов.

Центробежные насосы

Наибольшее распространение для перекачки кислот приобрели центробежные насосы.

Центробежные насосы могут быть самых разнообразных конструкций и типов. Мы здесь разберем принцип действия простейшего центробежного насоса.

Центробежный насос (рис. 57) состоит из корпуса 3, крышки корпуса 4, подвижного диска — рабочего колеса 1. В рабочем колесе (показано наверху рисунка) лопатки (изогнутые особым образом) заключены между двумя стенками. Эти стенки насколько можно плотно прижимаются к корпусу и крышке насоса во избежание обратного тока жидкости. Жидкость, поступающая в трубу 8, захватывается в центре лопатками рабочего диска и благодаря его вращению (центробежная сила) выбрасывается из корпуса насоса через выкидную трубу 7.

Насос приводится во вращение мотором, установленным с ним на одной плите (рис. 58) и присоединенным при помощи муфты а. Кроме того в практике встречается ременный провод от мотора к насосу.

Наибольшим распространением пользуется в химической промышленности установка насоса без ременного привода.

Установка насоса. Обыкновенный насос и мотор устанавливаются на одной общей плите (рис. 58—59). Плита в свою очередь укрепляется в бетонный фундамент болтами. В целях предохранения фундамента от разъедания кислотой он должен обкладываться свинцом (для серной кислоты) и кислотоупорной сталью или алюминием в случае азотной кислоты.

Плите следует придать строго горизонтальное положение, которое выверяется уровнем или ватерпасом, и в случае,

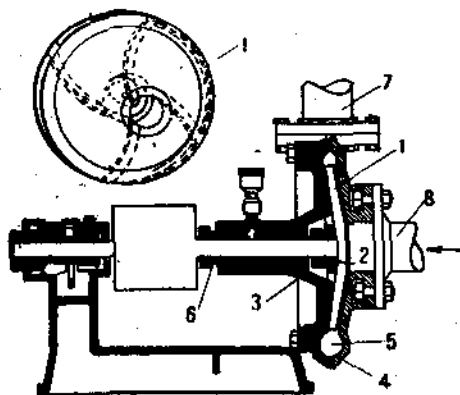


Рис. 57. Центробежный насос.

1 — рабочее колесо — диск, 2 — втулка колеса, 3 — корпус, 4 — крышка, 5 — магнитная камера, 6 — сальник, 7 — выкидная труба, 8 — всасывающая труба.

если окажется какой-либо уклон, то последний должен быть устранен путем применения подкладочных пластинок, после чего производится подливка плиты и заливка болтов бетоном.

Неправильное положение насоса или фундамента плиты неминуемо влечет за собой ненормальную работу насоса, в

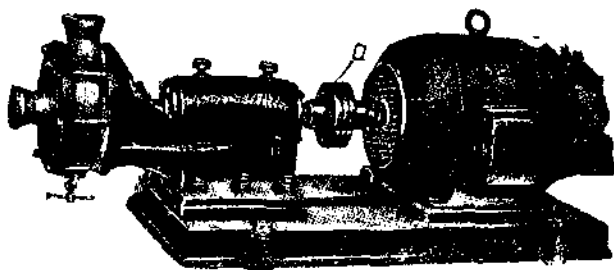


Рис. 58. Общий вид насоса.
а—соединительная муфта.

связи с чем происходит чрезмерное нагревание подшипников и быстрое изнашивание болтов соединительных муфт.

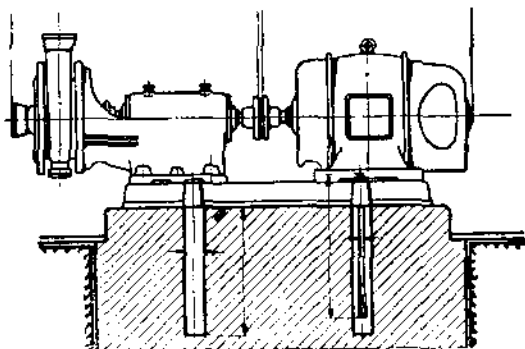


Рис. 59. Насос с мотором.

Как сказано, мотор с насосом соединяется при помощи муфт. Нужно особое внимание обращать при установке насоса на то, чтобы оси валов мотора и насоса находились строго на одной линии.

Соединение муфт между собой производится или ремнем, — так называемое гибкое соединение, — или болтами, обтяну-

тыми резиной и называемыми пальцами. Между муфтами должен быть оставлен небольшой зазор 2—3 мм. Назначение гибкой муфты и зазора — смятение толчков и ударов на насос при его работе.

При правильной установке мотора и насоса на плите вал насоса должен свободно вращаться. Всасывающий трубопровод должен быть достаточного диаметра, без крутых поворотов и не помят. Краны на всасывающей трубе должны ставиться наиболее надежные и герметичные. На выкидной трубе после насоса ставится или кран (ферросилициевый) или же вентиль.

Пуск насоса. Прежде чем пустить насос, нужно проверить его несколько раз рукой за соединительную муфту; в том случае, когда насос не повертывается, механик или мастер или дежурный слесарь должны это сделать при помощи ключа.

Приемный кран (вентиль) и нагнетательный кран должны быть закрыты.

Проверяется смазка подшипников насоса и мотора и, если ее нет или она недостаточна, принимают соответствующие меры.

Пуск насоса производится в следующем порядке:

1. Выключается рубильник мотора и постепенно выводится реостат. При достижении полного числа оборотов реостат снова вводится.

Примечание. При пуске мотора нужно одновременно наблюдать, как работает насос (нет ли стука и т. д.).

2. Открывается кран на нагнетательной линии после насоса.

3. Открывается кран от хранилища кислоты.

4. Открывается кран (вентиль) на всасывающей трубе. Открывание крана должно производиться медленно во избежание разрыва нагнетательного трубопровода.

5. Проверяется, подает ли насос кислоту.

Остановка насоса. Остановка насоса производится следующим образом.

Медленно закрывается кран (вентиль) на всасывающей линии. Затем закрывается кран или вентиль на нагнетательной линии и у хранилища. Выключается рубильник мотора.

Открывание и закрывание кранов должно производиться постепенно и очень осторожно при помощи специального ключа.

Бывают случаи, когда кран не открывается или не закрывается (застывание кислоты в пробке крана), сильно зажат сальник в нем; при этом ни в коем случае нельзя пользоваться каким-либо рычагом, так как это может привести к поломке кранов и кислотопроводов.

В таких случаях необходимо обернуть кран тряпкой и облить его горячей водой или же несколько ослабить сальник.

Аварии и неполадки с насосами. Уход за насосами. Таким образом правильная работа насоса обеспечивается только тогда, когда будут выполняться все правила ухода за насосами (смазка, правильный пуск и остановка).

В случае несоблюдения этих правил возможны различного рода аварии с насосами и моторами.

Масло в подшипниках необходимо каждый раз возобновлять, как только будет замечено, что его нехватает или что оно загрязнено.

Подшипники смазываются (кольцевая смазка) лучшим машинным маслом. Шариковые подшипники смазываются хорошего качества мазью — мадией.

При работе с загрязненным маслом (песком, грязью) подшипник начинает разогреваться и наконец выходит из строя. Таким образом несвоевременная смазка или смазка недоброкачественным маслом приводит к аварии подшипников насоса и мотора.

Смазка производится не реже одного раза в смену.

Возможно попадание кислоты в подшипники (шариковые) насоса и на валик. Это случается при остановке насоса, когда не своевременно закрывается вкидной кран и кислота обратным ходом может попасть в подшипники, попасть на валик и потравить их. Эти случаи часто бывают у бессальниковых насосов (Весселинг).

Часты механические поломки насосов (трещина корпуса, трещина или разрыв диска, разлом шарикового подшипника и т. д.). Это может произойти при резкой перемене температуры (в ферросилициевых насосах), при длительной работе насоса вхолостую, при недосмотре обслуживающего персонала. При возникновении ненормального шума, стука насос немедленно останавливается и просматривается, иначе возможна поломка насоса.

Нередки случаи, когда насос не забирает кислоту из хранилища или плохо качает; причины этого — просос в всасывающей линии, в кране на этой линии, трещина в корпусе насоса и т. д. Насосы должны содержаться в полной чистоте.

те, — на них не должно быть наростов грязи. Кислота и грязь на насосах и моторах могут приводить к серьезным авариям.

Планный ремонт насосов. Для осмотра и ремонта насосов в цехе составляется график. Для каждого вида продукции обыкновенно устанавливается по два насоса (один из них резервный); поэтому остановка насоса на производительность цеха не влияет.

При непрерывной работе насоса (орошение абсорбционной башни) остановка насоса на ремонт частично влияет на производительность установки.

Останавливается и просматривается насос не реже 1—2 раз в месяц; вскрывается крышка, осматривается и чистится крылатка, меняются подшипники и т. д.

Типы насосов. Для перекачки азотной кислоты пользуются следующими типами насосов.

1. Насос Весселинга. Производительность 20 м³ и 30 м³ в час. Материал — ферросилиций. Мощность мотора 7—11 квт. Высота подъема в пересчете на водяной столб 12—20 м. Число оборотов насосов этого типа 1430 и 2900 в минуту.

Насос Весселинга — самый усовершенствованный тип насоса. Подшипники у насоса шариковые и роликовые.

2. Насос типа Зульцер. Производительность 10 м³/час, 20 м³/час, 30 м³/час, 40 м³/час и 90 м³/час.

Материал — хромоникелевая сталь V2A. Число оборотов — 2900 в минуту.

Мотор в зависимости от производительности насоса имеет мощность от 3 до 12 квт.

Высота подъема 15—40 м водяного столба.

Этот тип насосов тоже один из самых распространенных и усовершенствованных в мире. У нас в СССР они широко применяются для азотной кислоты.

3. Насос типа Амаг. Насосы типа Амаг изготавливаются для перекачки различных кислот. Они имеют производительность от 10 м³/час до 90 м³/час. На абсорбционной установке Уде применяются насосы с производительностью 1500 л/мин; число оборотов 2940 в минуту. Высота подъема до 40 м. Мощность мотора 25—27 квт. Материал — хромоникелевая сталь.

Необходимо отметить, что насосы, изготовленные из хромоникелевой стали, имеют преимущество перед ферросилициевыми насосами, главным образом в смысле механической прочности, удобства при ремонте и т. д.

Монтежю

Самым простейшим способом подачи жидкости (кислоты, щелочи и т. д.) является вытеснение жидкости из сосуда сжатым воздухом. Такой аппарат носит название монтежю, называют его у нас также «монжу».

Принцип его работы заключается в следующем. Резервуар (рис. 60), выдерживающий давление до 7 ат, имеет штуцер 1 для входа кислоты, трубу 2 для вывода кислоты, доходящую до дна сосуда, и штуцер 3 для воздуха. Для серной кислоты употребляют чугунные резервуары с футеровкой внутри из свинца; для азотной кислоты резервуары обкладывают кислотоупорной плиткой.

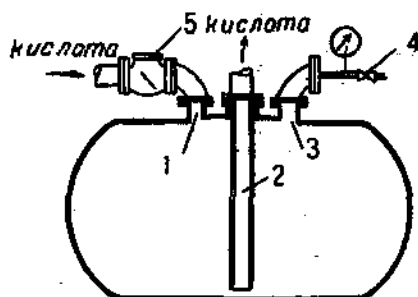


Рис. 60. Монтежю.

1 — вход кислоты, 2 — выходящая труба для кислоты, 3 — вход воздуха, 4 — вентиль, 5 — обратный клапан.

Резервуар через штуцер 1 наполняется кислотой; после наполнения резервуара подается воздух через трубу 3, и следят по манометру. Как только вся кислота выжата из резервуара, давление воздуха сразу падает. Тогда закрывается воздух и происходит снова наполнение кислотой резервуара через обратный клапан 5. Обратный клапан 5 при пуске воздуха в монтежю закрывает доступ кислоты в резервуар. Когда давление падает, кислота снова открывает клапан 5 и снова наполняет резервуар.

Главнейшим недостатком монтежю является то, что они требуют специального обслуживания и как аппараты, работающие под давлением, очень опасны. Автоматические же монтежю (с автоматическим включением и выключением воздуха) довольно сложны и дороги. Поэтому монтежю почти совершенно вытеснены насосами.

Трубопроводы

Чтобы передавать жидкость на расстояние, применяют трубопроводы. В химической промышленности для передвижения различных кислот употребляются самого разнообразного типа трубы, сделанные из соответствующего ма-

териала. Обыкновенно соединение труб между собой производится фланцами или муфтами с резьбой.

Для азотной кислоты применяются трубы, сделанные из кислотоупорной стали V2A, хромистой стали, ферросилициевые, керамиковые и алюминиевые.

Трубы из V2A соединяются между собой на подвижных свободно вращающихся фланцах с приваренной разбортовкой. Между фланцами зажимается асбестовая просмоленная прокладка.

Трубы из хромистой стали соединяются между собой тоже при помощи фланцев, ввернутых на трубу, или труба развальцована в фланцах. Для соединения труб между собой часто пользуются автогенной сваркой.

Ферросилициевые и керамиковые трубы соединяются при помощи так называемых хомутов (снимающихся двойных фланцев). Торцы труб должны быть отшлифованы. Между трубами зажимается асбестовая просмоленная прокладка. Ферросилициевые и керамиковые трубы очень хрупки, поэтому обращение с ними требует особого умения. Алюминиевые трубы можно применять только для перекачки азотной кислоты концентрации выше 40%. Слабая же кислота такие трубы сильно разъедает.

Алюминиевые трубы между собой соединяются при помощи подвижных фланцев, труба на конце разбортована. Эти трубы удобны тем, что их можно гнуть и приспособлять к аппаратуре как угодно. Для изменения направления трубопроводов используются фасонными частями: коленами, тройниками и т. д. Наиболее употребительными размерами труб в азотнокислотном производстве являются трубы 50 мм диаметром, длиной в 4 м. Делаются трубы диаметром 75, 10, 125 мм, а также и более мелкие — размером 25 и 37 мм в диаметре.

Для перекачки серной кислоты и нитрозы в основном применяются свинцовые трубы диаметром 37, 50 и 75 мм. Соединение труб — обыкновенная пайка водородным пламенем.

Краны, вентили и клапаны. Для перекрытия трубопроводов употребляются следующие виды запорных приспособлений:

- 1) краны,
- 2) вентили,
- 3) обратные клапаны.

Кран. Кран — это простейший вид приспособления для регулирования и перекрытия потока кислоты.

Простейший кран показан на рис. 61.

Он состоит из корпуса 1 с притертой к нему пробкой 2 с сквозным отверстием. Вращающаяся пробка уплотняется набивкой (шнуровой прографиченный асбест) и зажимается сальником 4.

Краны изготавливаются из чугуна или ферросилиция; для азотной кислоты краны ставятся ферросилициевые, для купоросного масла — чугунные.

Недостаток крана — это частое заедание пробки в корпусе.

В производственных условиях такое явление нередко, особенно когда кран работает на купоросном масле или серной кислоте. В таком случае кран нужно осторожно отгреть горячей водой. Для лучшего вращения краны нужно

смазывать вазелином. Другой недостаток их — хрупкость, что приводит к частым поломкам кранов особенно ферросилициевых. Кроме того краном трудно регулировать поток кислоты.

Другой тип крана — это кран без сальника: обыкновенно он делается из керамики. Он состоит из корпуса и пробки, притертой к корпусу для того, чтобы пробку не вышибло из гнезда.

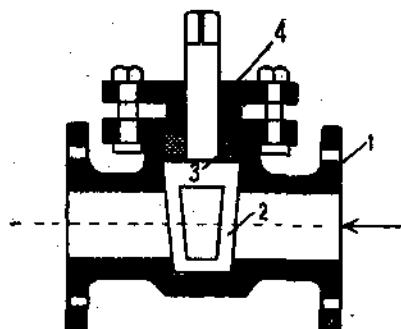


Рис. 61. Кран с сальником.

1 — корпус, 2 — пробка, 3 — сальниковая набивка, 4 — сальник.

Перед тем как ставить керамиковый кран в трубопровод, его нужно тщательно испытать под наливом (керосина, вода). Если он пропускает, то соответствующим образом его нужно притереть. Краны должны регулярно смазываться техническим вазелином. Керамиковые краны неудобны и опасны при эксплуатации, поэтому ставить их на ответственных участках не рекомендуется.

Керамиковые и ферросилициевые краны могут быть самых разнообразных размеров; главные из них, употребляемые на кислотных линиях: диаметром 37, 50, 70, 80, 100 мм.

Вентили. Вентили являются наиболее распространенным типом запорных приспособлений в трубопроводах. Принцип устройства вентилей виден из рис. 62. Вентиль состоит из корпуса 1; в корпусе имеется отверстие 2, носящее

название седла. Клапан 3 притерт плотно к седлу и надевается на шпindel 4. Шпindel 4 снабжен маховичком и нарезкой.

В корпус ввинчивается крышка 7. Для герметичности в верхней части крышки устроено уплотнение, которое состоит из набивки (шнуровой прографиченный асбест), прижимаемой плотно к шпинделю накидной гайкой или болтами при помощи салыника 8. Существуют вентили самого разнообразного типа.

Усовершенствование вентилей направлено главным образом по линии изыскания обтекаемых внутренних форм с целью уменьшения сопротивления прохождению кислоты. Особо распространены вентили фирмы Амаг.

Вентили, изготовляемые из хромистой стали или V2A, являются незаменимыми для азотной кислоты. Для серной кислоты вентили употребляются мало, так как до сих пор еще не найден материал, удовлетворяющий всем требованиям (сопротивление, отсутствие разьедания, механическая прочность и т. д.).

Вентиль удобен в эксплуатации тем, что нет опасности его поломки, как крана, так как он сделан из прочной стали, и таким образом он вполне безопасен при обслуживании. Особенное преимущество его — это возможность регулирования потока кислоты, равномерного увеличения и уменьшения его, что чрезвычайно важно при пуске и остановке насоса.

При работе же с краном при быстром открывании и закрывании его может создаваться гидравлический удар в трубопроводе, возможны в связи с этим разрывы трубы, прорыв прокладок и т. д. Гидравлические удары сильны в длинных трубопроводах.

Обратные клапаны. Обратные клапаны ставятся там, где нужно движение кислоты в одном направлении, например при подаче кислоты в монтажу. Они работают автоматически, закрывая доступ кислоты в обратном направлении.

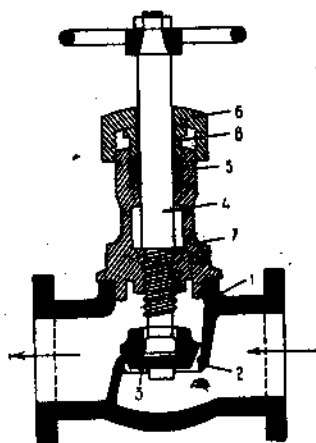


Рис. 52. Вентиль.

1 — корпус, 2 — седло, 3 — клапан, 4 — шпindel, 5 — набивка, 6 — накидная гайка, 7 — крышка, 8 — салыник.

Контрольные вопросы

1. Перечислите основные недостатки системы Фришера.
2. Почему при поглощении окислов азота содой образуется смесь NaNO_2 и NaNO_3 ?
3. Что такое инверсия NaNO_2 ?
4. Как соединены гранитные камни в абсорбционной башне между собой?
5. Что будет, если прекратить подачу воды в последнюю абсорбционную башню? Объясните последовательно, почему увеличится процент $\text{NO} + \text{NO}_2$ в выхлопных газах?
6. Причины ослабления кислоты в абсорбционных башнях?
7. От чего зависит крепость кислоты, получающейся в холодильниках-конденсаторах?
2. Почему в установке Фришера в холодильниках-конденсаторах крепость кислоты 20—25%, а в установке Уде 8—10%?
9. Как пускается установка абсорбции вновь?
10. От чего зависит расход аммиака?
11. Какие типы насосов наиболее распространены у нас в Союзе?
12. Как вдевается насосная плита в фундамент?
13. Какие аварии могут быть с насосами?
14. Что будет, если насос работал продолжительное время вхолостую?
15. Причины плохой работы насосов?
16. Почему нельзя широко применять ферросилициевые и керамиковые краны?

В главе II мы говорили, что существует два типа установок под давлением: 1) установка по способу фирмы Дюпон и 2) установка типа Фаузера; описанию их посвящена эта глава.

Установка по способу фирмы Дюпон

Схема производства

Установка фирмы Дюпон работает в отличие от других систем под давлением 7—7,5 ат, следовательно, как нам известно из закона Бойля-Мариотта, объемы входящих в процесс газов в 7 раз меньше, чем при обыкновенном давлении, что создает компактность и удобство в управлении установкой (рис. 63).

Для ясности изложения мы разбиваем процесс до контактного аппарата на две части: 1) ход аммиака и 2) ход воздуха.

Ход аммиака. В цех жидкий аммиак поступает по трубопроводу прямо из хранилищ аммиачного цеха или из цистерн в танки с жидким аммиаком, которые представляют собой цилиндрические сосуды, расположенные в специальном помещении.

Хранилища необходимы для создания запаса жидкого аммиака, исключающего возможность остановок вследствие перебоев в снабжении последним.

В большинстве случаев аммиак поступает непосредственно из хранилищ аммиачного цеха (давление в них 17—18 ат) в весовые танки 10, расположенные в цехе в отдельном помещении. Весовой танк меньшей емкости, чем танк хранения аммиака (3—3,5 т), установлен на весовой платформе, на которой аммиак, поступающий на производство, взвешивается.

Давление в весовых танках поддерживается 10—11 ат; в случае, если аммиак поступает из хранилищ, где он имеет давление 10—11 ат, в весовые танки, то поступление его

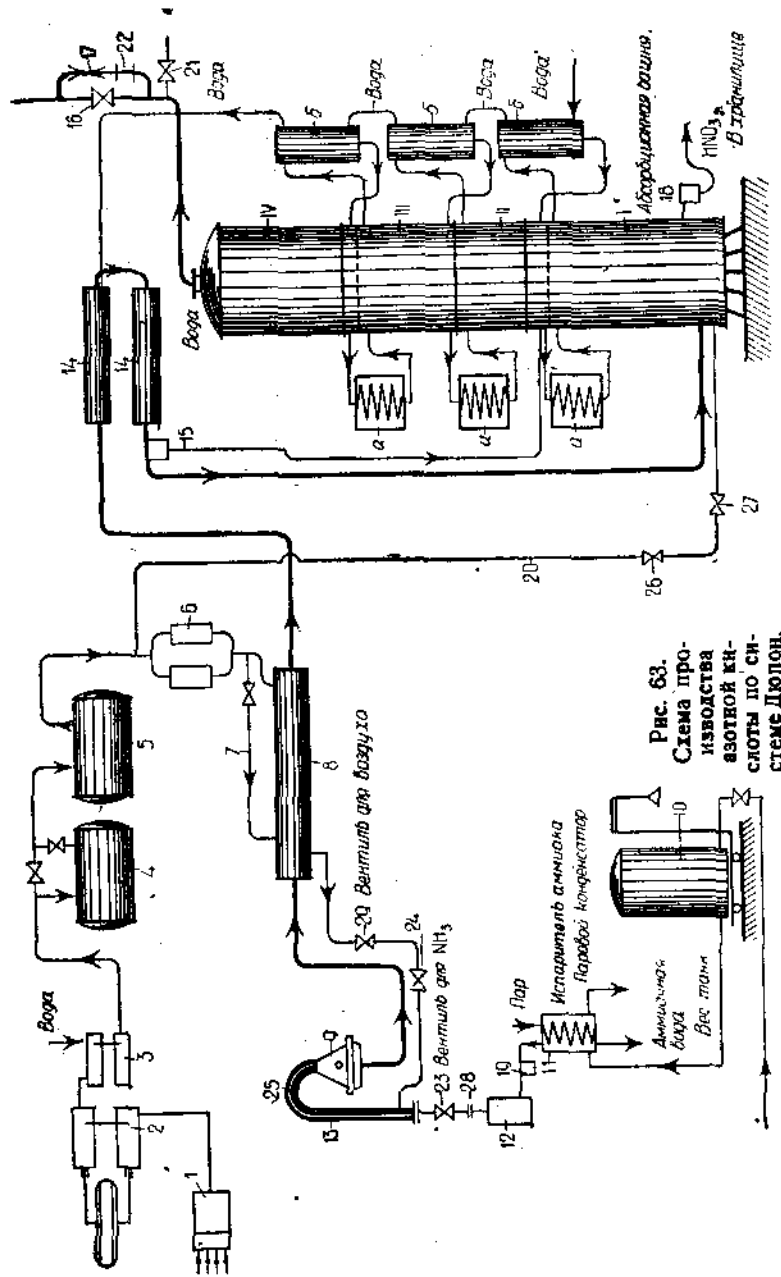


Рис. 63.
Схема про-
изводства
азотной ки-
слоты по си-
стеме Дюпон.

1 — воздушный фильтр, 2 — компрессор, 3 — параллельные холодильники, 4 — 1-й ресивер, 5 — 2-й ресивер, 6 — фильтр для воздуха, 7 — байпас, 8 — теплообменник, 9 — контактный аппарат, 10 — весовой аппарат, 11 — испаритель для аммиака, 12 — аммиачный фильтр, 13 — смеситель, 14 — теплообменник-конденсатор, 15 — сепаратор, 16 — паровой эжектор, 17 — паровой эжектор, 18 — кислотный горшок, 19 — регулирующий клапан, 20 — трубопровод для конденсированного воздуха, 21 — регулирующий клапан, 22 — аммиачный эжектор, 23 — регулирующий клапан, 24 — диафрагма для аммиака, 25 — диафрагма для аммиака, 26 — аммиачная ракета, 27 — аммиачная ракета, 28 — аммиачная ракета, 29 — аммиачная ракета, 30 — аммиачная ракета, 31 — аммиачная ракета, 32 — аммиачная ракета, 33 — аммиачная ракета, 34 — аммиачная ракета, 35 — аммиачная ракета, 36 — аммиачная ракета, 37 — аммиачная ракета, 38 — аммиачная ракета, 39 — аммиачная ракета, 40 — аммиачная ракета, 41 — аммиачная ракета, 42 — аммиачная ракета, 43 — аммиачная ракета, 44 — аммиачная ракета, 45 — аммиачная ракета, 46 — аммиачная ракета, 47 — аммиачная ракета, 48 — аммиачная ракета, 49 — аммиачная ракета, 50 — аммиачная ракета, 51 — аммиачная ракета, 52 — аммиачная ракета, 53 — аммиачная ракета, 54 — аммиачная ракета, 55 — аммиачная ракета, 56 — аммиачная ракета, 57 — аммиачная ракета, 58 — аммиачная ракета, 59 — аммиачная ракета, 60 — аммиачная ракета, 61 — аммиачная ракета, 62 — аммиачная ракета, 63 — аммиачная ракета, 64 — аммиачная ракета, 65 — аммиачная ракета, 66 — аммиачная ракета, 67 — аммиачная ракета, 68 — аммиачная ракета, 69 — аммиачная ракета, 70 — аммиачная ракета, 71 — аммиачная ракета, 72 — аммиачная ракета, 73 — аммиачная ракета, 74 — аммиачная ракета, 75 — аммиачная ракета, 76 — аммиачная ракета, 77 — аммиачная ракета, 78 — аммиачная ракета, 79 — аммиачная ракета, 80 — аммиачная ракета, 81 — аммиачная ракета, 82 — аммиачная ракета, 83 — аммиачная ракета, 84 — аммиачная ракета, 85 — аммиачная ракета, 86 — аммиачная ракета, 87 — аммиачная ракета, 88 — аммиачная ракета, 89 — аммиачная ракета, 90 — аммиачная ракета, 91 — аммиачная ракета, 92 — аммиачная ракета, 93 — аммиачная ракета, 94 — аммиачная ракета, 95 — аммиачная ракета, 96 — аммиачная ракета, 97 — аммиачная ракета, 98 — аммиачная ракета, 99 — аммиачная ракета, 100 — аммиачная ракета.

обеспечивается аммиачными компрессорами, которые откачивают газообразный аммиак из весовых танков в tanks хранения, и таким образом создается разность давления, и жидкий аммиак переходит в весовой танк.

Из весовых танков жидкий аммиак поступает в аммиачный испаритель (газификатор), аппарат, служащий для испарения жидкого аммиака.

Испаритель аммиака — цилиндр из толстостенной стали; внутри его находится паровой змеевик. Поступающий жидкий аммиак снизу испаряется и выходит через верхний штуцер в фильтр 12, где главным образом очищается от масла.

Между аммиачным фильтром 12 и испарителем находится редукционный клапан 19, при помощи которого давление аммиака поддерживается 10—10,5 ат; из газификатора газообразный аммиак выходит с температурой 75—80°.

Так как жидкий аммиак поступает с примесью воды, то периодически из испарителя аммиачная вода и частично газообразный аммиак спускаются в резервуар с аммиачной водой.

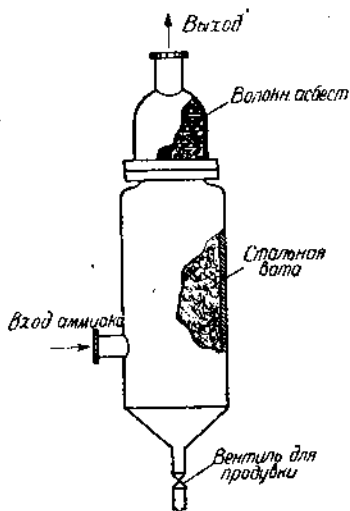


Рис. 64. Аммиачный фильтр.

Аммиачный фильтр 12 представляет собой стальной цилиндр (рис. 64). В нижней части он заполнен стальной ватой, в верхней части асбестовым волокном, заложенным между дырчатыми перегородками, сделанными из никеля.

После аммиачных фильтров аммиак поступает в смеситель 13 для смешения с воздухом.

Ход воздуха. Воздух из атмосферы забирается двухступенчатыми компрессорами через фильтр 1. В фильтре воздух освобождается от механических примесей и поступает в первую ступень компрессора 2. В первой ступени воздух сжимается до 2—2,2 ат и через холодильник проходит во вторую ступень, где сжимается до 7,5 ат. Холодильник необходим для отнятия от воздуха тепла, получающегося в результате сжатия. После второй ступени воздух посту-

паёт в последовательные холодильники 3 для охлаждения и отделения от масла. Насколько важно освобождение воздуха от масла, нам известно из предыдущего. Масло является ядом для платинового катализатора. Для того чтобы полнее отделить масло от воздуха, необходимо охладить последний до возможно низкой температуры 15—20°, — тогда все масло очень легко осаждается.

Основное назначение последовательных холодильников 3 именно и состоит в освобождении воздуха от масла. Скопившееся масло в холодильнике выдувается через трубку открыванием на ней вентиля. Кроме того во время плановой остановки холодильник промывается горячей водой.

Затем охлажденный и частично освобожденный от масла воздух поступает в два рессивера 4 и 5, представляющие собой клепаные железные котлы.

Эти рессиверы служат для смягчения толчков компрессора; кроме того их назначение создать некоторый запас воздуха, который необходим для правильной остановки агрегатов в случае выключения электроэнергии и остановки компрессоров (об этом будет сказано ниже). Наряду с этим рессиверы являются своего рода маслоотделителями.

Очень много масла собирается в первом рессивере, и оно непрерывно выдувается через трубку, выходящую из дна рессивера. При плановых остановках рабочие очищают рессиверы от масла, влезая туда через имеющийся сбоку специальный люк.

Из рессивера 5 воздух выходит в общевоздушный коллектор (железный) и распределяется по отдельным системам, работающим параллельно. Прежде чем поступить на смешение с аммиаком, воздух еще раз очищается в фильтрах 6, представляющих собой цилиндры, внутри которых имеется алюминиевая сетка звездообразной формы, обтянутая фланелью или байкой. Воздух, поступая в цилиндр, проникает через фланель и очищается от механических примесей и масла и оттуда поступает в теплообменник 8.

В теплообменнике происходит подогревание воздуха отходящими из конвертора нитрозными газами до температуры 340—350°, и затем он поступает в смеситель 13.

Воздух может поступать помимо теплообменника в смеситель или в конец теплообменника, для чего имеется обводная труба, называемая байпас, 7. При помощи байпаса регулируют температуру воздуха, пуская через него часть холодного воздуха.

Воздух в смесителе перемешивается с аммиаком и оттуда

воздушноаммиачная смесь (температура 290—300°) поступает в контактный аппарат-конвертор 9. Крышка контактного аппарата изготовлена из никеля, нижняя часть из хромистой стали и снабжена водяной рубашкой для охлаждения смеси. В месте соединения контактного аппарата с крышкой зажимаются платиновые сетки.

Контактный аппарат расположен вертикально, газовая смесь поступает сверху вниз. На сетках воздушноаммиачная смесь имеет состав 9,5—10% NH_3 , 18,9% O_2 и 71,1% N_2 . Аммиак в присутствии катализатора сгорает в NO ; процент контактирования 95—96. Температура на сетках 870—900°. Нитрозные газы из контактного аппарата примерно состава: 9% NO ; 5—6% O_2 ; 14—15% H_2O и 70—71% N_2 , направляются в теплообменник; по пути они частично охлаждаются, проходя по нижней части конвертора и трубе, к нему присоединенной, которая, как известно, снабжена водяной рубашкой.

В теплообменнике 8, куда направляются газы с температурой 840—850°, происходит отдача тепла газов воздуху, идущему навстречу. Из теплообменника нитрозные газы по трубопроводу направляются в холодильники-конденсаторы 14. Назначение холодильников-конденсаторов охладить нитрозные газы до температуры 20—30°. По выходе из холодильников газы и кислота поступают в сепаратор 15, где кислота отделяется от нитрозных газов.

Нитрозные газы выходят из сепаратора и направляются в нижнюю часть абсорбционной колонны; кислота выходит через нижнюю часть сепаратора и отводится во вторую секцию колонны. Кислота, образовавшаяся в холодильниках-конденсаторах, крепостью 57—60%, с большим содержанием растворенных окислов, составляет примерно 50—60% от всей получающейся в установке кислоты.

В абсорбционной колонне происходит поглощение двуокиси азота с обратным окислением окиси азота в двуокись. В крышку колонны через штуцер подается вода. Кислота выводится из низа башни через кислотные горшки в хранилища для слабой азотной кислоты, сделанные из хромистой стали.

Абсорбционная башня имеет четыре секции. У трех секций I, II и III, считая снизу, есть газовые и кислотные холодильники б, б, б и а, а, а. Из четвертой секции газы идут на выхлоп.

На отводной трубе имеется вентиль 16 для регулирования давления в системе. Кроме регулирующего вентиля на

обводной трубе имеется еще и эжектор 17, служащий для создания разрежения в башне при пуске. Давление газа в конце системы 4—5 ат в зависимости от нагрузки колонны: чем больше нагрузка, тем меньше давление. Нитрозные выхлопные газы из каждого агрегата поступают в общий коллектор, сделанный из керамики, оттуда направляются в выкидную трубу 15—20 м высоты.

Выхлопные газы имеют примерно следующий состав:

NO 0,15—0,3%, N₂ 97—97,5%, O₂ 2—2,5%.

Содержание окислов азота зависит от нагрузки на колонну и времени года; зимой процент окислов при нормальной нагрузке 0,15—0,20, летом 0,3—0,35.

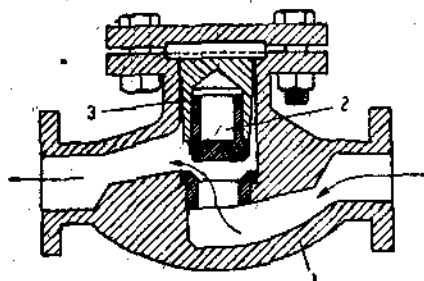


Рис. 65. Обратный клапан.

1 — корпус, 2 — клапан, 3 — гнездо клапана.

Внизу у колонны устроен подвод дополнительного воздуха по трубе 20. Этот воздух подводится для продувки кислоты от растворенных в ней окислов азота. На этой трубе имеется вентиль 26 для регулирования и обратный клапан 27, представленный на рис. 65. Как видно из рисунка, он состоит из корпуса 1 и

клапана 2, легкоподвижного в гнезде 3. Когда воздух поступает по трубопроводу, то клапан 2 давлением воздуха поддерживается в положении, указанном на рисунке. Когда ток воздуха прекращается, клапан падает и закрывает отверстие для прохода, таким образом устраняется возможность попадания кислоты в железные воздухопроводы.

Переходим к описанию режима и устройства отдельных аппаратов установки.

Сжатие воздуха

Первой стадией работы завода под давлением является получение сжатого воздуха. При описании схемы производства было указано, что воздух перед поступлением в компрессор освобождается от пыли и механических примесей в фильтре. Фильтр устроен следующим образом (рис. 66).

Железобетонная камера имеет железную сетку, внутри камера перегороджена состоящими из двух рядов выдвиж-

ными коробками, заполненными металлическими промасленными стружками или сетками.

Особенно важна очистка воздуха от пыли и песка, так как пыль и песок, попадая на стенки цилиндра компрессора, царапают их, и таким образом компрессор преждевременно срабатывается и даже может выйти совсем из строя.

Мы знаем, что при сжатии воздуха выделяется тепло. Чем больше мы его сжимаем, тем больше и выделяется тепла и температура воздуха повышается. При этом уменьшается полезный коэффициент компрессора и затрудняется смазка цилиндра. Поэтому сжатие воздуха производят в несколько ступеней.

В данном случае воздух сжимается в две ступени.

Воздух всасывается в первую ступень компрессора, сжимается здесь до 2—2,2 ат; температура воздуха повышается до 90—100°. Для охлаждения воздух поступает в трубчатый холодильник, где охлаждается до нормальной температуры, и поступает во второй цилиндр (вторая ступень) меньших размеров, где дожимается до 7,5 ат. Вокруг цилиндров первой и второй ступеней сделаны водяные рубашки, где циркулирует вода, и таким образом охлаждаются стенки цилиндра и частично воздух. Чем лучше охлаждение цилиндров, тем лучше и производительнее будет работать компрессор. Температура выходящего воздуха из второй ступени 100—110°. Наиболее распространенный тип компрессора в установках под давлением — это тип Ингерсол-Ранд (американская фирма). Штоки поршней устанавливаются на одном валу с мотором, что делает компрессор компактным и удобным в эксплуатации.

Смазка цилиндров компрессоров производится маслом марки «Т» с температурой вспышки не ниже 210°. И еще лучше пользоваться авиационным маслом, температура вспышки которого 270—280°. Другие движущиеся части

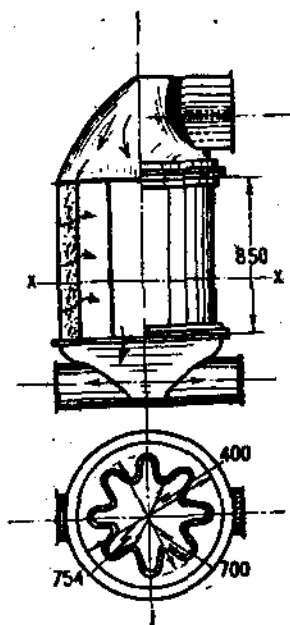


Рис. 66. Фильтр для воздуха.

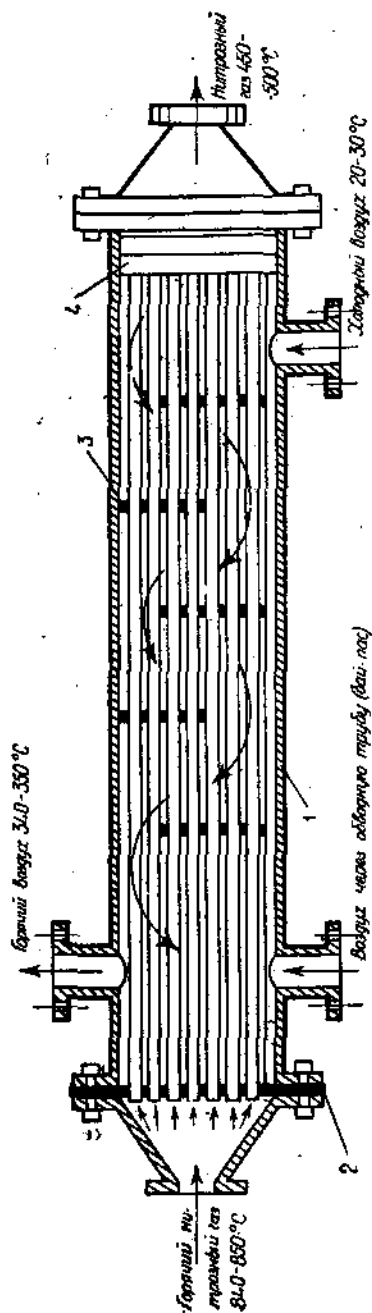


Рис. 67. Теплообменник.

1 — корпус, 2 — стальной круг, 3 — перегородка, 4 — подвижные диски.

компрессора смазываются обыкновенным машинным маслом. Особенное внимание нужно обращать на чистоту смазочных масел.

Аппаратура

Теплообменник. Назначение теплообменника — подогрев воздуха, поступающего в смеситель.

Подогрев ведется с таким расчетом, чтобы температура смеси в контактном аппарате была 290—300°. Температура подогрева воздуха в теплообменнике примерно 340—350°, перемешиваясь же с аммиаком, температура которого 70—80°, температура понижается до 290—300°.

Устройство теплообменника следующее (рис. 67).

Корпус 1 снабжен 3 штуцерами: один для ввода холодного воздуха, другой для выхода горячего воздуха и третий для ввода холодного воздуха в конец теплообменника с целью регулирования температуры горячего воздуха. Таким образом всегда часть воздуха идет через обводную трубу байпас, понижая несколько температуру горячего воздуха. Корпус с обеих сторон имеет крышки с фланцами для присоеди-

нения трубопроводов. Передняя крышка теплообменника заключена в железную коробку, куда подается вода; таким образом охлаждается головка теплообменника. Внутри корпуса вставляется трубчатая батарея, состоящая из отдельных труб диаметром 16—17 мм. С одной стороны батареи труб развальцована и заварена в стальной круг 2, который закрепляется между крышкой и корпусом, как указано на рисунке. Другой конец труб закрепляется в два подвижных диска 4 следующим способом (рис. 68). В дисках 1 высверливается отверстие для труб, причем на втором диске это отверстие делается несколько больше, как видно

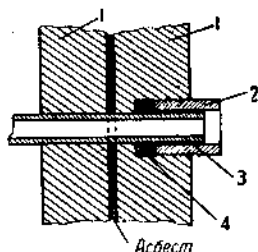


Рис. 68. Деталь соединения трубки теплообменника.

1 — диски, 2 — трубка зажимная с резьбой, 3 — трубка теплообменника, 4 — набивка.

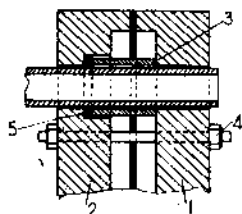


Рис. 69. Способ присоединения трубки теплообменника.

1 — 2 — диски, 3 — трубка зажимная, 4 — болт закрепительный, 5 — сальниковая набивка.

на рисунке, и делается внутренняя нарезка. Вставив трубу в кольцевое пространство, набивают сальник 4 из асбестового шнура и закрепляют его другой нарезной трубкой 2. Таким образом теплообменная трубка может скользить в диске. Диск в свою очередь может передвигаться в корпусе. Кроме того имеется и другой способ закрепления труб в диске (рис. 69). В диске высверливаются таким же образом отверстия, вставляется трубка, набивается сальник и зажимается трубкой 3, которая без нарезки прижимается диском 2 к диску 1 при помощи болтов 4.

Такая конструкция нужна для следующих целей. Мы знаем, что все тела при нагревании расширяются; сталь при нагревании на 1° дает расширение 0,012 мм на 1 м длины. Если средняя температура в теплообменнике 600° , то удлинение 3-м-овой трубы теплообменника составит:

$$3 \cdot 0,012 \cdot 600 = 1800 \cdot 0,012 \approx 22 \text{ мм.}$$

Если трубки закрепить в диске неподвижно, то благодаря тому, что каждая труба нагрета по-разному, получилось бы различное удлинение труб; отдельные трубы лопались бы, и действительно одно время на заводах при этом способе одним из существенных недостатков был как раз этот. Батарея труб имеет перегородки 3 (рис. 67) для лучшего теплообмена воздуха и нитрозного газа.

Кожух теплообменника, трубки, крышки сделаны из хромоникелевой стали приблизительно следующего состава:

Хром	18 — 20%
Никель	8 — 10%
Углерод меньше чем . .	0,12%
Фосфор	0,025%
Марганец	0,5%
Сера	0,025%
Кремний	0,5%

Такая сталь кислотоупорна и сравнительно жаростойка. Ввиду того что соединение трубок с диском неплотно, кроме того трудно пригнать диск плотно к стенкам кожуха, часть воздуха попадает в нитрозные газы, так как давление воздуха между трубок 7 ат, а давление нитрозных газов в трубках 6,5—6,6 ат. Когда воздух попадает еще в небольшом количестве, то это не отзывается на режиме абсорбционной башни; при больших же пропусках воздуха в нитрозный газ (при лопнувших трубках) процент кислорода в выхлопных газах достигает до 4—5; в таких случаях необходимо останавливать весь агрегат, ремонтировать теплообменник или ставить новую батарею труб, заранее заготовленных, а прежнюю сдать в ремонт.

Окисление окиси азота в двуокись в теплообменнике не происходит ввиду высокой температуры.

Хранилище для жидкого аммиака. Хранилище для жидкого аммиака — это железные танки емкостью до 40 м³ аммиака.

Для замера уровня аммиака в них с одной стороны установлено водомерное стекло, а с другой имеется люк на случай очистки танка и внутреннего ремонта. В танк вводится труба, служащая одновременно подающей и выводящей аммиак. Во избежание большого давления танк снабжен предохранительной трубой 5 (рис. 70). Труба разветвляется на две ветви и на каждой установлены в фланцах по два предохранительных диска. Предохранительный диск — это никелевая пластинка, выдерживающая давление 14—15 ат; при превышении этого давления диск разры-

вается, и аммиак выходит наружу. Трехходовым краном 3 работа переводится на другую пару дисков, и разорвавшийся диск меняется. Кроме предохранительных дисков имеется еще и предохранительный клапан 2, а для быстрой сигнализации о прорыве диска имеется отверстие 4, так называемый пищик. Аммиак с силой вырывается из этого отверстия, производя характерный свист. Нормальное давление аммиака в танке 10,5—11 ат; при повышении давления можно часть газообразного аммиака выпустить в бак с аммиачной водой.

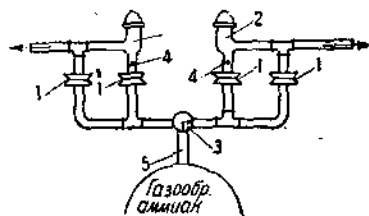


Рис. 70. Предохранитель.

1 — предохранительные диски, 2 — предохранительный клапан, 3 — трехходовый кран, 4 — „пищик“, 5 — труба сообщения с танком.

Весовые танки. Устройство весовых танков очень просто (рис. 71). Резервуар 1 из кованой стали емкостью 3,5 т устанавливается на весовую платформу. Таким образом расход и приход аммиака может контролироваться взвешиванием. Жидкий аммиак в танках подается по трубе 3 вниз танка. По этой же трубе аммиак выводится из танка. Подача жидкого аммиака производится непосредственно из резервуаров хранения жидкого аммиака цеха синтеза или из танков хранилищ. Передача аммиака из танков хранилищ производится при помощи аммиачного компрессора: аммиачный компрессор откачивает газообразный аммиак из весового танка, понижает давление аммиака в нем до 6—7 ат и нагнетает аммиак в танк хранилища. Таким образом жидкий аммиак передавливается из танков хранилищ (где давление 11—12 ат) в весовые танки. Конец наполнения весового танка устанавливается взвешиванием. Весовые танки снабжены предохранительными дисками 5, предохранительным клапаном и манометрами для измерения давления 6.

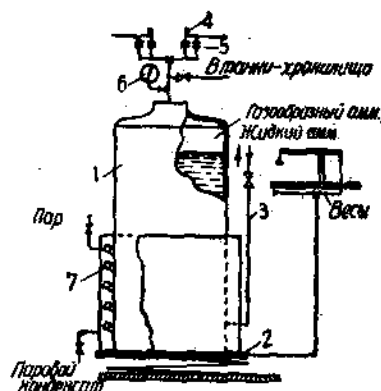


Рис. 71. Весовой танк.

1 — резервуар, 2 — весовая платформа, 3 — труба для жидкого аммиака, 4 — предохранительный клапан, 5 — предохранительные диски, 6 — манометр, 7 — паровой змеевик.

Нижняя часть весового танка обвита паровым змеевиком 7; назначение его подогревать аммиак в случае падения давления в весовом танке ниже 10 ат. Это производится главным образом в зимнее время. В целях бесперебойного снабжения аммиаком работающих агрегатов на заводе имеется несколько танков, по меньшей мере три. Как правило, из одного танка берут аммиак в испаритель, другой должен быть наготове — наполненный аммиаком, и третий наполняется. Как только танки переключились с одного на другой, пустой танк должен немедленно заполняться аммиаком. Иногда при наполнении танка давление повышается выше нормального; в таком случае открывается вентиль на линии газообразного аммиака, — линии, соединяющей весовые танки с хранилищем. Давление будет падать только в том случае, если есть разница между давлением аммиака в танках хранилища и в весовых танках. Если же разницы нет, то часть газообразного аммиака следует спустить в бачок с аммиачной водой.

Переход с одного танка на другой делается тогда, когда в танке, находящемся в работе, имеется аммиака не меньше 300 кг, в противном случае возможен перебой в снабжении аммиаком агрегата. Переключение ведется при одновременном закрывании и открывании вентиля из одного и другого танков; это делается во избежание увеличения потока аммиака в испаритель.

Испаритель аммиака. Назначение испарителя — превратить жидкий аммиак в газообразный и перегреть его до 70—80°. Испаритель аммиака (газификатор) представляет собой стальной цилиндр (рис. 72) с крышкой и дном, прикрепленными к нему болтами. Крышка имеет два выхода: один для ввода паровой трубы, другой для вывода газообразного аммиака. Дно имеет три отверстия: одно для вывода паровой трубы, другое для ввода жидкого аммиака и третье отверстие для вывода аммиачной воды из испарителя.

Испарение аммиака осуществляется водяным паром через посредство змеевика 6, сделанного из стальной трубы. Аммиак, испарившись в нижней части аппарата, в верхней части змеевика подвергается подогреванию до 70—80°.

Рабочее давление в аппарате 10,5—12 ат. Давление поступающего пара 6—8 ат. Температура жидкого аммиака, поступающего в испаритель, 25—30°. Перед поступлением в испаритель жидкий аммиак подвергается очистке в фильтре, представляющем собой цилиндр, внутри которого вста-

влена сетка из хромистой стали. Эта сетка задерживает примеси, попавшие в жидкий аммиак. При остановке агрегата фильтр чистится.

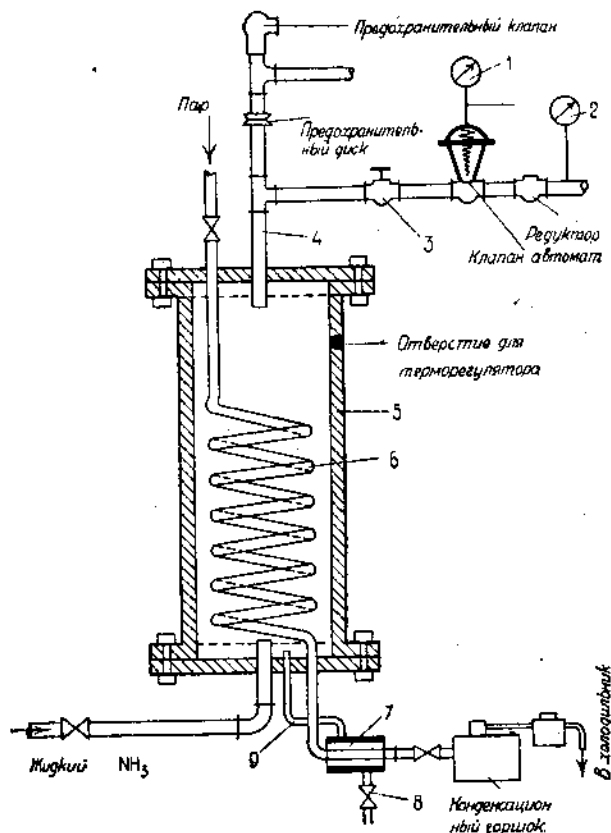


Рис. 72. Испаритель для аммиака.

1 — манометр, 2 — манометр, показывающий давление аммиака после редуктора, 3 — запорный вентиль, 4 — труба для газообразного аммиака, 5 — корпус испарителя, 6 — змеевик, 7 — подогреватель аммиачной воды, 8 — вентиль, 9 — труба для вывода аммиачной воды из испарителя.

Сбоку в стенке газификатора сделано отверстие для терморегулятора. О его работе мы будем говорить ниже.

Газообразный аммиак через верхнюю трубу 4 выводится из испарителя. На этой линии установлен вентиль 3, клапан-автомат и редукционный клапан. На ответвлении газообразного аммиака поставлены предохранительные диски

и предохранительный клапан на случай сильного увеличения давления в испарителе.

Паровой конденсат из змеевика выводится в конденсационные горшки, а оттуда идет в холодильник. Паровой конденсат используется для орошения башен. Неиспарившийся аммиак и вода по трубе 9 поступают в цилиндр 7, где отходящим паровым конденсатом происходит частичное освобождение воды от аммиака.

Периодически 2—3 раза в смену (в зависимости от чистоты аммиака) открытием вентиля вода выдувается в бак с аммиачной водой. Обычно аппаратчик выдувает аммиачную воду из испарителя до тех пор, пока труба перед вентилем 8 не будет холодной. Это значит, что пошел жидкий аммиак, и тогда вентиль закрывается. Воды в поступающем аммиаке должно быть не выше 1,5—2%; в противном случае очень часто приходится спускать аммиачную воду из испарителя, и испаритель будет работать с перебоями. При нормальной работе верхняя часть испарителя должна быть несколько горячее нижней.

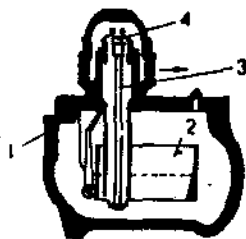


Рис. 73. Конденсационный горшок

1 — отверстие в корпусе, 2 — стакан, 3 — стержень, 4 — клапан.

Работа испарителя зависит главным образом от поступления пара и выпуска парового конденсатора. Давление пара не должно быть ниже 6—7 ат, в противном случае ощущается недостаток пара. Конденсационные горшки (рис. 73) работают по следующему принципу.

Конденсат поступает через отверстие 1 в корпусе в стакан 2 до тех пор, пока он не достигнет определенного веса. Тогда стакан опускается вниз, тянет за собой стержень 3 и открывает клапан 4 в самой верхней части горшка, вследствие чего конденсат вытесняется. Когда уйдет достаточное количество воды, стакан всплывает и закрывает клапан. Затем снова конденсат наполняет стакан, стакан опускается, открывается клапан 4, и конденсат выжимается из горшка, и т. д. Бывают случаи, когда клапан «заедает», тогда конденсат начинает скапливаться в змеевике, и испаритель плохо работает. При таком положении нужно продуть конденсационные горшки, открывая краник сверху горшка. В таком случае клапан встряхивается, и горшок снова начинает работать нормально. Расход пара на испарение легко подсчитать.

Пример. Сколько нужно пара для испарения 1 кг чистого аммиака?

Для испарения 1 кг чистого аммиака нужно затратить 306,7 Кал. Пар поступает с давлением 7 ат и может отдать свою скрытую теплоту конденсации 493 Кал. Следовательно пара нужно $\frac{306,7}{493} \approx 0,62$ кг.

Смеситель. Смеситель представляет собой трубу 1 (рис. 74), сделанную сплошь из никеля. Никель в данном случае единственно пригодный материал, так как он не является катализатором при окислении аммиака в окись азота.

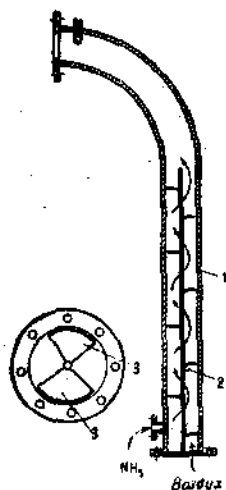


Рис. 74. Смеситель.

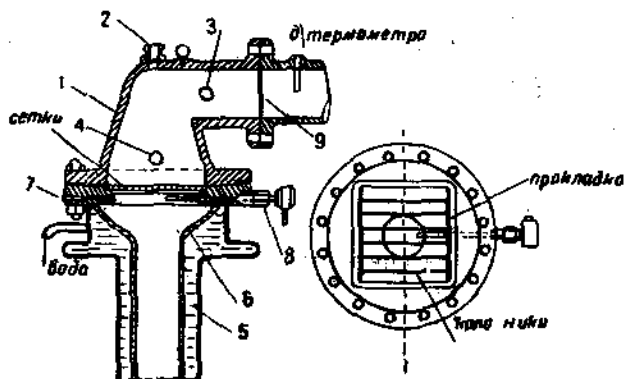


Рис. 75. Контактный аппарат.

1 — выход конденсата и пара, 2 — горшок, 3 — стержень клапана, 4 — спусковой клапан, 5 — водяная рубашка, 6 — корпус, 7 — отверстия для отбора пробы на NO , 8 — термопара, 9 — никелевая решетка.

Если поставить здесь железный материал, то будет наступать так называемое преждевременное контактирование, т. е. часть аммиака перейдет в NO и главным образом в N_2 , таким образом будет потеряна часть NH_3 .

В трубу 1 вставляется стержень 2 с наваренными на него секторами 3. Аммиак и воздух, поступая в трубу, ударяются об эти перегородки и перемешиваются.

Смеситель всегда должен быть внутри чист и при остановке агрегата промывается ацетоном или спиртом.

Контактный аппарат. Контактный аппарат (рис. 75) состоит из 2 частей: головки конвертора и корпуса. Головка конвертора 1 сделана из чистого никеля по тем же причи-

нам, что и смеситель. В верхней части вделывается кварцевое стекло 2, которое служит для наблюдения за накалом сеток. Сбоку имеется нарезное отверстие с пробкой 4, служащее для раскаливания сеток при пуске. Кроме этого в верхней части имеется отверстие 3, куда вставляется трубка с вентилем для отбора проб на содержание аммиака в смеси. Корпус 6 сделан из высокохромистой стали, и для сохранения материала от прогорания при высокой температуре вокруг корпуса и нижней трубы имеется водяная рубашка 5, где циркулирует вода. Сетки укладываются следующим образом. Сначала ставятся колосники, показанные отдельно на рис. 75, служащие опорой для сеток; затем кладется хромоникелевая решетка, и на асбестовую прокладку укладываются сетки. Число сеток 18—25, вес от 800 до 1 200 г, сетки платиnorodиевые с 10% родия. Толщина нити 0,76 мм, число отверстий на 1 см² 1 024. Между смесителем и головкой конвертора в фланцах вставляется никелевая сетка 9, предохраняющая платиновые сетки от попадания на них всяких механических примесей (асбест и т. д.). Во время ремонта эти сетки снимаются и тщательно вымываются ацетоном или спиртом. В корпусе имеется отверстие 7 для отбора проб на окислы азота после конвертора. В это отверстие ввернута трубочка с вентилем. Температура измеряется термопарой 8.

Термопара устроена следующим образом. Две проволоочки из разных металлов (хромель-алюмель) спаяны на одном конце между собой и вставлены в фарфоровые трубки (т. е. изолированы друг от друга); если спаянный конец нагревать, то образуется электрический ток, который может быть измерен гальванометром.

Каждой температуре будет соответствовать определенное показание гальванометра. Проволочки заключены в специальный защитный футляр, сделанный из хромоникелевой стали. Кроме того температура может определяться и оптическим пирометром.

С приблизительной точностью температуру можно определять на-глаз. Для этого существуют следующие соотношения:

темнокрасный цвет	600°
темнокрасное каление	700°
темнокрасно-вишневое каление	900°
светловишнево-красное каление	1 000°
белое каление	1 300°

Нормальная температура должна быть $880-890^{\circ}$. Температура подогрева смеси $290-300^{\circ}$. Процент аммиака в смеси 9,5—10. На аппарате максимально можно сжечь около 7,5 т аммиака в сутки.

Холодильник-конденсатор. Нитрозные газы после теплообменника поступают в холодильник-конденсатор. Основное назначение его охладить нитрозные газы до температуры $20-30^{\circ}$. Вместе с охлаждением происходит конденсация паров воды, окисление окиси в двуокись и поглощение двуокиси водой, в результате получается 57—60%-ная азотная кислота. Обыкновенно

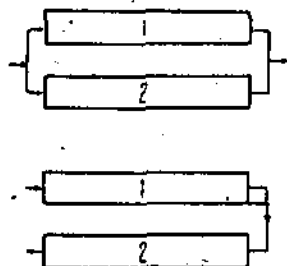


Рис. 76. Параллельное и последовательное соединение холодильников.

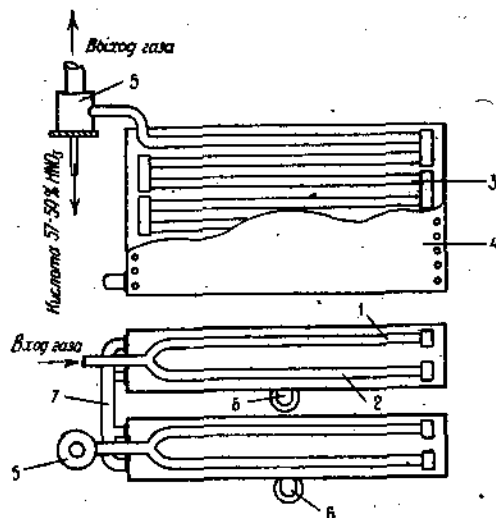


Рис. 77. Холодильник-конденсатор.

1—2—3—трубы холодильника, 4 — кожух-коробка, 5 — сепаратор, 6 — труба для стока воды из коробки, 7 — соединительная труба.

на один агрегат установлено два холодильника, они включаются друг за другом последовательно или же параллельно (рис. 76).

Устойство холодильника ясно показано на рис 77.

В клепаную железную коробку 4 помещен трубчатый холодильник 3. В каждом холодильнике два ряда труб. При входе в холодильник нитрозный газ распределяется на две трубы. Пройдя все трубы холодильника, газ и кислота при последовательном соединении, как показано на рис. 77, переходят из первого холодильника во второй по трубе 7. Пройдя второй холодильник, кислота и газ направляются в сепаратор 5, представляющий собой обыкновенный цилиндр. Здесь кислота отделяется от газа

и стекает по трубе в колонну. Нитрозный же газ поступает вниз абсорбционной башни. Температура входящего нитрозного газа 450—500°. Температура выходящего нитрозного газа 30—35°.

Нужно считать, что вся окись азота в холодильнике окисляется в двуокись азота, так как скорость окисления окиси азота в двуокись пропорциональна кубу давления. Объемы холодильника достаточны для полного окисления. Железная коробка заполнена водой; вода заливается сверху и стекает через трубопровод 6. На рис. 78 показан способ соединения труб холодильника между собой. Полая коробка 5 имеет четыре отверстия (1 и 2); в отверстия 2 вставляются трубы холодильника и развальцовываются. Внутри отверстий имеются выемки 3 по окружности, служащие для

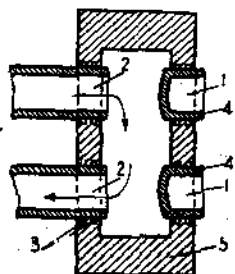


Рис. 78. Соединение труб в холодильнике.

1—2 — отверстие для труб и заглушек, 3 — выемки, 4 — заглушки, 5 — коробка соединительная.

прочности развальцовки.

С другой стороны оба отверстия 1 закрываются крышками, тоже развальцованными в стенке коробки.

Материал холодильника — высокохромистая сталь, приблизительный состав ее следующий:

Хром	16 — 19%	Марганец	0,5%
Никель	0,4%	Сера и фосфор	0,025%
Углерод	0,13%	Кремний	0,5%

На дне железной коробки скапливается много примесей, приносимых с водой: грязь, песок и т. д. В связи с этим работа холодильника ухудшается. Поэтому периодически грязь взмучивается воздухом (туда подведена труба с сжатым воздухом) и таким образом коробка очищается от грязи.

Бывают случаи, когда холодильник начинает пропускать газ, что легко заметить по выделяющимся пузырькам на поверхности воды. В таком случае холодильник должен быть проверен и отремонтирован. Холодильник работает нормально тогда, когда температура выходящего газа 30—35°. Поэтому нужно внимательно следить за подачей воды в холодильник и ни в коем случае не допускать парения на холодильниках.

Если соединение холодильника последовательное, то температура выходящей воды из первого холодильника 60—

80°, со второго 30—40°. Горная вода с первого холодильника может быть использована для хозяйственных и производственных целей (отопление и т. д.).

Абсорбционная колонна. Абсорбционная колонна (рис. 79) составлена из трех звеньев, соединенных между собой болтами. Звенья склепаны из листов высокохромистого железа. Внутри колонна разделана глухими перегородками на четыре секции I, II, III, IV. Таким образом каждая секция может работать самостоятельно. В каждой секции имеется определенное число тарелок с барботажными колпачками. Барботажные колпачки 1 (рис. 80) закреплены на тарелке болтом 3.

В свою очередь тарелки плотно прижаты к стенке звена. Способ крепления указан на рис. 81. Тарелка вставляется в звено, и между стенкой звена и тарелкой прокладывается асбестовый шнур (голубой африканский асбест) и хромистая проволока. Таким образом между стенкой и тарелкой нет доступа ни для газов, ни для кислоты. Нижняя тарелка у каждой секции установлена на угольниках 5 (рис. 80), прикрепленных к стенкам звена. Все остальные тарелки опираются болтами 4 друг на друга.

Каждая тарелка снабжена переточной трубкой 8 (рис. 79), поднятой над уровнем тарелки приблизительно на 30—35 мм. Таким образом на тарелке создается слой кислоты, и избыток ее перетекает с тарелки на тарелку. Нижний конец переточной трубки опущен в слой кислоты следующей тарелки. Таким образом создается гидравлический затвор, т. е. газы могут проходить только через колпачки.

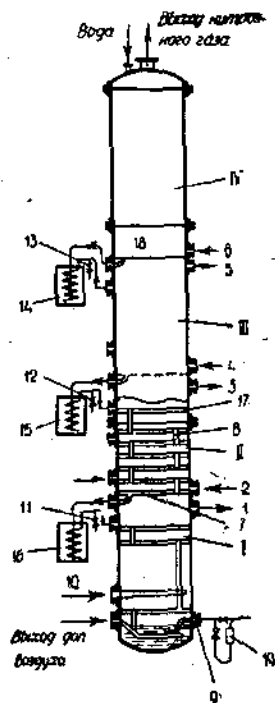


Рис. 79. Абсорбционная колонна.

I, II, III, IV — секции абсорбционной колонны, 1 — выход для газа из I-й секции в газовый холодильник, 2 — вход газа во II секцию, 3 — выход газа из II секции, 4 — вход газа в III секцию, 5 — выход газа из III секции, 6 — вход газа в IV секцию, 7 — глухая тарелка II секции, 8 — переточные трубки, 9 — выход кислоты из абсорбционной башни, 10 — вход нитрозных газов в колонну, 11 — отборник проб на крепость кислоты из холодильника II секции, 12 — отборник проб на крепость кислоты из холодильника III секции, 13 — отборник проб на крепость кислоты из холодильника IV секции, 14 — холодильник III секции, 15 — холодильник IV секции, 16 — холодильник I секции, 17 — тарелка, 18 — глухая тарелка IV секции, 19 — кислотный горшок.

Дойдя до глухой тарелки 7, кислота сходит в кислотный холодильник, затем поступает на верхнюю тарелку в следующие секции. Сверху башня закрыта крышкой с штуцером для ввода воды и выхода газа. Внизу колонны имеется ввод для нитрозного газа 10 и ввод для дополнительного воздуха. Кислота выжимается через трубку 9.

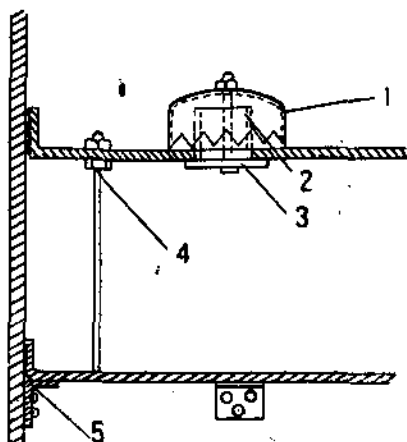


Рис. 80. Крепление тарелок и колпаков.

1 — барботажный колпак, 2 — бортик, 3 — болт для закрепления колпака, 4 — болт для укрепления тарелки, 5 — угольники для укрепления нижней тарелки.

Нитрозный газ, поступающий через трубу 10 вниз колонны, пробулькивает сквозь слой кислоты на тарелках и укрепляет

кислоту. Кислота выжимается через трубку 9.

Нитрозный газ, поступающий через трубу 10 вниз колонны, пробулькивает сквозь слой кислоты на тарелках и укрепляет

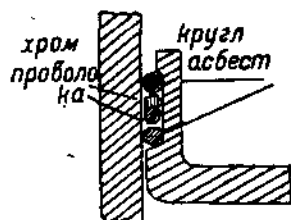


Рис. 81. Крепление тарелки к стенкам колонны.

азотную кислоту. В результате реакции идет выделение тепла — газы нагреваются. Нагретые газы для охлаждения выходят из первой секции через штуцер 1 в газовый холодильник. Устройство газового холодильника ясно из рис. 82.

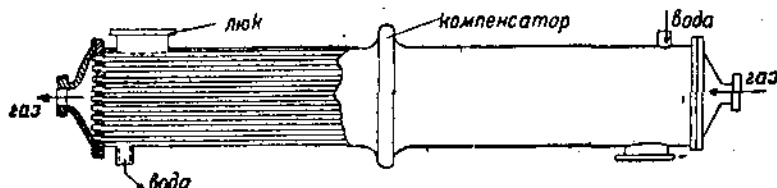


Рис. 82. Газовый холодильник.

Охлажденные газы направляются вниз второй секции через штуцер 2 (рис 79). Газ пробулькивает через слой кислоты в тарелке, укрепляет кислоту и нагретый выходит через штуцер 3 в газовый холодильник второй секции, здесь газ охлаждается и попадает вниз третьей секции.

В третьей секции снова идет поглощение двуокиси азота и нагревание газа; для охлаждения газ поступает в газовый холодильник третьей секции и оттуда вниз четвертой секции.

В четвертой секции двуокись азота в верхних тарелках поглощается водой и выходит через верхний штуцер крышки на-выхлоп.

Вода поступает через штуцер в крышке. Нужно заметить, что вода подается дистиллированная, для чего используется паровой конденсат после газификаторов (рис. 83). Конденсат из конденсационных горшков попадает в холо-

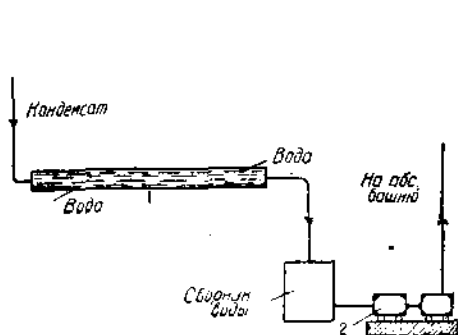


Рис. 83. Схема использования парового конденсата.

1 — холодильник, 2 — поршневой насос.

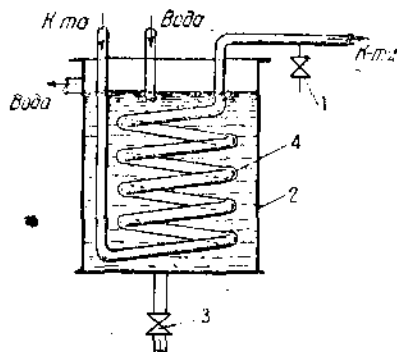


Рис. 84. Кислотный холодильник.

1 — отборник проб, 2 — кожух, 3 — запорная труба для спуска воды, 4 — змеевик.

дильник 1, откуда он собирается в бакоч для воды и подается поршневым насосом 2 на абсорбционную башню. Давление воды 10—11 ат. Употреблять неочищенную воду нельзя, так как она имеет в себе растворенные хлористые соли, сернокислые соли, которые разъедают хромистое железо:

Попадая на верхнюю тарелку, вода энергично вступает в реакцию с двуокисью азота, и, спускаясь с тарелки на тарелку, образующаяся азотная кислота укрепляется. Дойдя до глухой тарелки 18, она (частично разогретая в результате реакции) поступает в кислотный холодильник 14, устройство которого видно из рис. 84.

В круглый бак 2, куда подается вода, опущен змеевик 4 из хромистого железа. На выходе кислоты из холодильника установлен отборник проб 1.

Крепость кислоты из холодильника четвертой секции при

нормальной работе колонны 15—20%. Охлажденная кислота из холодильника 14 поступает в третью секцию. Здесь происходит тот же процесс поглощения двуокиси, окисления окиси азота и нагревание азотной кислоты. Нагретая кислота попадает в холодильник 15. При нормальной работе колонки крепость кислоты в третьей секции 30—35%.

Кислотный холодильник устроен таким же образом как и холодильник четвертой секции. Отбор проб происходит через вентиль 12 после змеевика.

Из холодильника третьей секции кислота попадает во вторую секцию и нагретая выходит в холодильник второй секции и оттуда в первую секцию. Вниз второй секции поступает кислота из холодильника-конденсатора, и вместе с кислотой, поступающей из второй секции, она направляется в холодильник 16.

Крепость кислоты во втором холодильнике 52—55%. В первой секции происходит окончательное укрепление кислоты от 58 до 61%, и кислота выводится через штуцер 9. Для очистки кислоты от растворенных в ней окислов азота и для добавки кислорода для окисления NO в NO_2 вниз башни вдувается дополнительный воздух.

Крепость продукции зависит от температурного режима в колонне. Обычно зимой процент азотной кислоты 60—62, летом 58—59.

Температура кислот и поступающей воды в зимнее время по холодильникам башни следующая:

Холодильник четвертой секции	—	температура входящей кислоты	28—30°
		выходящей кислоты	15—18°
		входящей воды	5°
		выходящей воды	7—7,5°
Холодильник третьей секции	—	входящей кислоты	30—32°
		выходящей кислоты	15°
		входящей воды (вода из холодильника четвертой секции)	7,5°
		выходящей воды	9—10°
Холодильник второй секции	—	входящей кислоты	28—20°
		выходящей кислоты	18—20°
		входящей воды	9—10°
		выходящей воды	13—15°

Нужно отметить, что получаемая слабая азотная кислота из установки под давлением содержит большой процент растворенных окислов азота: в пересчете на N_2O_4 0,5—0,8%; процент окислов азота в кислоте зависит от поступления дополнительного воздуха вниз колонны.

Иногда не имеется возможности подавать дополнительный воздух в колонну ввиду пропуска воздуха в теплообменнике; в таком случае нужно производить продувку слабой азотной кислоты воздухом в хранилищах или в отдельных бачках.

Это особенно важно в том случае, когда слабая азотная кислота поступает на дальнейшую концентрацию; если процент окислов азота в слабой кислоте 0,6—0,8, то в крепкой кислоте процент окислов азота доходит до 1,5, тогда как в стандарте не должно быть выше 0,6% в пересчете на N_2O_5 . Поэтому нужно обращать особое внимание на чистоту кислоты.

Недостатком данной колонны является недостаточно равномерное охлаждение кислоты по тарелкам. В настоящее время на американских заводах кислотные и газовые холодильники сняты, и вместо них в каждую тарелку уложены змеевики, куда подается для охлаждения вода. Такое охлаждение наиболее равномерно и совершенно. Кроме того оно упрощает обслуживание колонны и увеличивает ее производительность на 50—60%.

Режим производства и управление процессом

Нормальный режим, поддерживаемый на аппаратах, нам уже известен из предыдущего: мы на этом подробно останавливались при описании аппаратуры.

Наблюдение за работой контактного аппарата и регулирование потока аммиака и воздуха производится старшим аппаратчиком.

Снабжение аммиаком и наблюдение за работой в испарителе производит аммиачный аппаратчик. Наблюдение за работой абсорбционной башни производится кислотным аппаратчиком.

Измерение потоков аммиака, воздуха и воды

Для измерения количества поступающего в систему газообразного аммиака, основного воздуха, дополнительного воздуха и воды на этих трубопроводах установлены диафрагмы 24 и 28 (рис. 63).

Дифференциальные манометры от диафрагм установлены на щите управления. На щите управления установлен дифференциальный манометр для воздуха, поступающего в теплообменники, и дополнительного воздуха, дифференциальный

манометр для газообразного аммиака, поступающего в смеситель, и для воды, поступающей на абсорбционную колонну. На этом же щите установлены манометры, показывающие давление воздуха после регулирующего воздушного вентиля, давление после абсорбционной башни и давление аммиака после испарителя.

На другом щите установлен манометр для показания давления воды, подаваемой на абсорбционную башню, и давления пара, поступающего на испаритель.

Анализы кислот по холодильникам и анализ продукции делается кислотным аппаратчиком: он замеряет отобранную пробу ареометром и термометром. Анализ выхлопных газов на кислород производит тоже кислотный аппаратчик аппаратом Орса (об этом будет подробно сказано в главе о контроле производства).

Пробы на анализ содержания окислов азота отбираются цеховыми лаборантками в точке 21 (рис. 63).

Температура на конверторе определяется, как мы уже сказали, пирометром. Это производит старший аппаратчик или мастер. Подогрев смеси определяется обыкновенным термометром.

Процент аммиака в смеси определяется один раз в смену с каждого агрегата и производится цеховой лаборанткой; процент контактирования определяется ею же (лаборанткой) один раз в сутки с каждого агрегата. Показания всех измерительных приборов и результатов анализа записы-

Рапорт о работе

Температура			Потоки (показания дифференциального манометра)				Давление		
время	подогрев	накал сеток	NH ₃	главный воздух	дополнительный воздух	вода	NH ₃	воздух в начале системы	в конце системы
1	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5
2	290	880	15	27	6,5	10	11,0	7,3	4,5
3	293	890	15	27	6,8	10	10,9	7,3	4,5
4	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5
5	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5
6	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5
7	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5
8	290	890	15	27	6,5	10	10,9	7,3	4,5

паются в специальный журнал старшим аппаратчиком по следующей форме (табл. 19):

Отклонения от нормального режима. Неполадки.

Из предыдущего ясно, что для нормальной работы контактного аппарата нужен определенный подогрев, нормальный процент аммиака в смеси и равномерное поступление газообразного аммиака в смеситель, что зависит от работы испарителя. Для работы абсорбционной башни нужно иметь нормальную крепость кислоты по холодильникам; выхлопные нитрозные газы должны содержать кислорода не выше 2,5%, окислов 0,15—0,3%. Кроме того для работы абсорбционной башни необходим равномерный выпуск азотной кислоты в хранилища, для чего мастер и в первую очередь кислотный аппаратчик должны непрерывно следить за выпуском кислоты из башни.

Для этого на выходном трубопроводе (рис. 68) из башни установлен кислотный горшок 19, работающий по принципу конденсационного горшка у испарителей. После этого кислотного горшка имеется смотровое стекло, через которое можно видеть выход кислоты из башни.

Кроме того в конце смены башни продуваются, т. е. кислота пускается помимо кислотного горшка, и таким образом скопившаяся кислота на дне башни выпускается в хранилище.

Таблица 19

агрегата № 1

Выхлоп		Анализ кислот			Продукция		Давление	Давление
O ₂	NO + NO ₂	холодильники			°Вé/°	процент HNO ₃	воды	пара
		I	II	III				
1,6	0,16	15,5	—	—	39,20	59,39	11	7
0,8	0,15	—	—	—	39,1/19	59,60	10,5	6
2,2	0,17	15	—	—	39,20	59,40	—	7
2	0,20	—	—	—	38,9/33	59,20	—	7
1,6	0,13	16	—	—	39,1/22	59,75	—	7
2	0,15	—	—	—	36,3/19	60,11	—	7
2,3	0,14	15,5	—	—	39,3/18	60,00	—	8
2	0,13	—	—	—	39,2/20	59,93	—	8

Нормальный подогрев воздуха, поступающего в смеситель, целиком зависит от работы теплообменника, но, так как теплообменник имеет запасную поверхность (т. е. рассчитан на больший подогрев, чем фактический), все зависит только от регулирования подогрева байпасом. Регулирование байпасом должно осуществляться очень осторожно и внимательно, так как в противном случае могут происходить сильные колебания температуры на сетке. Температура аммиака, поступающего в смеситель, не должна быть ниже 60—70°; поэтому нужно следить, особенно зимой, за подогревом трубопровода газообразного аммиака.

Подогрев этой трубы осуществляется паровой трубкой, проложенной рядом с аммиачной линией.

Содержание аммиака в смеси может отклоняться в ту или иную сторону; так например понижение давления аммиака после газификатора и редукционного клапана вызывает понижение процента аммиака в смеси.

Нарушение процента аммиака может быть и по вине аппаратчика из-за неправильного регулирования потока аммиака или воздуха вентилями.

Понижение давления воздуха тоже приводит к повышению процента аммиака, но, как мы увидим ниже, для устранения возможности взрыва воздушноаммиачной смеси в системе устанавливается автоматическое выключение аммиака.

При охлаждении испарителя аммиака из-за недостатка пара или при большом содержании воды в аммиаке жидкий аммиак, попадая из газификатора в трубопровод, может внезапно увеличить процент аммиака в смеси, и даже возможно попадание жидкого аммиака. На этот случай (охлаждение газификатора) имеется автоматическое выключение аммиака.

Были случаи, когда в абсорбционных башнях скапливалась азотная кислота. В этом случае крепость кислоты по холодильникам поднимается снизу вверх, т. е. в кислотных холодильниках в верхней секции (при отборе проб) крепость кислоты может сравняться с крепостью кислоты в нижних секциях. Это и вполне понятно: при закупорке, когда кислота не выходит из башни, азотная кислота в нижней секции укрепилась до такой степени, что не может больше поглощать окислов азота (62—63%), и кислота начинает крепнуть вначале в средних тарелках башни, затем в верхних тарелках четвертой секции и наконец при большом скоплении кислоты в башне капелеобразная кислота

может попадать вместе с окислами в общий коллектор и выхлопную трубу.

Причиной такого явления может быть закупорка кислоты в башне из-за засорения переточных трубок, и поэтому строгое наблюдение за режимом башни, регулярный отбор¹ проб на крепость кислоты по холодильникам и на окислы азота выхлопных газов—единственный способ борьбы с этим явлением.

Повышение процента азота в выхлопных газах зависит от степени поглощения и окисления окислов в башне. Это в свою очередь зависит от охлаждения нитрозных газов в холодильнике-конденсаторе, в газовых и кислотных холодильниках. Поэтому должно быть самое внимательное наблюдение за подачей воды на охлаждение, что особенно важно летом.

Повышение процента кислорода в выхлопных газах зависит от поступления дополнительного воздуха через специальный трубопровод, указанный в схеме, и от попадания воздуха через неплотности в соединении теплообменных трубок в воздушном теплообменнике.

Резкое увеличение процента кислорода выхлопных газов происходит в случае разрыва трубок в теплообменнике. В этом случае агрегат останавливается, и теплообменник или ремонтируется или меняется.

Автоматическое выключение аммиака

Мы знаем, что при повышении содержания аммиака в смеси до 13% может произойти взрыв смеси, что приведет к сплавлению платиновых сеток и к повреждению аппаратуры.

Процент аммиака может увеличиваться при следующих обстоятельствах:

1. При понижении давления воздуха. При понижении давления воздуха уменьшается поступление его в смеситель и тем самым увеличивается процент аммиака.

2. При выключении электроэнергии. В данном случае произойдет остановка компрессоров и внезапное понижение давления воздуха, что тоже приведет к обогащению воздуха аммиаком.

3. При охлаждении испарителя.

¹ Невнимательное наблюдение за работой колонны (несвоевременный отбор проб) может тоже привести к скоплению кислоты в башне и задержке в выпуске кислоты.

Из сказанного ясно, что при установках, работающих под давлением, должно быть автоматическое выключение аммиака во всех подобных случаях.

Приводим одну из таких автоматических систем выключения аммиака (рис. 85).

На линии газообразного аммиака, идущего из испарителя в смеситель, устанавливается так называемый клапан-автомат, имеющий следующее устройство (рис. 86).

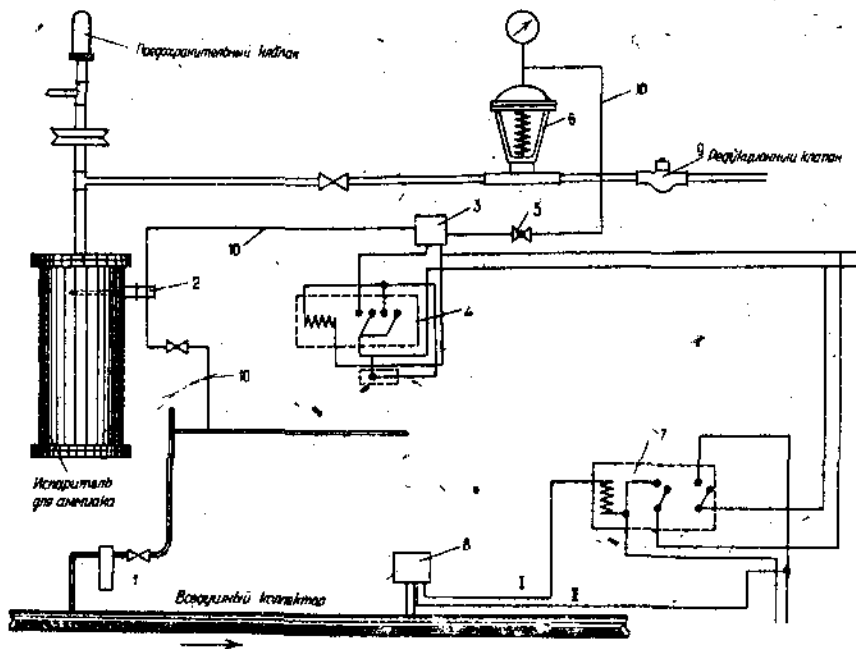


Рис. 85. Схема автоматического выключения аммиака.

1 — воздушный фильтр, 2 — терморегулятор, 3 — соленоидный выключатель, 4 — рубильник, 5 — кран с отверстием для выхода воздуха, 6 — клапан-автомат, 7 — общий рубильник, 8 — воздушный контактор, 9 — редукционный клапан, 10 — воздушная труба.

Автоматический клапан состоит из корпуса 1 с отверстием 7 для клапана 6, стержнем 5 и пружинкой 4. Стержень вверху оканчивается грибом 3. На корпус прикрепляется болтами шарообразная крышка 2 с трубкой для воздуха. Стержень при нажиме сверху на грибовидную головку опускает клапан 6 и открывает доступ аммиака через корпус (на рис. 86 положение клапана закрытое. Пружина растянута).

Давление на стержень производится воздухом, подведенным через трубку в крышке. Между грибовидной головкой и крышкой зажимается резиновый круг 8 во избежание пропуска воздуха. При прекращении давления воздуха пружина 4 выпрямляется и приходит в положение, указанное на рис. 86, и, закрывая отверстие, прекращает доступ аммиака в систему. Воздух поступает по трубке 10 из главного коллектора, на пути проходит через терморегулятор 2 (см. рис. 85).

Терморегулятор устроен следующим образом (рис. 87).

Стальная гильза 1 ввернута в гайку, внутри гильзы имеется латунная гильза 2, внутри которой вставляется стальной стержень 3, оканчивающийся налево фасонной головкой с надетой пружиной 5.

Фасонная головка может плотно закрывать отверстие 7 для прохода воздуха (на рисунке показано положение открытого клапана, пружина отжала стержень 3).

Терморегулятор вставляется в верхнюю часть испарителя.

Назначение терморегулятора — прекратить доступ воздуха по линии на клапан-автомат 6 и тем самым следовательно выключить аммиак из системы.

Работает он следующим образом. При понижении температуры (терморегулятор обыкновенно отрегулирован на температуру 70—80°) в верхней части испарителя гильза 1 сжимается и передвигает стержень 3 влево, головка стержня 6 прикрывает отверстие 7, и доступ воздуха в линию прекращается. Остаточный воздух из трубопровода 10 (рис. 85)

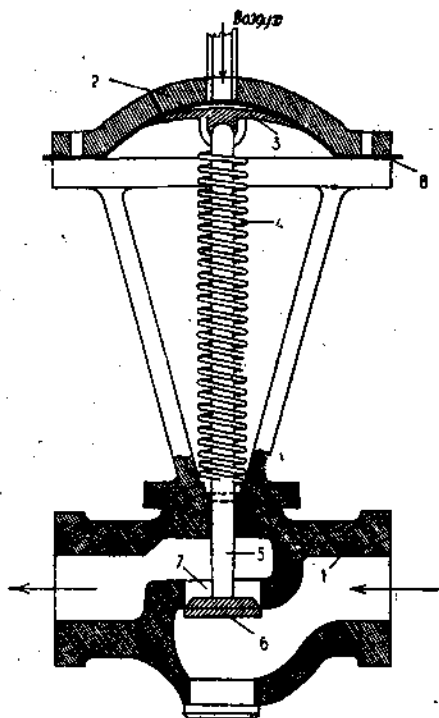


Рис. 86. Клапан-автомат.

1 — корпус, 2 — крышка, 3 — головка стержня, 4 — пружина, 5 — стержень, 6 — клапан, 7 — отверстие для воздуха, 8 — резиновая прокладка.

выйдет через краник с отверстием 5, и автомат 6 закроет поступление аммиака в систему.

При нормальной температуре стержень 3 держится так, как указано на рис. 87. Пружина 5 вдвигает стержень 3 по

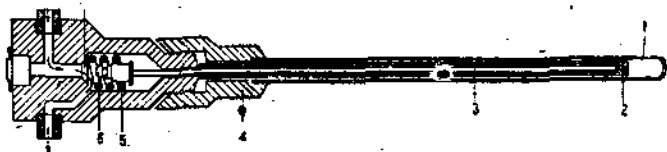


Рис. 87. Терморегулятор.

1 — стальная гильза, 2 — латунная гильза, 3 — стальной стержень, 4 — корпус, 5 — пружина, 6 — головка стержня, 7 — отверстие для воздуха.

мере расширения гильзы 2. Таким образом терморегулятор предохраняет сетки от попадания туда жидкого аммиака в случае понижения температуры в испарителе.

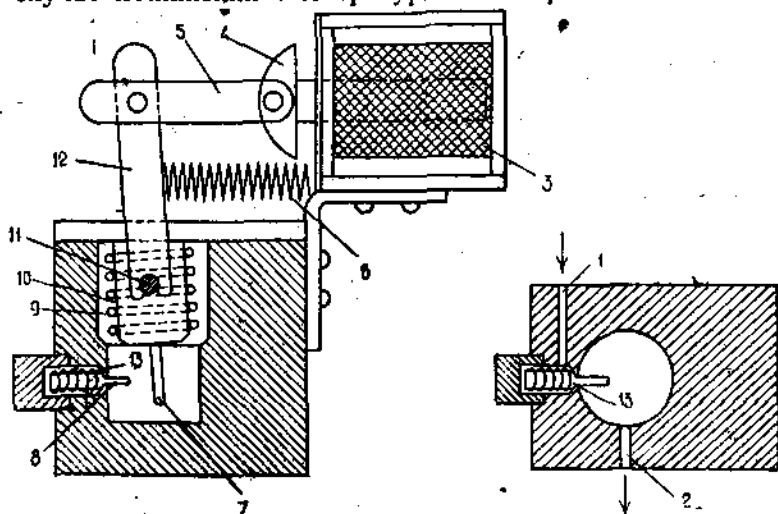


Рис. 88. Соленоидный клапан.

1—2 — отверстие в корпусе для входа и выхода воздуха, 3 — катушка электромагнита, 4 — якорь, 5—12 — система рычагов, 6 — пружина, 7 — стержень стаканчика, 8 — клапан, 9 — пружина, 10 — стаканчик с пружиной, 11 — шарик, 13 — отверстие.

На случай выключения электроэнергии и воздуха установлены соленоидный клапан и воздушный контактор.

Соленоидный клапан (рис. 88) установлен на той же воздушной линии 10. Устройство его следующее.

К соленоидной катушке 3 подводится электрический ток

при помощи соленоидного включателя. При наличии тока катушка намагничивается, якорь 4 притягивается и при помощи шарнирного соединения 5 поворачивает рычаг 12 на шарнире 11. Рычаг 12 вставляется в стакан 10 с пружиной 9 и имеет на конце стерженек 7. Сбоку корпуса вставляется клапан 8 с пружиной, могущей закрывать отверстие 13. Соленоидный клапан включен в линию 10. При поворачивании рычага 12 поворачивается стаканчик 10 со стерженьком на нем 7. Стерженек отжимает клапан 8 обратно в отверстие 13. Путь для воздуха открыт. Следовательно воздух по линии 10 попадает на клапан-автомат 6, — аммиак в систему включен.

При выключении электрического тока катушка соленоида размагничивается, якорь 4 пружиной 6 оттягивается, и вся система рычагов 5, 12, 7 отходит от клапана 8, который при помощи пружинки на нем и закрывает отверстие 13, — воздух перекрыт; таким образом по предыдущему остаточный воздух в трубке 10 выйдет через краник 5 и клапан-автомат 6 — аммиак из системы выключен.

Рассмотрим воздушный контактор (рис. 89).

Воздушный контактор служит для выключения аммиака при падении давления воздуха ниже нормального (ниже 6,9 ат). Работает он следующим образом. В коробке 1 установлена пружина 9. Через трубочку 6 вводится воздух из общего воздушного коллектора. Воздух давит на диафрагму 5 и передает движение на стерженек 8. Стерженек 8 давит на пластинку 4, соединенную наглухо с рычагом 7. Рычаг 7 отводит влево и тянет за собой рычаг 2 и пластинку 3, которая прижимается к контактам I и II, таким образом ток включается в систему. В общую систему ток включается, проходя через общий рубильник 12. На соленоидный клапан 3 ток включается через рубильник 4 для каждой системы (рис. 85).

Таким образом при замыкании контактора соленоидный клапан пропускает воздух в линию 10. Доступ аммиака открыт.

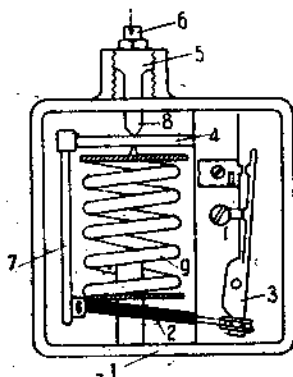


Рис. 89. Воздушный контактор.

1 — коробка, 2 — 7 — 4 — система рычагов, 3 — контактная пластинка, 5 — диафрагма, 6 — трубка для входа воздуха, 8 — стержень, 9 — пружина, I и II — контакты.

Как только давление воздуха упадет ниже 6,9 ат, пружина 9 у воздушного контактора возвращает систему рычагов в положение, указанное на рис. 89, и ток прерывается. Следовательно, соленоидный клапан перекрывает воздух.

Таким образом электрический ток в цепи получается в результате замыкания в воздушном контакторе. Если давление воздуха падает, контактор размыкает цепь.

Воздушный контактор — общий для всех агрегатов. Терморегулятор, соленоидный клапан и клапан-автомат имеются на каждом агрегате.

Выводы:

1. Воздушный контактор размыкает электрический ток в цепи тогда, когда давление падает ниже установленных 6,9 ат; тогда выключается ток на соленоидный клапан, и он перекрывает воздух на клапан-автомат. На всех агрегатах аммиак выключается сразу.

2. При выключении электрического тока по каким-либо причинам работает соленоидный клапан, он перекрывает воздух на автоматические клапаны.

3. Терморегуляторы перекрывают воздух в трубке 10 тогда, когда температура в испарителе ниже допускаемой. Автоматы проверяются 1—2 раза в смену перекрытием воздуха на линию 10. Нормальное время выключения 2—6 сек.

Пуск агрегата

Пуск агрегата после длительной остановки. В первую очередь надо разогреть газификатор. Для этого открывается паровой вентиль на газификатор и регулируют работу конденсационных горшков. Затем пускается жидкий аммиак. При пуске жидкого аммиака на газификатор давление в нем начинает быстро расти. При быстром подъеме давления нужно начинать открывать как можно больше вентиль жидкого аммиака и тем самым предоставить возможность части газообразного аммиака из испарителя войти в линию жидкого аммиака.

Ни в коем случае нельзя при повышении давления в испарителе закрывать вентиль жидкого аммиака, так как закрытый с обоих концов аммиак не будет иметь возможности выхода и развившееся давление повлечет за собой разрыв предохранительных дисков у испарителя.

Особое внимание при пуске нужно обращать на правильную работу конденсационных горшков. Паровой конденсат из змеевика должен своевременно уходить через конденсационные горшки. Проверяется, закрыт ли байпас на

теплообменник, закрыт ли вентиль дополнительного воздуха, аммиачный вентиль на контактный аппарат и др.

Закрывается регулирующий вентиль в конце системы, и открывается вентиль из системы на эжектор; включается ток на автоматическую систему выключения аммиака. Дается вода в водяную рубашку в нижней части конвертора и головку теплообменника. Дается вода на газовые холодильники, холодильники-конденсаторы, кислотные холодильники.

Открывается воздушный регулирующий вентиль 29 (рис. 63) перед контактным аппаратом с таким расчетом, чтобы дифференциальный манометр для главного воздуха на щите управления показывал 2-3 см. Затем отвинчивается пробка на головке конвертора, и уже после этого пускается пар на эжектор и создается в системе небольшое разрежение. Открывается регулирующий вентиль 28 для аммиака, для того чтобы создать смесь с 9—10% аммиака (это делается по показанию дифференциального манометра для аммиака). Вводят в отверстие для зажигания трубку с водородным пламенем (водород поступает по резиновому шлангу из баллона с водородом). Наблюдают через смотровое стекло раскаливание сеток. При раскаливании сеток нужно избегать соприкосновения трубки с сетками.

Когда сетки будут достаточно раскалены (в этом случае остается на сетке темнокрасное пятно), трубка с водородным пламенем отнимается, и отверстие завинчивается пробкой, предварительно смазанной глетом.

Постепенно прибавляют поток воздуха и аммиака, доводят до нормальной нагрузки и убавляют пар на эжектор. При достижении подогрева смеси до 120—130° пар на эжектор следует закрыть совсем.

При температуре подогрева 200—210° закрывается вентиль из системы на эжектор, давление в системе повышается, и, когда оно будет в начале системы 5—5,5 ат (показание манометра на щите), начинают открывать регулирующий вентиль в конце системы. Таким образом устанавливается нормальное давление в системе (в начале системы 6,8—6,9, в конце 4,5—5,5 ат). Дается вода на башню (дистиллированная из бачков). При достижении нормального подогрева смеси 280—290° необходимо открывать байпас и регулировать температуру подогрева. В случае пуска всего цеха вначале пускается в ход компрессор для воздуха, затем включается воздушный контактор для автоматической системы аммиака. Перед тем как пускать в ход установку, необходимо проверить давление аммиака в весовых

танках. Оно должно быть не выше 10,5—11 ат. После этого уже открывается доступ жидкого аммиака на систему. Пускаются насосы для подачи воды на башни. Если пуск агрегата происходил вновь или после длительного капитального ремонта, то башни продукции не дают до тех пор, пока кислота по секциям не укрепится.

Тарелки заполняются водой перед пуском, и таким образом до закрепления кислоты по секциям доступ воды в башню закрыт.

Пуск агрегата после кратковременной остановки. Если агрегат остановлен на короткий срок (15—20 мин.) из-за выключения электроэнергии и т. п., то разжигание сеток водородом может и не понадобиться. Нужно сделать попытку разжечь аппарат без водорода, дав в него достаточное количество газообразного аммиака.

Если же сетки уже охладились, то пуск производится в обычном порядке. Продолжительность пуска 15—20 мин.

Остановка агрегата

Плановая остановка на ремонт производится в следующем порядке:

- 1) закрывается аммиачный регулирующий вентиль для подачи аммиака в смеситель;
- 2) закрывается подача воды в башню абсорбции;
- 3) прикрывается регулирующий воздушный вентиль перед теплообменником до $\frac{1}{6}$ — $\frac{1}{4}$ полной производительности и закрывается дополнительный воздух;
- 4) выдувается кислота из башни.

Когда кислота выжата из башни, открывается полностью регулирующий вентиль давления в конце системы. Вместе с падением давления в башне постепенно прикрывается и вентиль, регулирующий подачу воздуха. Нужно следить, чтобы давление в конце системы всегда было ниже давления в начале системы, так как возможно попадание кислоты из башни в линию дополнительного воздуха, а оттуда в железные трубопроводы. Проработав на слабом потоке 20—30 мин., воздушный вентиль перед аппаратом закрывают совсем. После этого можно производить ремонт агрегата.

При остановке всего цеха порядок тот же самый, только в последнюю очередь устанавливаются компрессоры.

При остановке агрегата на длительный капитальный ремонт система некоторое время работает при закрытой на башне воде (до закрепления кислоты в верхней секции до 50—55%). Это нужно для удаления хлора, могущего по-

пасть в башню вместе с воздухом. Затем производится длительная работа (4—5 час.) на воздухе. Вода в башню подается до тех пор, пока кислота в башне не ослабеет до 5—6% в нижней секции. Кислота из башни непрерывно выдувается. Эта операция носит название промывки башни.

Остановка аварийная и вынужденная может быть по следующим причинам:

1. Выключение электроэнергии (остановка компрессоров). В этом случае в первую очередь закрывается аммиачный вентиль (автоматический клапан должен в свою очередь выключить аммиак) и открывается доотказа регулирующий вентиль в конце системы. Можно открыть и обходный вентиль на эжектор и пустить пар. Таким образом снижается давление в системе. Нужно следить за тем, чтобы давление в начале системы было всегда выше давления в конце системы. Вентиль на дополнительном воздухе закрывается одновременно с аммиачным вентилем. Закрывается вода в абсорбционную башню.

2. Прекращение подачи воды. В этом случае немедленно останавливается весь цех в таком же порядке, как и при выключении электроэнергии.

Вынужденная остановка может быть вызвана и рядом других причин (прекращение подачи пара, пропуск в воздушных линиях, авария с компрессорами и т. д.).

Предупредительный ремонт

Так как вся аппаратура в установке находится под давлением, то малейшие пропуски в трубопроводах, в прокладках, заклепках и т. д. приводят к большим потерям. Поэтому необходимо своевременно предупреждать эти явления и ремонтировать аппаратуру установки.

Во время остановки одного агрегата на ремонт меняются прокладки на газовых и кислотных линиях (в случае пропуска газа), разбирается контактный аппарат, промывается смеситель и головка конвертора, меняются платиновые сетки, меняются фильтры для воздуха, меняется асбестовое волокно в верхней части аммиачного фильтра; если необходимо, то производится ремонт или смена теплообменника, ремонтируется холодильник-конденсатор; осматривается обратный клапан на линии дополнительного воздуха, и если нужно, то он заменяется новым и проводятся другие мелкие работы.

Следует обратить особое внимание на разборку и сборку контактного аппарата: когда аппарат охладится

(после 10—15 мин. остановки), разбалчиваются соединения головки с корпусом аппарата, после чего снимается таями головка конвертора; снимаются платиновые сетки, никелевая решетка и колосники; снимается предохранительная никелевая сетка между головкой и смесителем; разбирается вниз и снимается смесительная труба. Головка конвертора и смеситель хорошо протираются марлей и промываются уксусом или спиртом для удаления металлической пыли со стенок.

Платиновые сетки взвешиваются, и если они давали плохие выходы, т. е. слишком сильно расходовались, то промываются, а вместо них готовится новый комплект сеток. Если сетки работали хорошо, то снимаются только верхние 2—3 сетки и вместо них подкладываются вниз 2—3 сетки новых. Сборка аппарата производится в обратном порядке. Устанавливается смеситель, укладываются колосники и решетка, затем укладываются платиновые сетки на специально вырубленных по форме прокладках. На корпусе конвертора укладывается прографиченная прокладка, вырезанная по форме, и осторожно устанавливается головка конвертора, чтобы не сдвинуть сетки. Забалчивание производится одновременно двумя болтами по диагонали конвертора во избежание перекоса и сдвига сеток. После соединения головки с корпусом между смесителем и головкой вкладывается никелевая решетка, и на прокладке соединяют смеситель с головкой конвертора. Для проверки плотности соединений агрегата он прессируется воздухом (дается воздух, места соединения смазываются раствором мыла). Там, где есть пропуски, соединения подтягивают. После прессовки аппарат готов к пуску.

При остановке всего цеха производят ремонт воздушно-аммиачных и кислотных линий, связанных с общей установкой. Промываются и очищаются от масла последовательные холодильники после компрессоров, очищаются ресиверы от масла и т. д. Компрессоры должны регулярно осматриваться и проверяться. Особенное внимание должно быть обращено на состояние цилиндров компрессоров и чистоту засасываемого воздуха.

Установка системы Фаузера

В установке Фаузера (рис. 90) в отличие от установки Дюпон контактное окислительное отделение работает без давления и сжимаются уже нитрозные газы.

Воздух и аммиак нагнетаются в систему через фильтр

1—2 в смеситель 3. В смесительной камере воздух и аммиак перемешиваются (11% NH_3) и направляются в контактный аппарат 4.

Нитрозные газы из контактного аппарата идут в паровой котел, где происходит частичное охлаждение их и получение

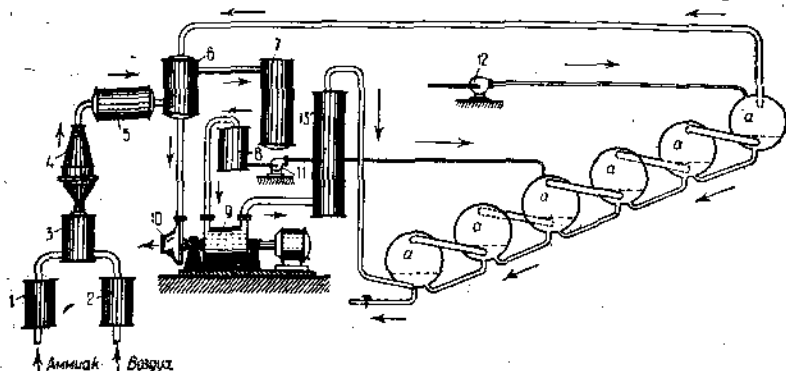


Рис. 90. Схема производства азотной кислоты по Фаузеру.

1—2 — фильтры, 3 — смеситель, 4 — контактный аппарат, 5 — паровой котел, 6 — теплообменник, 7 — конденсатор, 8 — сепаратор, 9 — компрессор, 10 — турбина, 11—12 — насосы, 13 — окислительная башня, а — абсорберы.

за этот счет пара в котле. Из котла газ попадает в теплообменник 5; в нем тепло газа передается отходящим нитрозным газам из абсорбционной системы. Из теплообменника газы поступают в холодильник-конденсатор 7, где конденсируется реакционная вода и образуется слабая HNO_3 , которая насосом 11 из сепаратора 8 подается в абсорбер а.

После сепаратора газы попадают в компрессор 9, сделанный из кислотоупорной стали, сжимаются до 2,5—3 ат и направляются сперва в окислительную башню 13, служащую для окисления NO в NO_2 , перед поглощением, а затем направляются в горизонтальные абсорберы-цилиндры а.

Абсорбер а представлен на рис. 91. В цилиндр 1, сделанный из кислотоупорной стали, по трубе 2 вводится нитроз-

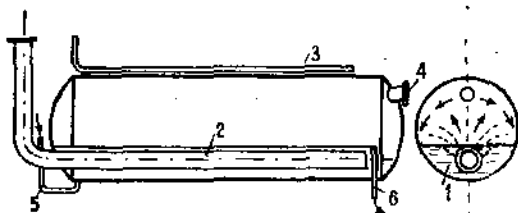


Рис. 91. Абсорбер.

1 — цилиндр, 2 — труба для подвода нитрозных газов, 3 — труба орошения абсорбера снаружи водой, 4 — штуцер для выхода газа, 5 — труба для входа кислоты, 6 — труба для выхода кислоты.

ный газ. Нитрозный газ, выходя из небольших отверстий в трубе 2, барботирует через слой кислоты. Часть двуокиси и четырехокиси азота поглощается, а непоглощенные газы идут через штуцер 4 в следующий абсорбер. Абсорберы для улучшения окисления и поглощения орошаются снаружи водой. Размеры абсорбера — в зависимости от мощности установки (3—3,5 м в диаметре и 10—12 м длины). Пройдя через все абсорберы (см. рис. 90), непоглотившиеся газы направляются через теплообменник 6 в турбину 10 для использования энергии сжатия.

Вода подается в последний абсорбер насосом 12.

Концентрация полученной кислоты 60—62%. Процент контактирования 92—93, процент выхода по абсорбции 95—98.

К недостаткам системы Фаузера следует отнести недостаточно удачную конструкцию абсорберов, тем более что это подтверждается отказом Фаузера в последнее время от абсорберов такого типа. Он переходит к абсорберам типа Дюпон с некоторыми изменениями. В этой новой колонне стенки также охлаждаются водой, отсутствуют холодильники, и вся масса кислоты находится у стенок колонны.

Кислотоупорный компрессор к недостаткам системы отнести уже нельзя, так как такие компрессоры работают в течение 2—3 лет без всяких перебоев и производство их можно считать технически вполне освоенным.

Сравнение систем производства азотной кислоты

В современной азотнокислотной промышленности мы имеем в основном три типа установок: 1) установка, где окисление и абсорбция идут без давления (Фришер, Уде и пр.); 2) установки, где абсорбция идет под давлением, а окисление без давления (Фаузер); 3) установки, где абсорбция и окисление идут под давлением (Дюпон).

Разберем преимущества и недостатки всех этих систем.

Установка без давления

Мы описывали в данной книге установку Уде башенного типа с окислительными аппаратами типа Бамаг и установку Фришера с окислительными аппаратами того же типа.

Основными недостатками систем без давления являются:

1. Сравнительно низкие выходы при окислении NH_3 в NO благодаря тому, что работа идет без предварительного подогрева воздушно-аммиачной смеси. При работе же с подогревом выхода можно довести до 96—97%.

2. Громоздкость окислительного отделения и абсорбции.
3. Наличие системы орошения башен с большим количеством насосов. Это затрудняет управление процессом и увеличивает штаты обслуживающего персонала.

4. Увеличение расходов на текущие ремонты.

5. Недостаточная концентрация получаемой азотной кислоты (50—52%), что увеличивает расходы на дальнейшую концентрацию азотной кислоты.

К преимуществам следует отнести:

1. Малый расходный коэффициент по платине (0,035—0,1 л на 1 т HNO_3).

2. Возможность получения больших выходов при окислении при применении предварительного подогрева.

Установки, где абсорбция — под давлением, а окисление — без давления (Фаузер)

Отделение окисления ничем не отличается от системы Бамаг. При работе с предварительным подогревом выхода 96—97%, без подогрева 91—92%.

Преимуществом ведения процесса абсорбции под давлением являются:

1. Уменьшение объема абсорбционной и окислительной установки в 3—4 раза при давлении 2—3 ат по сравнению с установками при атмосферном давлении.

2. Отсутствие системы насосов для орошения всех абсорберов и вообще малое количество насосов.

3. Увеличение выходов по абсорбции и снижение в связи с этим расходных коэффициентов.

4. Получение сравнительно концентрированной кислоты (60—62%-ной).

К недостаткам следует отнести:

1. Неудовлетворительную конструкцию абсорбционной системы.

2. Необходимость применения дорогостоящей кислотоупорной аппаратуры.

3. Увеличенный расход электроэнергии.

Установки под давлением (Дюпон)

Окисление и абсорбция идут под давлением 6—5 ат.

Преимущества этой системы:

1. Простота установки и легкость обслуживания (отсутствие кислотных насосов).

2. Высокий процент выхода по абсорбции.
3. Повышенная концентрация HNO_3 (60—62%).

Недостатки данной установки:

1. Несколько пониженный процент контактирования (95—96% вместо 96—98% при тех же условиях без давления).
2. Увеличенный расход платины — вместо 0,1 г без давления до 0,35—0,5 г.
3. Повышенный расход электроэнергии.

Из вышеописанного можно сделать следующие выводы.

Установки, где окисление без давления и с предварительным подогревом, выгоднее вследствие 1) несколько повышенного процента выхода при контактировании, 2) снижения расхода платины.

Абсорбция под давлением имеет все преимущества перед абсорбцией без давления.

С другой стороны, ведение процесса окисления и абсорбции под давлением имеет свои преимущества, которых нет у второго рода установки. Это — простота и легкость управления. До сих пор большим распространением пользуется установка фирмы Дюпон. В настоящее время имеется стремление к ведению процесса окисления без давления путем внесения некоторых изменений. В США уже строятся такие установки, где абсорбционные башни напоминают тип Дюпона.

Таким образом очевидно все будущее за комбинированным способом — окисление без давления, абсорбция под давлением.

Установка для получения концентрированной азотной кислоты

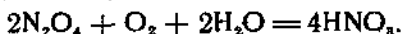
В последнее время за границей успешно работают установки по получению непосредственно концентрированной HNO_3 из аммиака. Известны установки Фаузера и фирмы Бамаг.

Сущность работы таких установок заключается в следующем.

Нитрозные газы из контактного аппарата направляются в холодильник-конденсатор. При очень быстром охлаждении окислов азота NO не успевает окислиться в NO_2 и в связи с этим в холодильнике образуется очень слабая (1—2%-ная) HNO_3 . Таким образом из газов выводится реакционная вода. Для увеличения концентрации NO практикуют сжигание смеси с кислородом с добавкой водяного пара.

Нитрозные газы после холодильника сжимаются турбокомпрессором до 8—9 ат и направляются в башню для окисления NO в NO₂ и N₂O₄, а затем в колонну для сжигания N₂O₄. Охлаждение производится испаряющимся жидким аммиаком или незамерзающей охлаждающей смесью до —10°.

Около 80% всей N₂O₄ переходит в жидкое состояние. Смесь разбавленной азотной кислоты и жидкой N₂O₄ направляется в автоклав. В автоклаве нагнетается кислород под давлением 50 ат. Температура в автоклаве 70—80°. Между кислородом, водой и жидким N₂O₄ в автоклаве протекает следующая реакция:



Таким образом можно получить 98—99%-ную HNO₃. Установкам такого типа принадлежит большое будущее.

Контрольные вопросы

1. Почему смеситель и головка контактного аппарата сделаны из никеля?
2. Зачем применяется охлаждение нижней части конвертора?
3. Для чего отделяется воздух от масла?
4. Можно ли работать без последовательных холодильников?
5. Почему в зимнее время воздух из трубы рессивера, служащей для продувки от масла, идет непрерывно?
6. Почему лопаются теплообменные трубки в воздушном теплообменнике?
7. Почему в весовом танке не должно быть аммиака меньше 300 кг?
8. Зачем газообразный аммиак в газификаторе перегревается до 70°?
9. Зачем нужны конденсационные горшки после испарителя?
10. Что будет, если азотная кислота будет скапливаться в абсорбционной башне?
11. Почему слабая азотная кислота, получающаяся в установке Дюпон, иногда содержит много окислов азота?
12. От чего зависит процент кислорода и окислов азота в выхлопных газах?
13. Почему при пуске жидкого аммиака в испаритель начинает быстро расти давление?
14. Основное отличие установки Фаузера от установки Дюпона?
15. Почему выгодно вести окисление без давления, абсорбцию под давлением?
16. Какой принцип получения концентрированной кислоты из аммиака?

Полученная вышеописанным способом азотная кислота имеет концентрацию 50—53%. Область применения такой кислоты довольно ограничена. Она может быть применена для следующих целей:

1) При производстве азотнокислых солей, идущих на удобрение и военную промышленность (аммиачная селитра NH_4NO_3 ; KNO_3 ; NaNO_3);

2) для азотнокислых солей; азотнокислой меди $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$; азотнокислого свинца $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$; норвежской селитры $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$; азотнокислого железа $\text{Fe}_2(\text{NO}_3)_6$;

3) в текстильной промышленности;

4) как окислитель при производстве серной кислоты башенным и камерным способами.

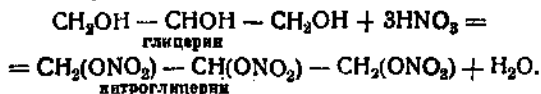
Значительная же часть слабой азотной кислоты поступает на дальнейшую переработку ее в концентрированную 95—98%-ную азотную кислоту.

Применение концентрированной азотной кислоты

Концентрированная азотная кислота находит свое применение главным образом для целей нитрации в производстве взрывчатых веществ, производстве красителей и др.

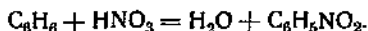
В некоторых органических соединениях (главным образом углеводородах, спиртах) один или несколько атомов водорода могут быть заменены так называемой группой нитро NO_2 . Такие соединения называются нитросоединениями. Процесс их получения называется нитрацией. Процесс нитрации производится исключительно крепкой азотной кислотой в смеси с серной. Такая смесь носит название нитрационной смеси. Серная кислота в таких процессах служит для связывания (поглощения) воды, выделяющейся в результате реакции.

Так, при действии нитрационной смеси на глицерин при охлаждении получается нитроглицерин. Реакция протекает следующая:

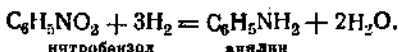


Выделяющаяся вода поглощается серной кислотой. Чистый нитроглицерин представляет собой бесцветную жидкость с удельным весом 1,6, хорошо растворимую в спирте. Он является в высшей степени взрывчатым веществом. Если пропитать нитроглицерином пористое вещество (инфузорная земля), то получается так называемый динамит. Динамит применяется для различного рода подрывных работ в мирное время. Он более безопасен при хранении и удобен к применению, чем простой нитроглицерин.

При действии нитрационной смеси на органическое соединение бензол (продукт перегонки каменного угля и нефти) происходит превращение бензола в нитробензол:



Нитробензол при действии водорода переходит в так называемый анилин:



Анилин в громадных количествах идет для приготовления различного рода медикаментов, ароматических веществ и главным образом для анилиновых красителей.

При действии нитрационной смеси на толуол (тоже продукт перегонки каменного угля) получается тринитротолуол, который носит название тротила и является взрывчатым веществом.

Перегонка азотной кислоты

В отличие от кислот серной, фосфорной и др. азотную кислоту нельзя сконцентрировать простым упариванием.

Возьмем слабую 50%-ную азотную кислоту, полученную каким-либо способом. Нальем ее в колбу и будем кипятить. Она закипит при температуре 116,8°. Пары будем сгущать в холодильнике, и там мы получим сперва кислоту с содержанием 21—22% HNO_3 . При дальнейшем кипячении кислоты в колбе будет укрепляться, и когда процент HNO_3 в кислоте в колбе достигнет 68,4, тогда и процент азотной кислоты в парах в холодильнике будет 68,4. И дальше, сколько бы мы ни кипятили, все равно нам не удастся получить кислоту, крепче 68,4%.

Если в колбу нальем 95%-ную азотную кислоту, то такая кислота закипит при температуре 84°. В холодильнике сперва будет сгущаться кислота процентного содержания 99—100%. Температура кипения будет повышаться, и, когда температура кипения достигнет 121,9°, состав кислоты в колбе и в холодильнике будет одинаков — 68,4%.

Таким образом простой перегонкой мы не можем получить азотной кислоты крепостью выше 68,4%; тем не менее

имеются установки для предварительной концентрации слабой 30—40%-ной азотной кислоты, где доводят кислоту до 55—65%. В данном случае в целях уменьшения расходов на дальнейшую концентрацию это выгодно.

Перегонка азотной кислоты с купоросным маслом. Для того чтобы получить кислоту крепостью выше 68,4%, необходимо применить водоотнимающее средство; таким водоотнимающим средством может быть фосфорная кислота, мышьяковая кислота, серная кислота и др.

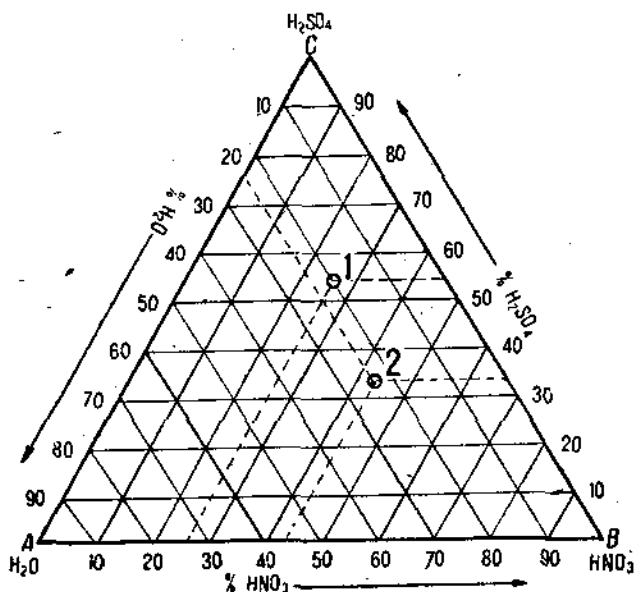


Рис. 92. Диаграмма концентрации.

Если мы теперь прильем в колбу (см. стр 185) купоросного масла и станем кипятить жидкость колбы, то в холодильнике получим 90—95%-ную азотную кислоту. Купоросное масло поглощает воду из азотной кислоты.

В технике в качестве водоотнимающего средства пользуются серной кислотой (купоросное масло), так как серная кислота недорога и производство ее налажено.

Для того чтобы уяснить себе точно влияние серной кислоты на крепость полученной азотной кислоты, рассмотрим так называемую треугольную диаграмму. Возьмем равносторонний треугольник ABC (рис. 92).

Каждая сторона разделена на 100 равных частей (процентов). Вершины треугольника соответствуют 100%-ному чистому веществу. Если вершина А соответствует чистой воде, вершина В чистой азотной кислоте и вершина С чистой серной кислоте, то мы можем найти по точке, взятой внутри треугольника, состав смеси, соответствующей этой точке.

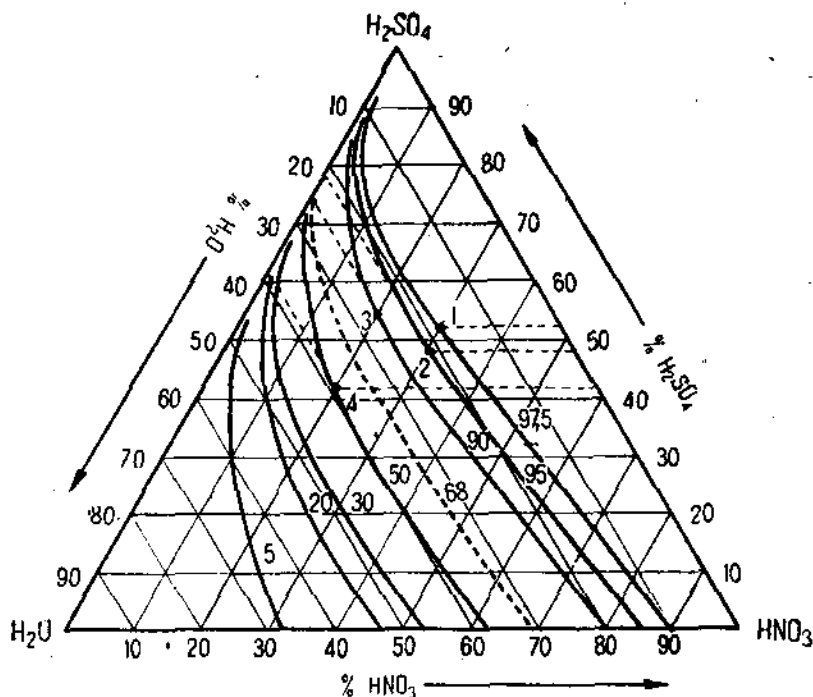


Рис. 93. Треугольная диаграмма Диббса.

Возьмем точку 1; проведем линию, параллельную основанию АВ; получим на пересечении этой линии со стороны ВС процент серной кислоты — 54. Линия, параллельная стороне АС, в пересечении со стороной АВ даст процент азотной кислоты — 26. Линия, параллельная СВ, даст 20% воды, следовательно данные точки соответствуют смеси состава:

H_2SO_4 , 54%; HNO_3 , 26%; H_2O 20%.

То же самое можно найти и для точек 2, 3 и т. д. Если в этом треугольнике мы изобразим результат наших опы-

тов со смесями (перегонка в колбе) кривыми, то можем всегда найти для каждой точки кривой состав смеси. На рис. 93 изображены эти кривые.

Взяв какую-либо точку на одной из кривой, мы по предыдущему уже найдем необходимый состав смеси для получения кислоты нужной нам крепости.

Возьмем на кривой соответствующие 97,5, 95, 90 и 50%-ной азотной кислоте точки 1, 2, 3, 4. Определим составы смесей, отвечающие этим точкам, они будут:

1) HNO_3 30%	2) HNO_3 30%	3) HNO_3 20%	4) HNO_3 20%
H_2SO_4 52%	H_2SO_4 48%	H_2SO_4 55%	H_2SO_4 42%
H_2O 18%	H_2O 22%	H_2O 25%	H_2O 38%

Отсюда видно, что для получения кислоты крепости не ниже 95% необходимо иметь смесь приблизительно состава 1 или 2, т. е. процент воды не должен быть выше 18—22. Практически в производстве и получается смесь такого состава. Следовательно сырьем для производства крепкой HNO_3 будет слабая азотная кислота и купоросное масло. Производство слабой азотной кислоты мы уже знаем. Рассмотрим производство купоросного масла.

Производство купоросного масла

«Купоросное масло есть высокопроцентная серная кислота; по общесоюзному стандарту (ОСТ) купоросное масло должно содержать 92—93% серной кислоты. Удельный вес 1,828—1,833. Железа не более 0,60%, мышьяка не более 0,20%, твердого остатка не более 0,2%. Купоросное масло получают обыкновенно упариванием серной кислоты (отработанной после концентрации, башенной и камерной кислоты). Содержание серной кислоты до упарки от 60 до 77%. В настоящее время для упаривания пользуются главным образом аппаратами Кесслера и аппаратами Хемико. У нас в СССР имеются те и другие.

Аппарат Кесслера. Аппарат Кесслера состоит из двух частей: топки, где производится сжигание топлива (обыкновенно мазута), и собственно аппарата.

Аппарат состоит из рекуператора и сатуратора, как показано на рис. 94. Обычно рекуператор состоит из 5—7 полок; на каждой полке имеется 24—30 фарфоровых колпачков, называемых каллотами, которые установлены на суппортах (овальное отверстие с бортиками). Сатуратор представляет собой дно аппарата, перекрытое сверху пе-

регородками, не доходящими до уровня кислоты. Весь аппарат сделан из кислотоупорного камня (андезит), отдельные камни соединены между собой андезитовой замазкой. Аппарат опаян 10-мм свинцом и стянут железным каркасом.

Горячие топочные газы 800—850° из топки поступают в сатуратор, встречаются с укрепленной серной кислотой,

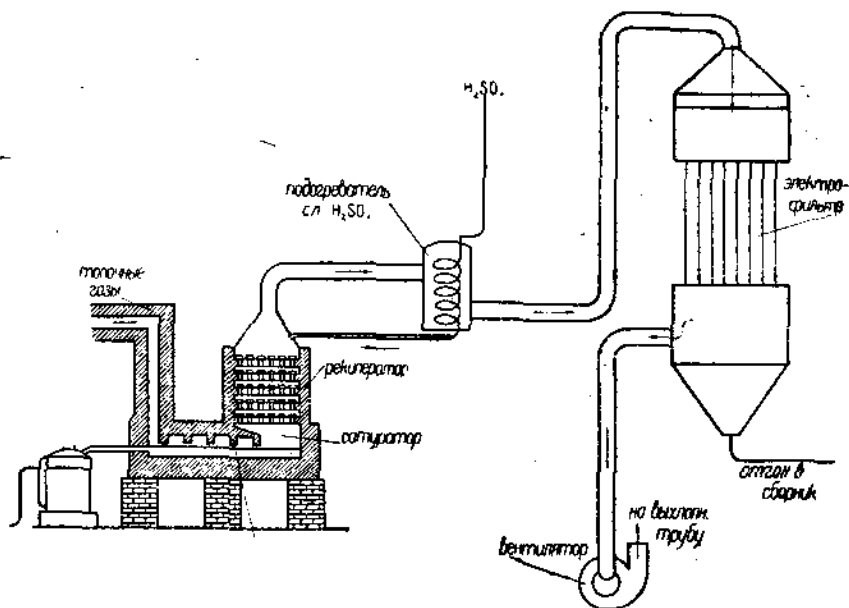


Рис. 94. Аппарат Кесслера.

где и происходит упаривание серной кислоты до 92—93%. Упарка кислоты выше 93% нежелательна, так как свинец аппаратуры такой кислотой будет разъедаться.

Горячие газы из сатуратора поступают в рекуператор, где пробукливают через слой кислоты на полках. На верхнюю полку поступает слабая серная кислота. Температура наверху аппарата 130—140°. Купоросное масло из сатуратора стекает в холодильник, где охлаждается до 10—15°, откуда и поступает в хранилища. Газы из аппарата с парами воды и серной кислоты поступают вначале в подогреватель для подогрева слабой серной кислоты, а затем или в элек-

трофилтры или в конденсатор (ящик, оцинкованный и насаженный коксом); здесь происходит в первом случае электрическое осаждение серной кислоты в виде капель, во втором случае конденсация паров воды и серной кислоты. Получается так называемый отгон серной кислоты в 35—45%. Газы из электрофилтра или конденсатора засасываются вентилятором, который создает тягу в системе, и выбрасываются через трубу в атмосферу. Количество отгона составляет по отношению к купоросному маслу 10—15%, потеря в атмосферу 4—6%.

Крепость кислоты, поступающей на упарку, должна быть 63—75%.

Примечание. Кислота не должна содержать азотной кислоты.

Крепость купоросного масла	92 — 93%
Разрежение сверху рекуператора	60 — 70 мм
Температура масла, поступающего из аппарата в холодильник	290°
Расход мазута	55 — 65 кг на 1 т купоросного масла

Производительность аппарата Кесслера от 12 до 18 т в сутки.

Аппарат Хемико. Аппарат Хемико значительно проще, чем аппарат Кесслера. В отличие от последнего он работает под давлением. Аппарат, или, как его еще называют, концентратор, Хемико состоит из железного цилиндрического барабана длиной от 8 до 12 м (в зависимости от производительности) (рис. 95).

Барабан разделен внутри перегородкой на три камеры: I, II, III. Камера III есть топка, где в механической форсунке сжигается топливо. Топка может быть и выносной, т. е. отдельно от аппарата. Топка выложена огнеупорным кирпичом. Камеры I и II кислотные. Концентрический барабан в кислотных камерах опаян в начале свинцом, а затем выложен тройным слоем кислотоупорного кирпича толщиной до 300 мм. Камеры I и II снабжены переточными трубками 4 и 6. Уровень кислоты в первой камере выше, чем во второй. Работа аппарата происходит следующим образом.

Горячие топочные газы в 800—850° благодаря давлению, создаваемому вентилятором 1, поступают через трубу 5 в камеру II. Труба опущена в кислоту на 200—250 мм. Таким образом горячие газы пробулькивают через слой кислоты и упаривают ее. Концентрированная кислота выходит в холодильник 2, а затем в сборник 3. Газы из камеры II переходят под давлением в камеру I через трубу 6, туда же

поступает слабая кислота. Труба опущена в кислоту на 150—200 мм. Кислота из камеры I переходит по трубе 4 в камеру II. Отходящие газы направляются в электрофильтр для улавливания серной кислоты.

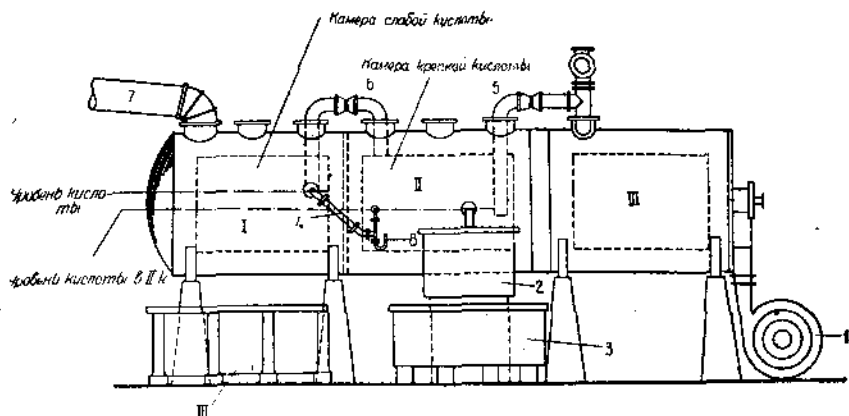


Рис. 95. Аппарат Хемико.

I — камера слабой кислоты, II — камера крепкой кислоты, III — топка, 1 — воздухопроводка, 2 — холодильник для купоросного масла, 3 — сборник для купоросного масла, 4 — переточная трубка из I-й камеры во II-ую камеру, 5 — труба для входящих топочных газов, 6 — труба для горячих топочных газов из II-ой камеры в камеру I-ую, 7 — труба для выходящих газов, 8 — труба для продувки.

Крепость поступающей кислоты	63 — 70%
Крепость купоросного масла	93 — 94%
Температура в топке	850°
Температура газов из аппарата	130 — 140°
Давление в топке	760 мм
Давление в камере II	500 мм
Давление в камере I	50 мм
Производительность купоросного масла в сутки	55—60 т
Расход мазута на 1 т купоросного масла	60—70 кг

Способы концентрации азотной кислоты с купоросным маслом

Концентрация азотной кислоты с купоросным маслом обыкновенно производится в колоннах, сделанных из кислотоупорного сплава. Мы опишем типичную установку концентрации азотной кислоты в колонне типа Паулинга с вводом пара непосредственно в колонну без наружного его обогрева. Схема работы установки такова.

Схема установки концентрации. Купоросное масло крепостью 90—93% из хранилища (освинцованные деревянные

кой 27, называемой воздушником. При помощи воздушника удаляются воздушные пробки из сифона, могущие создавать закупорки, затрудняющие доступ малса в колонны.

Слабая азотная кислота из бака 4 по трубопроводу, сделанному из кислотоупорной стали, поступает в мерник 5. Из мерника через сифон 6 попадает в третье звено колонны. Сифон 6 снабжен также воздушником 26.

При помощи мерников 2 и 5 регулируют поступление кислот в колонну. Пар поступает в днище колонны по паропроводу, причем поступление пара регулируют вентилем 15.

Газы из колонны (пары азотной кислоты, окислы азота, азот и кислород) поступают в газовый холодильник 8, орошаемый водой. В холодильнике происходит конденсация паров азотной кислоты, частично паров воды, и образующаяся крепкая азотная кислота через трубопровод 11 стекает в кислотный холодильник 12, где охлаждается до 15—20°.

Из кислотного холодильника 12 крепкая азотная кислота (95—97%-ная) попадает в общий коллектор крепкой азотной кислоты и оттуда направляется в хранилище. После кислотного холодильника перед коллектором крепкой азотной кислоты имеется вентиль 25 для выключения агрегата и кран 14 для отбора проб и замера крепости кислоты. На некоторых заводах в этом месте устанавливается стеклянный фонарь с плавающим внутри его ареометром. Капелеобразная азотная кислота, окислы азота, азот и кислород из газового холодильника поступают вниз абсорбционной башни 9 по газоходу 22. Абсорбционная башня керамиковая, составлена из отдельных звеньев и снабжена насадкой (кольца Рашига, керамиковый бой и т. д.). Абсорбционная башня сверху через распылитель, представляющий собой трубу с отверстиями, орошается слабой азотной кислотой. В башню непрерывно подается вода. Вода и слабая азотная кислота поглощают идущие им навстречу газы из газового холодильника, стекают в днище башни и через сифон 23 попадают в керамиковый горшок 24. Из керамикового горшка центробежным насосом кислота вновь подается наверх башни, таким образом осуществляется циркуляция кислоты в башне.

По закреплении кислоты до 25—20% ее откачивают из керамикового горшка в хранилище, как слабую азотную кислоту.

Устье абсорбционной башни установлен эжектор, или вакууматор, который создает тягу в системе, так что во

всех точках имеется вакуум. На абсорбционной башне вакуум достигает до 40 мм. Газы после газового холодильника могут подаваться вентилятором прямо в абсорбционную башню установки для получения слабой азотной кислоты, что и делается на некоторых заводах.

Отработанная серная кислота из колонны выходит по сифону 16 в свинцовый холодильник, попадая вниз его через специальный стояк в холодильнике; таким образом горячая серная кислота не соприкасается со свинцовыми стенками. Из свинцового холодильника отработанная серная кислота с температурой 30—40° направляется в сборник, откуда и подается на упарку в аппараты Кесслера или Хемико.

Аппаратура

Колонны. Колонна для концентрации азотной кислоты представляет собой центральный аппарат всей установки;

в ней происходит испарение подаваемой туда слабой кислоты и освобождение ее от воды. Вода поглощается купоросным маслом, и последнее по мере продвижения вниз разбавляется и в виде отработанной серной кислоты выходит из низа колонн.

Форма колонны цилиндрическая, высота 5,5—6 м. Состоит из 16 отдельных звеньев, крышки и дна. Диаметр колонны 850 мм.

Толщина стенки звена 50 мм. Материал колонны — ферросилиций (сплав кремния и железа; кремния 14—

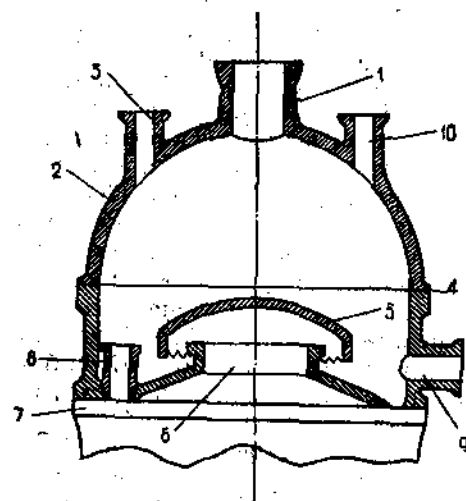


Рис. 97. Крышка и звено колонны.

1 — штуцер для выхода паров кислоты, 2 — крышка, 3 — штуцер для вакуумметра, 4 — прокладка, 5 — барометрический козлак, 6 — отверстие для входа паров, 7 — прокладка, 8 — перегородочная трубка, 9 — штуцер для входа кислоты, 10 — штуцер для термометра.

18%). Сплав этот хрупок и ломок, почему необходимо при работе с ним соблюдать тщательную осторожность; кроме того он не выдерживает резкого изменения температур (ло-

пается). Ферросилиций поддается обработке только шлифовкой наждаком или песком.

Крышка колонны, как показано на рис. 97, имеет три штуцера 1, 3, 10. Через штуцер 1 выходят нитрозные газы и пары азотной кислоты из колонны в газовый холодильник.

Штуцер 3 предназначен для термометра обычно длиной до 1 м.

Штуцер 10 предназначен для вакуумметра (тягомера). На этом же рисунке ниже показано звено колонны; высота звена 300 мм, толщина стенки 25 мм. Все звенья по своему устройству одинаковы. Только звенья первое сверху и третье снабжены сбоку штуцерами, через которые поступают купоросное масло и слабая азотная кислота. Масло по штуцеру 9 заполняет звено до уровня переливного патрубка 8 и переливается через патрубок, носящий название переливной трубки, в нижележащее звено.

Длина переточной трубки рассчитана так, чтобы конец ее был погружен в кислоту нижележащего звена. Это нужно для того, чтобы пары и газы проходили только под барботажную тарелку 5. Посредине звена имеется большое отверстие 6, предназначенное для прохождения газов и паров. Для лучшего соприкосновения купоросного масла с парами отверстие закрыто барботажной тарелкой 5, зубчатые края которой погружены в кислоту.

Днище колонны (рис. 98) имеет два штуцера. К штуцеру 2 присоединяется сифон, по которому выходит отработанная серная кислота, поступающая по переливному патрубку 3. В другой штуцер вставляется патрубок 4 с отверстиями, через которые пар попадает в колонну. Пар попадает в чашку 5, расположенную в днище. Чашка препятствует попаданию пара в сифон и предохраняет днище от прямого действия пара. Попадая в днище, пар движется вверх и поглощается серной кислотой, конденсируется и отдает свое тепло. Таким образом тепло для испарения азотной

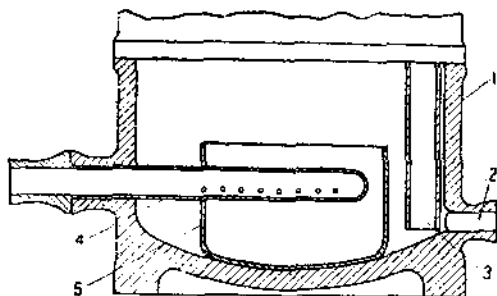


Рис. 98. Днище колонны.

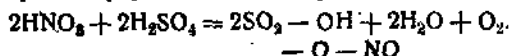
1 — корпус днища, 2 — штуцер для выхода отработанной кислоты, 3 — переточная трубка, 4 — трубка для ввода пара, 5 — защитная чашка.

кислоты приносятся паром и кроме того получается вследствие разбавления купоросного масла водой.

Процесс, происходящий в колонне, можно разбить на три стадии: в верхней части колонны (первые 3—4 звена) происходит окончательная осушка паров азотной кислоты от паров воды; в средней части колонны происходит испарение азотной кислоты в присутствии серной; в нижней части колонны происходит окончательное удаление азотной кислоты из серной и разложение устойчивых соединений азотной кислоты с серной.

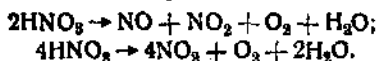
В колонне кроме физического процесса перегонки и поглощения воды протекает ряд химических реакций:

1. Крепкая азотная кислота с купоросным маслом в условиях процесса дает нитрозилсерную кислоту по реакции:



Это имеет место в средней части колонны. Нитрозилсерная кислота разлагается паром в нижней части колонны снова на азотную кислоту и окислы азота.

2. Азотная кислота частично распадается в колонне по реакциям:



Окислы азота уносятся с парами азотной кислоты из колонны в холодильник.

Холодильник отработанной серной кислоты. Отработанная серная кислота крепостью 63—68% с температурой 160—170° охлаждается в холодильнике. Холодильник представ-

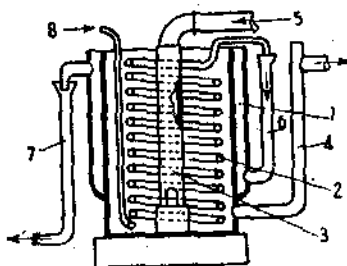


Рис. 99. Холодильник отработанной серной кислоты.

1 — водная рубашка, 2 — змеевик, 3 — стояк, 4 — патрубок для вывода отработанной кислоты, 5 — вход отработанной кислоты, 6 — вход воды в рубашку, 7 — выход воды из рубашки, 8 — прокладка.

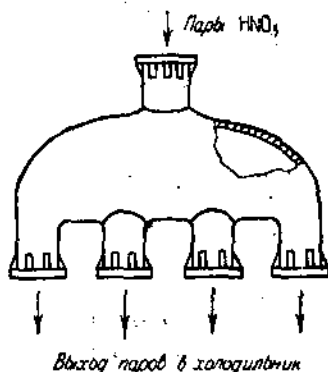


Рис. 100. Коллектор.

ляет собой свинцовый цилиндр с напаянной на него водяной рубашкой 1 (рис. 99). Кислота по трубе 5 поступает в стояк 3 (ферросилициевая труба со штуцером внизу), помещенный в центре холодильника. Стояк установлен на кислотоупорном андезитовом камне. Назначение стояка — предохранить свинец от непосредственного действия горячей кислоты. В холодильнике установлен свинцовый змеевик 2, по которому проходит вода. Пройдя змеевик, вода поступает в рубашку холодильника через патрубок 6 и выходит с противоположной стороны через трубу 7 в канализацию.

Назначение водяной рубашки — охлаждение кислоты и вместе с тем предохранение свинца от действия горячей кислоты. Охладившаяся кислота из холодильника выходит через патрубок 4 в приемные оцинкованные ящики.

Газовый холодильник. В газовый холодильник поступают пары азотной кислоты; он предназначен для их конденсации. Холодильник представляет собой ряд труб, соединенных в начале и конце коллектором (рис. 100). Он оро-

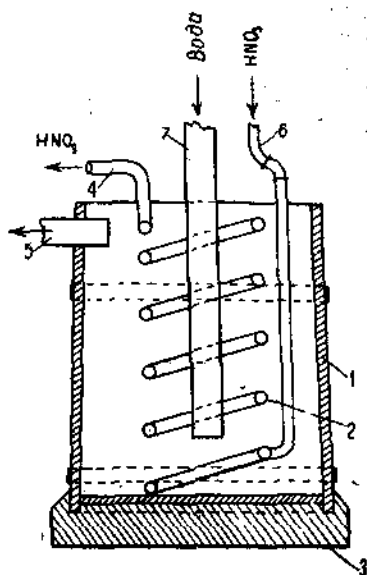


Рис. 101. Холодильник для крепкой азотной кислоты.

1 — деревянная бочка, 2 — змеевик, 3 — фундамент, 4 — выход кислоты, 5 — выход воды, 6 — вход азотной кислоты, 7 — вход воды.

шается водой сверху и расположен в ванне, куда стекает вода. Холодильник имеет 4 ряда труб по ширине (см. коллектор), а по высоте 7 труб. Диаметр трубы 80 мм, длина 1,5 м; материал — ферросилиций. Газы входят в холодильник снизу в нижний коллектор и выходят сверху в верхний коллектор, откуда и поступают в общий газопровод. После холодильника имеется большой керамиковый кран. Движение паров по отношению к падающей на трубы воде может быть параллельно и прямо противоположно. Если поступление паров в холодильник происходит снизу (в нижний коллектор), а выходят они в верхний коллектор, холодильник называется противоточным. Когда пары поступают сверху

(в верхний коллектор) и выходят снизу в нижний коллектор, то холодильник называется прямоточным, потому что направление паров и воды одинаково. На заводах имеются холодильники прямоточные и противоточные.

Холодильник для крепкой азотной кислоты. Назначение холодильника — охладить крепкую азотную кислоту, стекающую из газового холодильника с температурой 70—80°, до 15—20°.

Устроен кислотный холодильник весьма просто (рис. 101). В деревянную бочку 1 погружен алюминиевый змеевик 2. Крепкая азотная кислота проходит через змеевик, охлаж-

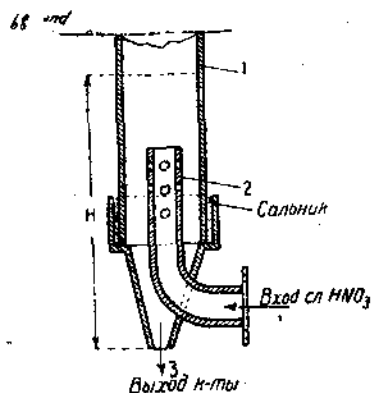


Рис. 102. Мерник для слабой азотной кислоты.

1 — мерное стекло, 2 — трубка с отверстиями, 3 — отверстие для выхода кислоты.

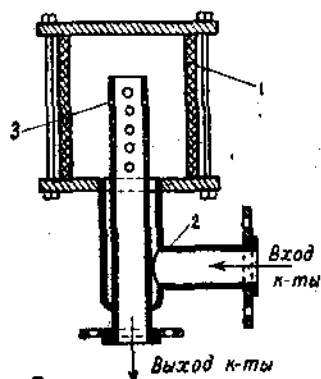


Рис. 103. Мерник для слабой азотной кислоты.

1 — стеклянный фонарь, 2 — выход кислоты, 3 — трубка с отверстиями для выхода кислоты.

дается в нем и выходит через трубу 4 в общий коллектор крепкой кислоты. Охлаждающая вода (вода из ванны газового холодильника) поступает по трубе 7 в нижнюю часть бочки и сливается через патрубок 5 в канализацию. Холодильник для крепкой азотной кислоты может быть устроен одинаково с газовым холодильником тоже из ферросилициевых труб, но только меньшего размера.

Мерники. Мерники служат для регулирования потока слабой азотной кислоты и купоросного масла в колонну.

1) Мерники для слабой азотной кислоты. К конусообразной воронке (рис. 102) приварена трубка 2 с открытым концом и отверстиями. В конус установлено цилиндрическое стекло 1, которое уплотнено сальником.

Конус соединен кислотопроводом с колонной. Слабая азотная кислота поступает по трубке, как показано на рисунке 102, в мерник, заполняет стеклянный цилиндр, непрерывно стекая в трубопровод через отверстие 3. Чем выше будет уровень в стекле, тем интенсивнее будет течение кислоты через отверстие 3.

Поступление азотной кислоты в мерник регулируется установленным впереди вентиляем. Для наглядности приводим таблицу перевода показаний мерника на количество азотной кислоты (табл. 20); таблица проверена опытным путем для мерника с отверстием диаметром 10 мм.

Таблица 20

Перевод показаний мерника для слабой азотной кислоты

Показание мерника в см	Расход слабой азотной кислоты в час в м ³	Расход слабой азотной кислоты в сутки в м ³	Расход слабой азотной ки- слоты в час в моногидрате в т
10	0,344	8,25	0,284
12	0,394	9,45	0,325
14	0,421	10,1	0,346
16	0,435	10,45	0,357
18	0,456	10,95	0,374
20	0,486	11,7	0,400
25	0,541	13,00	0,447
30	0,597	14,30	0,492
35	0,644	15,5	0,530
40	0,689	16,50	0,565
45	0,730	17,50	0,602
50	0,770	18,50	0,635
55	0,808	19,40	0,665
60	0,844	20,20	0,696

Д. Кислота поступает по трубе 2 (рис. 103) в фонарь 1, сделанный из стекла и зажатый фланцами. Кислота из фонаря через отверстие в трубке 3 стекает в трубопровод для подачи кислоты в колонну.

2) Мерники для купоросного масла. Для купоросного масла устанавливаются мерники, представляющие собой коробки с дырчатой перегородкой посредине.

Расход купоросного масла определяется по числу отверстий, через которые проходит кислота.

Ведение процесса концентрации

Обслуживание цеха. Для управления работой колонн, обслуживания кислотооборота, отбора проб и анализов кислот в цехе создаются сменные бригады.

Обыкновенно в состав бригады входят мастер, старший аппаратчик, подручный аппаратчика и перекачик кислот. Мастер является руководителем всей работы цеха. Старший аппаратчик управляет колоннами концентрации, поддерживая их нормальный режим. Подручный аппаратчика отбирает пробы и производит некоторые анализы кислот. Перекачик занимается перекачкой кислот.

Пуск колонн. В пуске колонны мы различаем два случая:

1) пуск колонны после переборки ее или ремонта или после продолжительного простоя;

2) пуск колонны после кратковременной остановки.

Пуск колонны в первом случае производится в следующем порядке:

а) перед пуском необходимо тщательно осмотреть всю аппаратуру, проверить измерительные приборы (термометры, вакуумметр);

б) пустить воду в змеевик холодильника для отработанной кислоты.

Примечание. В зимнее время вода в змеевике не закрывается, так как в противном случае вода может замерзнуть, что приведет к разрыву змеевиков.

в) разогреть колонны.

Разогрев колонны производится постепенно, начиная с температуры 30—40°, так как материал колонны (ферросилиций) ломается при резких изменениях температуры. Разогрев колонны производится смесью купоросного масла с водой (вода подается в мерник для купоросного масла). Температура смеси вначале не должна быть выше 40°. При прогреве всей колонны необходимо также убедиться (рукой наощупь) в прогреве нижнего сифона для отработанной кислоты и просмотреть, сходит ли кислота в свинцовый холодильник. Постепенно температуру смеси поднимают до 50—60° и начинают давать в колонну немного пара. Прогрев смесью происходит в течение 2—3 час.; вода в мерник закры-

вается через 10—20 мин. после пуска пара в колонну. Затем пускают воду на газовый холодильник и включают вакуум в колонну, открыв большой керамиковый кран после газового холодильника.

Постепенно прибавляя пар, доводят температуру наверху колонны до 70—80°. В этот момент дают в колонну слабую азотную кислоту, вначале на $\frac{1}{4}$ производительности, а затем доводят до нормальной. Одновременно нужно следить за крепостью продукции и отработанной кислоты. Продолжительность пуска колонны 3—4 часа.

При кратковременном ремонте, если колонна еще не охладилась (температура наверху колонны 50—60°), пуск колонны производится следующим образом:

а) проверить орошение газового холодильника и открыть вакуум на колонну;

б) пустить в колонну купоросное масло и одновременно дать пар;

в) при доведении температуры наверху колонны до 70—80° необходимо дать в колонну слабую азотную кислоту, сначала на $\frac{1}{4}$ производительности, а затем постепенно довести до полной нагрузки (пуск продолжается полчаса-час).

Остановка колонны. Здесь рассматриваются два случая:

1) остановка плановая,

2) остановка вынужденная (аварийная).

При плановой остановке старший аппаратчик в первую очередь закрывает слабую азотную кислоту, убавляет поток купоросного масла, спустя полчаса закрывает пар и останавливает поток масла.

Примечание. Если колонна останавливается на переборку, то необходимо промыть ее купоросным маслом для ликвидации остатков азотной кислоты в звеньях колонны. Промывка колонны продолжается около часа.

При вынужденной остановке (выключение пара, электроэнергии, воды и т. д.) порядок следующий. В первую очередь закрывается слабая азотная кислота, затем закрывается пар и убавляется поток купоросного масла до половины нормальной производительности. Особенное внимание необходимо обращать на случаи выключения воды на орошение газовых холодильников. Здесь принимаются следующие меры:

1) немедленно останавливается колонна,

2) закрываются вентили для доступа воды на холодильник (несвоевременное закрытие вентилей может повести к тому, что трубы (из ферросилиция) холодильника в случае появления воды лопнут). Пар закрывается сразу в случаях выключения вакуума.

Режим колонн и отклонения. Нормальным режимом колонн нужно считать работу их при следующих показателях:

- 1) температура 100—105°;
- 2) вакуум на колоннах 20—25 мм ртутного столба;
- 3) крепость отработанной серной кислоты 63—67% без содержания в ней азотной кислоты;
- 4) крепость продукции (крепкой азотной кислоты) не ниже 95% без содержания серной кислоты.

Температура. При повышении температуры выше нормальной необходимо прибавить в колонну немного масла или прибавить пар. Тот или иной способ понижения температуры выбирается в зависимости от крепости отработки¹ и качества ее в отношении содержания азотной кислоты. Если отработка нормальная по крепости и без содержания азотной кислоты, то можно убавить пар на колонне; если крепость отработки слаба, то прибавить масла и одновременно немного убавить пара. При понижении температуры на колоннах надо прибавить пара или убавить масла. Можно пользоваться комбинированным способом, т. е. одновременно прибавлять пар и убавлять масло. Пар прибавляется и убавляется не резко, а постепенно плавным поворотом вентилей. Вообще говоря, мы рекомендуем производить регулирование не купоросным маслом, а паром, так как поток масла должен быть все время равномерным.

Повышение температуры сверх нормальной приводит к следующему:

- 1) в крепкой азотной кислоте появляются следы и даже содержание серной кислоты (до 1%);
- 2) увеличивается разложение азотной кислоты в колонне, в результате чего повышается процент окислов в крепкой азотной кислоте;
- 3) увеличивается расход пара и купоросного масла.

Падение температуры приводит к содержанию азотной кислоты в отработанной серной.

Вакуум. Вакуум на колонне должен быть 20—25 мм ртутного столба. Уменьшение вакуума в колонне происходит из-за следующих причин:

¹ Отработанная серная кислота.

1) засосы в системе (газовом холодильнике, в соединениях труб, прососы в звеньях колонны и т. д.);

2) неправильное регулирование паром (резкое увеличение его подачи);

3) закупорка кислоты в газовом холодильнике;

4) ненормальная работа вентилятора или эжектора; в этом случае нужно проверить их работу.

Крепость отработанной серной кислоты. Нормальная крепость, как уже сказано, не должна превышать 63—67%. Более высокая крепость приводит к перерасходу масла. Крепость ниже 63% создает неустойчивый режим колонны (появление азотной кислоты в отработке).

Практически найдено, что наиболее пригодная крепость отработанной кислоты 65%. В случае отклонения крепости в сторону ее увеличения необходимо убавить поток купоросного масла в колонне или прибавить немного пара в колонну. То или иное делается в зависимости от качества отработки; если отработка с содержанием азотной кислоты, то прибавляется пар, и нет смысла уменьшать крепость отработки.

Крепость азотной кислоты. Согласно стандарту (ОСТ) крепость должна быть не ниже 95%, окислов азота не более 0,5%. Падение крепости азотной кислоты может быть по следующим причинам:

1. Слабое (ниже 90%) купоросное масло. Это вызывает неполное поглощение паров воды в верхней части колонны.

2. Нарушение нормального режима (повышение температуры и т. п.).

3. Попадание воды через прососы в трубах газового холодильника.

В каждом отдельном случае выясняются причины, и в зависимости от этого принимаются меры.

Повышение процента окислов в азотной кислоте получается из-за следующих причин:

1. Высокая температура на колонне, что вызывает разложение азотной кислоты.

2. Высокая крепость продукции (чем выше крепость HNO_3 , тем больше имеется в кислоте растворенных окислов).

3. Поступление слабой азотной кислоты с большим процентом окислов азота.

Содержание серной кислоты в азотной вызывается главным образом повышенной температурой на колоннах.

Содержание азотной кислоты в отработанной серной. Появление азотной кислоты в серной надо

считать самым болезненным явлением в работе отделения концентрации. Отработанная серная кислота с содержанием азотной не может быть использована для упарки, так как упарка такой кислоты приводит к протравлению свинцовой аппаратуры в отделении упарки серной кислоты. Поэтому выяснение причин, меры борьбы и предупреждение этого явления очень важны для обслуживающего персонала цеха. Причин появления азотной кислоты в отработанной серной несколько; основные из них следующие:

- 1) понижение температуры на колоннах, что обыкновенно вызывается недостатком пара;
- 2) резкое увеличение подачи слабой азотной кислоты в колонну (очень важно учесть при пуске);
- 3) неравномерная подача купоросного масла в колонну, что вызывает колебание температуры и крепости отработанной серной кислоты.
- 4) слабая (ниже 63%) отработанная серная кислота;
- 5) поступление в колонну слабого купоросного масла (ниже 90%);
- 6) неправильный режим давления в колонне.

Следовательно для нормальной работы колонны необходимо предупредить и устранить все эти причины. Рассмотрим их.

1. Для равномерной подачи пара в колонну пар высокого давления проходит через редуктор, где давление его падает до 2—3 ат, и поддерживается на этом давлении при данной производительности. Необходимо следить, чтобы давление пара было все время постоянным (2—3 ат).

2. Постоянный и равномерный поток слабой азотной кислоты в колонну поддерживается аппаратчиком при помощи регулирования подающего вентиля на мерник. Кроме того уровень в бачках для слабой азотной кислоты должен быть все время постоянным.

На некоторых заводах слабая азотная кислота в бачки подается непрерывно, избыток ее стекает по сигнальной трубе обратно в хранилище. При пуске колонны подачу слабой азотной кислоты нужно увеличивать постепенно и равномерно.

3. Неравномерная подача купоросного масла вызывает изменение режима колонны (понижение температуры, ослабление отработанной серной кислоты и т. д.) и является одной из причин появления азотной кислоты; поэтому на равномерную подачу масла должно быть обращено особое внимание аппаратчика.

4. Слабая отработанная серная кислота (ниже 63%) почти всегда приводит к содержанию в ней азотной кислоты. Слабая отработка является следствием недостаточной подачи купоросного масла в колонну, или работы на слабом купоросном масле.

5. Слабое купоросное масло ведет к расслаблению отработки и как следствие к появлению содержания в ней азотной кислоты. Здесь необходимо самое внимательное наблюдение за крепостью масла. В случае поступления слабого купоросного масла увеличивают соответственно его поток на колонну и регулируют температуру паром.

6. Неправильное давление в колонне может быть вызвано следующими причинами: а) падением вакуума, б) большой перегрузкой колонны, в) резким увеличением потока пара, г) наличием больших прососов в звеньях колонны.

Давление не только опасно тем, что вследствие этого появляется азотная кислота, но еще и тем, что при увеличенном давлении пробиваются прокладки между звеньями колонны и прокладки в газовом холодильнике, что ведет к известным уже нам авариям.

При появлении азотной кислоты в отработке точно устанавливается причина, в зависимости от чего аппаратчик и принимает соответствующие меры. Если азотная кислота появилась в результате понижения температуры на колонне, слабой отработанной кислоты, слабого купоросного масла и т. д., то в первую очередь необходимо установить нормальный режим в отношении крепости отработки и поднять немного температуру паром ($5-10^{\circ}$), если нужно снизить производительность колонны.

Отбор проб и замер крепости. Отбор проб для определения крепости отработанной кислоты, крепкой азотной кислоты и купоросного масла входит в обязанность подручного аппаратчика; при нормальной работе колонн подручный аппаратчик ежечасно отбирает пробы и определяет крепость и температуру кислот. Крепость определяется ареометром и приводится к 15° , для чего имеются соответствующие поправки на температуру (поправка на 1° для крепкой азотной кислоты $0,1^{\circ}$ Вё). Определение процентного содержания HNO_3 в азотной кислоте по удельному весу и градусам Вё производится по табл. 21.

Пример. При замерах крепкой азотной кислоты последняя оказалась крепостью $48,4^{\circ}$ Вё, температура 20° , поправка на 5° ($20 - 15 = 5$) будет равна $5 \cdot 0,1 = 0,5^{\circ}$ Вё; таким образом крепость кислоты при 15° будет равна: $48,4 + 0,5 = 48,9^{\circ}$ Вё.

$48,9^{\circ}$ Вё соответствуют 98,53%-ной азотной кислоте.

Определение процентного содержания HNO_3 в азотной кислоте

Удельный вес при 15 °С	Градусы Боме	Процент HNO_3	Удельный вес при 15 °С	Градусы Боме	Процент HNO_3
1,48	46,8	86,05	1,503	—	95,55
1,485	47,1	87,7	1,505	48,4	96,39
1,490	47,4	89,6	1,508	48,5	97,5
1,495	47,8	91,6	1,51	48,7	98,1
1,500	48,1	94,09	1,512	48,9	98,53
1,501	—	94,6	1,515	49	99,07
1,502	—	95,08	1,518	—	99,46
—	—	—	1,519	—	99,57
—	—	—	1,520	49,4	99,67

Если пользоваться ареометром с удельным весом, а не Боме, то пересчет производится следующим образом.

Удельный вес кислоты 1,5; температура 23°.

Поправка на 1° составляет по удельному весу 0,0017.

Разность температуры $23 - 15 = 8^\circ$; поправка на температуру $0,0017 \cdot 8 = 0,0136$.

Следовательно удельный вес кислоты при 15° равен $1,5 + 0,0136 = 1,5136$.

Процент HNO_3 будет 98,68.

Пробы отработанной серной кислоты отбираются ежечасно. Качественное определение присутствия HNO_3 в отработке производится дифениламином. Если качественная реакция показала следы HNO_3 , то нитрометром определяют и количественно HNO_3 . Об этом подробно сказано ниже в главе «Контроль производства азотной кислоты».

Удельный вес отработки замеряется в цилиндре ареометром. Приводим таблицу для определения крепости серной кислоты по удельному весу и ° Вё (табл. 22).

Проба купоросного масла отбирается из мерника перед колонной. Температуру и крепость определяют термометром и ареометром. Приводим таблицу 23 для определения крепости купоросного масла.

Несколько отличается порядок отбора проб при пуске колонны или расстройстве режима. Пробы крепкой азотной кислоты и отработанной серной в этих случаях отбираются через каждые полчаса. Правильная и своевременная отборка проб — залог нормального режима работы колонны.

Режим колонны и крепости кислот записывается старшим аппаратчиком в рапорте (см. форму табл. 24).

Определение процентного содержания H_2SO_4 в серной кислоте по удельному весу и $^{\circ}\text{Be}$.

Удельный вес при 15°C	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес при 15°C	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес при 15°C	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес при 15°C	Градусы Боме	Процент H_2SO_4
1,475	46,4	57,37	1,505	48,4	60,18	1,538	50,3	63,00	1,566	52,1	65,65
1,480	46,8	57,83	1,510	48,7	60,65	1,540	50,6	63,43	1,570	52,4	66,09
1,485	47,1	58,24	1,515	49,0	61,12	1,545	50,9	63,85	1,575	52,7	66,53
1,490	47,4	58,74	1,520	49,4	61,59	1,550	51,2	64,26	1,580	53,0	66,95
1,495	47,8	59,22	1,525	49,7	62,06	1,555	51,5	64,67	1,585	53,3	67,40
1,500	48,1	59,70	1,530	50,0	62,53	1,560	51,8	65,20	1,590	53,6	67,83

Пример 1. Крепость отработанной кислоты по градусам Боме (ареометру Боме) 49° , температура 30° .

Поправка градусов Боме на 1° разности температур $-0,05^{\circ}\text{Be}$.

Разность температур $30 - 15 = 15^{\circ}$. Поправка $15 \cdot 0,05 = 0,75^{\circ}\text{Be}$.

Крепость по градусам Боме при 15°C . $49 + 0,75 = 49,75^{\circ}\text{Be}$.

Процент H_2SO_4 — 62,06.

Пример 2. Удельный вес (по ареометру удельного веса) 1,530; температура 33° .

Поправка удельного веса на 1° разности температур $-0,0008$.

Приводим к 15° . Разность температур $33 - 15 = 18^{\circ}$.

Поправка на температуру $18 \cdot 0,0008 = 0,0144$.

Удельный вес при 15° $1,530 + 0,0144 = 1,544$.

Процент H_2SO_4 — 63,85.

Таблица 23
 Определение процентного содержания H_2SO_4 в купоросном масле по удельному весу и $^{\circ}Be$.

Удельный вес	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес	Градусы Боме	Процент H_2SO_4	Удельный вес	Градусы Боме	Процент H_2SO_4
1,800	64,2	86,92	1,823	—	90,60	1,830	—	92,10	1,837	65,7	94,25
1,805	64,4	87,60	1,824	65,2	90,80	1,831	65,5	92,43	1,838	— 65,8	94,60
1,810	64,6	88,30	1,825	—	91,00	1,832	—	92,70	1,839	—	95,00
1,815	64,8	89,16	1,826	65,3	91,25	1,833	65,6	92,97	1,840	65,9	95,60
1,820	65,0	90,05	1,827	—	91,50	1,834	—	93,25	—	—	95,95
1,821	—	90,20	1,828	65,4	91,70	1,835	65,7	93,56			
1,822	65,1	90,40	1,829	—	91,90	1,836	—	93,80			

Согласно таблице рассчитаем два примера:

Пример 1. Крепость в градусах Боме — 65,1. Температура $25^{\circ}C$.

Приводим к $15^{\circ}C$.

Поправка градусов Боме на 1° разности температур для купоросного масла составляет — $0,04^{\circ}Be$.

Разность температур $25 - 15 = 10^{\circ}$; поправка $10 \cdot 0,04 = 0,4^{\circ}Be$.

Крепость при 15° $65,1 + 0,4 = 65,5^{\circ}Be$.

По таблице 23 находим процент H_2SO_4 — 92,43.

Пример 2. Удельный вес составляет — 1,824; температура $20^{\circ}C$.

Поправка на 1° разности температур — 0,0008.

Разность температур $20 - 15 = 5^{\circ}$.

Поправка $0,0008 \cdot 5 = 0,004$.

Удельный вес при $15^{\circ}C$ — $1,824 + 0,004 = 1,828$.

Процент H_2SO_4 — 91,7.

Рапорт старшего аппаратчика.

№ колонки	Часы	Крепость азотной кислоты		Отработанная серная кислота			Крепость купоросного масла		Купоросное масло	Нагрузка		Вакуум на колонне	Температура на колонне	Давление на редукторе	Давление на эжекторе
		Градусы Боже	Температура	Градусы Боже	Температура	Содержание азотной кислоты	Градусы Боже	Купоросное масло		Слабая азотная кислота	Кислота				
1	6	48	19	46	115	следы	•	65,5	5	10	2,5	100	2,5	4	4
	7	48	20	47,5	110	нет		65,5	5	10	2,5	101	2,5	4	4
	8	49	14	46,5	110	"		65,5	5	10	2,5	101	2,5	4	4
	9	49	14	47	108	"		65,5	5	10	2,5	100	2,5	4	4
	10	49,1	15	47	112	"		65,5	5	10	2,5	100	2,5	4	4
	11	49,2	14	47	110	"		65,5	5	10	2,5	100	2,5	4	4

Примечание. Нагрузка по купоросному маслу определяется числом отверстий в мернике. Нагрузка по слабой азотной кислоте определяется по уровню ее в мернике. В остальном рапорт пояснений не требует.

Перекачка кислот. Через отделение концентрации пропускается большое количество кислот (отработанная серная кислота, купоросное масло, слабая азотная кислота). Для перекачки такого количества кислот необходимо насосное хозяйство. И обыкновенно в цехе концентрации азотной кислоты имеется до 15—20 насосов. В настоящее время пользуются исключительно насосами центробежного типа.

Для отработанной серной кислоты и купоросного масла насосы изготовлены из ферросилиция или гартблея (свинец с содержанием 12—15% сурьмы). Чтобы ферросилициевые насосы не трескались, кислота подается температурой не выше 50°, так как этот сплав, как нам уже известно, не выдерживает резких колебаний температур.

Хранилища для отработанной серной кислоты представляют собой деревянные ящики, внутри опаянные свинцом; на дне ящика имеется клапан, отлитый из гартблея. Клапан открывается при выкачке кислоты.

Отработанная кислота перекачивается по трубопроводам, изготовленным из свинца. Для перекрытия линии к насосам имеются керамиковые или ферросилициевые краны. Купоросное масло хранится в ящиках, обитых свинцом, или в железных сосудах (цистернах). Трубопроводы — железные или свинцовые. Трубопроводы для крепкой азотной кислоты монтируются из V2A, ферросилиция или алюминия.

Основная работа перекачки кислот заключается в своевременной подаче купоросного масла, слабой азотной кислоты и откачке отработанной серной кислоты. Для этого он должен знать правила пуска и остановки электромоторов и насосов и держать непрерывную связь со старшим аппаратчиком.

Пуск насоса: 1) открывается кран от ящика или другого хранилища, 2) включается рубильник мотора и постепенно вводится реостат до достижения полного числа оборотов; 3) открывается кран на всасывающей линии, а затем открывается кран на нагнетательной линии.

Остановка насоса. Закрывается кран на всасывающей линии, затем на нагнетательной линии, после чего выключается электромотор.

Примечание. Открывание кранов, как и закрытие, должно производиться постепенно и осторожно во избежание их поломки. Бывают случаи, когда краны закупориваются (образуются кристаллы кислот). В этом случае необходимо обернуть кран тряпкой и облить горячей водой.

Один раз в смену необходимо смазывать подшипники насосов. Насосы необходимо постоянно держать в чистоте, для чего их вытирают хорошо тряпками — сначала сухими, затем увлажненными маслом. Ни в коем случае не допускается проливание кислот около насосов. Малейшие следы кислот должны немедленно подсушиваться опилками или мелкой известью.

Учет кислот

Для работы цеха концентрации очень важно точно учитывать прибывающие и уходящие кислоты из отделения концентрации. Учету подлежат купоросное масло, отработанная серная кислота, крепкая азотная кислота и слабая азотная кислота. Все кислоты хранятся в резервуарах трех видов: в четырехугольных ящиках, круглых ящиках и цистернах. Купоросное масло хранится в ящиках, опаянных свинцом, или в железных цистернах; отработанная серная кислота — в оцинкованных ящиках; смесь серной кислоты с азотной — в железных цистернах, крепкая азотная — в алюминиевых цистернах и цистернах специальной стали (V2A, хромистая сталь). В производстве все такие хранилища градуированы для того, чтобы знать, какой объем занимает кислота при данном уровне.

Если резервуар правильной формы, т. е. круглый или четырехугольный ящик, то достаточно знать объем жидкости, соответствующий 1 см по высоте.

Например имеем ящик размером: высота 1 м, ширина 2 м, длина 3 м.

Объем, занимаемый 1 см по высоте, будет $2 \times 3 \times 0,01 = 0,06 \text{ м}^3$, или, умножив на 1 000, получим 60 л. Чтобы узнать количество литров в ящике, нужно умножить высоту на литраж $60 \times 100 = 6 000 \text{ л}$. Чтобы узнать вес жидкости, надо помножить удельный вес на количество литров $6 000 \times 1,5 = 9 000 \text{ кг}$. Если резервуар цилиндрический, то литраж определяется следующим образом. Допустим, что резервуар имеет диаметр 3 м, высоту 1 м, литраж равен $0,785 \cdot D^2 \cdot 0,01 = 0,07 \text{ м}^3 = 70 \text{ л}$. Если же резервуар цилиндрической формы, положенной на бок (цистерна), то градуировка делается на данный уровень (5, 10, 15, 20 и т. д. сантиметров).

Учет купоросного масла

Рабочий по перекачке принимает кислоту у рабочего упарки и вписывает в книгу учета. Никаких поправок

в книге учета делать нельзя, так как эти записи являются первичными документами. Замеры производятся железным метром.

Пересчет на моногидрат производится следующим образом (см. таблицу и нижеприводимый образец учета).

Таблица 25

Число	Смена	№ ящика	Откачено см		Всего см	° Вё/т°	Количество кислоты в т
			от	до			
3/III	1	1	60	10	50	65,4/7	8,530
3/III	1	2	100	20	80	65,6/8	13,300

Пример подсчета.

Литраж ящика 100 л в 1 см.

Крепость по Боме 65,4°, температура 7°; находим по таблице для купоросного масла удельный вес; он равен 1,828.

Объем купоросного масла $60 \cdot 100$ (см. образец учета) = 5 000 л.

Вес $5\,000 \cdot 1,828 = 9\,440$ кг. Приводим к температуре 15°; разность температур $15 - 7 = 8$, поправка на температуру $8 \cdot 0,04 = 0,32^\circ$ Вё.

Крепость в ° Вё при 15° 65,08; процент $\text{H}_2\text{SO}_4 = 90,4$. Вес моногидрата $9\,440 \cdot \frac{90,4}{100} = 8\,530$.

Обыкновенно принято каждую смену отбирать пробу на крепость купоросного масла и делать анализы на содержание серной кислоты; тогда объем кислоты умножаем на удельный вес и процент содержания H_2SO_4 и получаем моногидрат в тоннах.

Пример. Крепость масла 92%. Удельный вес 1,830; количество кислоты в литрах — 6 000; количество в моногидрате — $1\,830 \cdot 0,92 \cdot 6\,000 = 11\,000$ кг.

Для ориентировочных подсчетов можно пользоваться коэффициентом 1,66, полученным при умножении средней крепости купоросного масла (91%) на удельный вес. Объем кислоты нужно умножить на этот коэффициент.

Учет отработанной серной кислоты

Отработанная серная кислота сдается в отделение упарки (Кесслер, Хемико), поэтому учет должен играть существенную роль. Замеры производятся тоже метром. Запись ведется по следующей форме (табл. 26):

Число	Смена	№ ящика	Откачено		Всего см	Крепость		Количество кислоты в т
			от	до		градусы Боме	температура	
2/III	I	2	110	20	90	49	40	6,850
	II	3	109	20	80	48	35	5,860
	III	1	115	15	100	49	30	7,520

Пример подсчета. Крепость отработанной кислоты 49° Вё; температура 40° . Градуировка ящика 80 л.

Откачено 90 см; литров откачено $90 \cdot 80 = 7200$ л.

Вес 7200 л $= 7200 \cdot 1,515 = 10900$ кг. Приводим к 15° .

Поправка $(40 - 15) \cdot 0,05 = 1,25^{\circ}$ Вё. Крепость при 15° $49 + 1,25 = 50,25^{\circ}$ Вё; процент H_2SO_4 — 63, вес в моногидрате $10900 \cdot 0,63 = 7067$ кг $= 7,067$ т.

Все эти расчеты можно и не делать, если имеются таблицы на каждый сантиметр для кислоты определенной крепости в моногидрате. Тогда прямо число сантиметров умножится на число в таблице.

Учет крепкой азотной кислоты

Крепкая азотная кислота поступает в цистерны; градуировка цистерн всегда известна.

Пример. Крепкой кислоты прибыло с уровнем до 80 см.

Объем кислоты (на уровне 80 см) — 6 м³.

Крепость по градусам Боме 48,5; температура — 20° . Приводим к 15° .

Поправка: $5 \cdot 0,1 = 0,5^{\circ}$ Вё.

Крепость по градусам Боме при 15° равна $48,5 + 0,5 = 49^{\circ}$ Вё; процент HNO_3 — 99. Удельный вес 1,515.

Количество кислоты в моногидрате равно $6 \cdot 0,99 \cdot 1,515 = 9,21$ т.

Планово-предупредительный ремонт

Планово-предупредительный ремонт — это ремонт аппаратуры и оборудования, производимый по определенному графику, составленному на квартал или месяц. Цель такого ремонта — сохранение аппаратуры. В отделении концентрации планово-предупредительный ремонт проводится по отдельным агрегатам. В агрегат входят колонна, холодиль-

ник для отработанной кислоты, газовый холодильник, холодильник для крепкой кислоты. Ремонт связан с остановками. Различают два рода остановок:

1. Остановка колонны на переборку (длительность трое суток) — один раз в два месяца; во время этой остановки производится следующий ремонт: 1) полная переборка колонны; 2) промывка рубашки свинцового холодильника для отработанной кислоты от песка и ила; 3) ремонт газового холодильника (смена прокладок); 4) осмотр холодильника для крепкой кислоты.

2. Кратковременная остановка два раза в месяц по четыре часа. Производится следующий ремонт: 1) ремонт холодильника для крепкой кислоты; 2) смена прокладок на кислотопроводах; 3) осмотр газовых холодильников.

Кроме того существует общая остановка всех агрегатов, во время которой производят следующий ремонт: 1) осмотр и ремонт общих кислотопроводов; 2) осмотр и промазка керамических кранов после газовых холодильников; 3) осмотр вентилятора или эжектора; 4) осмотр и смена вентиля и кранов от кислотных коллекторов к колоннам.

Все вышеуказанные работы производятся бригадой слесарей. Производственная же бригада производит очистку аппаратуры и уборку помещения.

Аварии и неполадки

В предыдущих главах мы уже говорили, что основными неполадками являются нарушения нормального режима установок. При выработке крепкой азотной кислоты содержание в ней серной кислоты приводит к протравлению алюминиевых цистерн и хранилищ из хромистой стали. Имеют место случаи поломок коллектора крепкой азотной кислоты, ферросилициевых кранов; могут быть случаи проливов кислот и как следствие — протравление аппаратуры и отравление рабочих, случаи замерзания трубопроводов с купоросным маслом, со слабой азотной кислотой, с водой.

Приводим таблицу замерзания серной кислоты различной крепости (табл. 27). Из этой таблицы видно, что наиболее опасной в отношении легкости замерзания является серная кислота крепостью от 82 до 87%.

Температура слабой азотной кислоты, при которой она замерзает, показана на диаграмме на стр. 14. Из диаграммы видно, что в наших условиях вполне возможно замерзание слабой азотной кислоты, что нередко случалось

Таблица 27

Зависимость температуры замерзания серной кислоты от ее крепости

Процент H_2SO_4	Точка замерзания	Процент H_2SO_4	Точка замерзания
24,50	-17,1	86,97	-1,0
74,72	-40,0	88,20	-7,2
77,17	-11,5	89,42	-16,2
80,83	-1,2	90,65	-25,0
82,07	+ 8,0	91,87	-34,0
83,37	+ 8,0	93,10	-32,0
84,32	+ 7,0	94,38	-26,0
85,75	+ 4,0	95,00	-16,5

на практике. Особенно нужно следить за трубопроводами купоросного масла.

Перевозка и хранение крепкой азотной кислоты

Крепкая азотная кислота хранится в алюминиевых цистернах, в резервуарах, изготовленных из V2A или хромистой стали, может также храниться и в керамических сосудах. Перевозка крепкой азотной кислоты производится в алюминиевых цистернах. Если смешать крепкую азотную кислоту с серной (10—15% купоросного масла), то такая смесь может храниться в железных резервуарах и перевозиться в цистернах, приспособленных для перевозки мазута и пр.

Крепкая азотная кислота травит железо, но степень травления невелика. Чем слабее кислота, тем энергичнее она вступает в реакцию с железом с интенсивным выделением окислов азота. 100%-ная азотная кислота железа не травит, на поверхности его образуется защищающий слой, предохраняющий от разведения (пассивация железа). При смешении 95—98%-ной азотной кислоты с купоросным маслом происходит как бы ее обезоживание, так как купоросное масло жадно поглощает воду и поэтому такая смесь и не травит железа.

Состав смеси (меланж), допускаемый к перевозке, следующий: 8—12% H_2SO_4 , 84—88% HNO_3 и остальное вода. Такая смесь не разъедает железных цистерн. После залива цистерны меланжем из нее отбирают пробу на содержание серной и азотной кислот и после результата анализа отправляют цистерну по назначению. Люк в цистерне должен быть плотно закрыт асбестовой прокладкой. Из ци-

стерны меланж выкачивают насосом при помощи сифона. После освобождения цистерны от меланжа ее тщательно протирают и затем промывают водой и снова протирают.

Контрольные вопросы

1. Какой аппарат выгоднее — Хемико или Кесслера?
2. Недостатки аппарата Кесслера?
3. Можно ли применять для концентрации азотной кислоты вместо серной кислоты фосфорную кислоту, мышьяковую кислоту и др.?
4. Какой концентрации можно получить азотную кислоту простым упариванием?
5. Какие прокладки применяют при соединении эвельев колонны между собой?
6. Почему разогрев колонны производится медленно в течение 4—5 час.?
7. Какие причины вызывают содержание азотной кислоты в отработанной серной кислоте?

Для правильного ведения процесса получения азотной кислоты важно знать составы газов (процент NH_3 в смеси, процент окиси азота NO в нитрозном газе после контактного аппарата, процент O_2 в выхлопных газах, процент $\text{NO} + \text{NO}_2$ в выхлопных газах), крепость продукции и т. п. Все это и составляет контроль производства.

Для определения состава газа пользуются свойством некоторых веществ поглощать одну составную часть газа (O_2 , NH_3) и не поглощать другую часть. По изменению объема можно определять процент содержания того или иного газа в смеси.

Анализ газа на кислород

Процент кислорода определяется в выхлопных нитрозных газах. Поглощение кислорода ведется в аппарате Орса (рис. 104) чаще всего желтым фосфором. Фосфор помещают в поглотительную пипетку аппарата в виде палочек. Кислород поглощается, реагируя с фосфором и образуя трехокись и пятиокись фосфора, которые и поглощаются водой, налитой в пипетке.

Аппарат Орса состоит из поглотительных сосудов (пипеток), обозначенных на рис. 104 цифрами 1 и 6, наполненных поглощающим газ веществом, в данном случае фосфором.

Поглотительный сосуд двойной, соединенный внизу стеклянной трубкой, образует сообщающиеся сосуды и наполнен наполовину водой. Один сосуд открыт, другой сообщается при помощи резиновой трубочки и краника с измерительной трубкой 2. Измерительная трубка имеет расширение вверху и снабжена делениями. Объем трубки немного больше 100 см³. Каждое деление соответствует 1 см³. Измерительная трубка в свою очередь заключена в стеклянный цилиндр, наполненный водой (водяная рубашка).

¹ Вся методика анализов взята из лаборатории Чернореченского химического завода.

Уравнительная склянка 3 соединена с измерительной трубкой 2 каучуком и наполнена окрашенной водой. Каучуковая трубка зажимается зажимом.

Работа аппарата заключается в следующем. При помощи каучуковой трубки сосуд с анализируемым газом (или непосредственно газ из аппарата) присоединяется к трубке 7 аппарата. Измерительная трубка должна быть наполнена

водой. Открывается трехходовой краник 4, и постепенно опускается уравнительная склянка 3, — газ засасывается в измерительную трубку. Затем трехходовой краник открывается наружу, и газ поднятием склянки 3 вытесняется из аппарата. Затем снова набирается газ и снова вытесняется из аппарата. Так делается 2—3 раза для удаления посторонних газов из аппарата.

Наконец засасывается газа немного больше 100 см³ (ниже нулевого деления на измерительной трубке). Уравняется давление в измерительной трубке с давлением атмосферным, и выпускается избыток газа. Объем газа при атмосферных условиях равен 100 см³.

Когда это все сделано, открывается краник 5, газ выжимается весь в поглотительную склянку, где происходит поглощение кислорода фосфором. Ко-

гда поглощение закончится (исчезает белое облачко P_2O_5 и P_2O_5 в склянке над водой), оставшийся газ засасывается снова в измерительную трубку 2, — краник 5 закрывается. Газ в измерительной трубке приводится снова к атмосферному давлению (уравнительной склянкой), и определяется объем оставшегося газа.

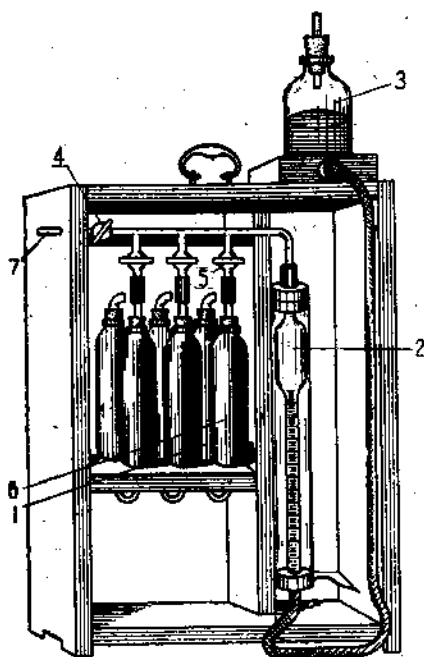


Рис. 104. Аппарат Орса.

1 — склянки поглощения, 2 — измерительное стекло, 3 — уравнительная склянка, 4 — трехходовый краник, 5 — краник для впуска газа в поглотительную склянку, 7 — трубка для впуска анализируемого газа.

Цифра на измерительной трубке покажет число кубометров поглотившегося газа, т. е. прямо процент O_2 в газе.

Газоанализатор Моно

За последнее время в практику работы заводов вводятся автоматические газоанализаторы Моно. Устроен и работает он следующим образом (рис. 105). Чистая вода из водопровода под давлением 1—2 ат пускается в склянку 3, наполненную ртутью, и вытесняет ртуть в трубки 7, 5, 4, 21. Трубка 5 сообщается с воздухом, трубка 7 входит в расширение трубки 4. Нижняя часть трубки 7 не соприкасается с ртутью в склянке 3, а находится несколько выше ртути в сборнике 2. Таким образом ртуть в трубке 7 находится несколько выше ртути в трубках 21, 5, 4.

Давлением воды ртуть начинает подниматься в трубках до тех пор, пока находящаяся в сосуде 2 ртуть через трубку 7 не перейдет в сосуд 22.

Вода получает сообщение с воздухом через трубку 8, и давление воды прекращается. Ртуть в трубках 21, 5 и 4 стекает в склянку 3, часть ее попадает через отверстие в сосуд 2. Труба 7 запирается, соединение воды с наружным воздухом прерывается, и давление в склянке 3 повышается снова; происходит повторение процесса.

При понижении ртути в трубке 21, в волюметр 1 засасывается анализируемый газ, а при поднятии уровня ртути газ из волюметра 1, 6 по трубке 9 через ртутный затвор 10 вытесняется в поглотительный сосуд 14, где и поглощается раствором. Оставшийся газ выходит по трубкам 11, 5 на воздух до того момента, пока поднимающаяся из трубки 11 через трубку 5 ртуть не запрет выхода. Таким образом от-

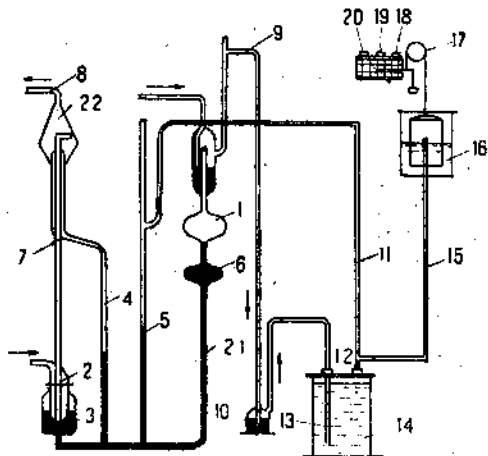


Рис. 105. Аппарат Моно.

1, 6 — волюметр, 2 — сборник, 3 — склянка с ртутью, 4, 5, 7, 21 — стеклянные трубки, 8, 22 — трубка для сообщения с воздухом, 9 — трубка для газа, 10 — ртутный затвор, 11, 12 — трубки, 13 — трубка для ввода пара в поглотительную склянку, 14 — поглотительная склянка, 15 — трубка, 16 — колокол, 17, 18, 20 — самопишущий механизм.

меряется точный объем газа. Оставшийся газ после поглощения в склянке 14 проходит под колокол 16, движение колокола передается механизму для автоматической записи анализа газа.

Такие газоанализаторы Моно ставятся для определения в газе процента NH_3 , O_2 , CH_4 и т. д.

Для каждого газа ставится определенный поглотитель; например для поглощения NH_3 пользуются фосфорной кислотой.

Автоматические газоанализаторы требуют за собой внимательного ухода; только тогда они хорошо работают.

Понятие о титровании

Для дальнейшего изложения нам нужно ознакомиться с методом титрования, так как при его помощи делаются все анализы на определение процента NH_3 в смеси, процента NO в нитрозном газе, процента HNO_3 в продукции и т. д.

Титрованием называют определение количества химического вещества в растворе (кислота, щелочь и т. д.) путем точного измерения объемов растворов веществ, вступающих между собой в реакцию.

При титровании необходимо знать концентрацию раствора одного из реагирующих веществ.

Обыкновенно под концентрацией раствора понимают количество растворенного вещества, заключающегося в единице его объема.

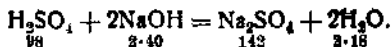
Кроме того для точного титрования необходимо знать, в какой момент наступает конец реакции между реагирующими веществами. Для этого употребляют так называемые индикаторы. Индикатор — это вещество, которое способно более или менее резко изменять окраску в момент конца реакции (избыток того или другого реагента).

В наших случаях наиболее употребительны индикаторы: метилрот, фенолфталеин или метилоранж.

Таким образом, зная концентрацию и объем пошедшего на титрование раствора одного вещества и взятый объем исследуемого раствора другого вещества, можно определить концентрацию второго вещества в растворе.

Пример. На 25 см³ раствора серной кислоты пошло на нейтрализацию 20 см³ раствора NaOH с содержанием 0,005 г в 1 см³.

H_2SO_4 и NaOH вступают между собой в реакцию:



По уравнению реакции составляем пропорцию:
80 г NaOH соответствуют 98 г H_2SO_4 ; 20 · 0,005 г NaOH соответствуют H_2SO_4 .

$$x = \frac{98 \cdot 20 \cdot 0,005}{80} = 0,1225 \text{ г.}$$

Следовательно 25 см³ раствора серной кислоты содержат 0,1225 г H_2SO_4 , а 1 см³ содержит

$$\frac{0,1225}{25} = 0,0049 \text{ г.}$$

Для точного определения объема растворов пользуются бюретками.

Как мы знаем, для титрования необходимо иметь готовые растворы известной концентрации. Эти растворы носят название титрованных растворов, а концентрация вещества в них называется титром.

Имеется три типа титрованных растворов:

1) Эмпирические растворы, т. е. когда количество растворенного вещества в единице объема раствора не стоит ни в какой зависимости от молекулярного веса растворенного вещества.

2) Молярные растворы, когда в литре раствора вещества содержится ровно одна грамммолекула вещества.

3) Нормальные растворы, когда в литре раствора содержится вещества один граммэквивалент.

Граммэквивалент-вес, или, как называют, нормальный вес, обозначается *N*. Если раствор нормальный, то ставится обыкновенно 1 *N*, двунормальный 2 *N*, децинормальный 0,1 *N*, полунормальный 0,5 *N* и т. д.

Это значит, что в литре раствора содержится соответственно граммэквивалент, два граммэквивалента, 0,1 граммэквивалента, 0,5 граммэквивалента и т. д.

В лабораторной практике пользуются большей частью титрованными растворами третьего типа — нормальными растворами.

Преимущество нормальных растворов заключается в простоте дальнейших вычислений, так как равные объемы таких растворов равноценны друг другу.

Покажем это на примере:

25 см³ 0,1 *N* NaOH нейтрализуют 25 см³ раствора серной кислоты неизвестной нам концентрации, так как равные объемы нормальных растворов равноценны (эквивалентны), то 25 см³ 0,1 *N* NaOH эквивалентны 25 см³ 0,1 *N* раствора серной кислоты.

В 25 см³ 0,1 N H₂SO₄ должно быть серной кислоты:

$$x = \frac{49 \cdot 25}{1000 \cdot 10} = 0,1225 \text{ г.}$$

где 49 — граммэквивалент H₂SO₄.

Это количество 0,225 г H₂SO₄ содержится в 23 см³ раствора H₂SO₄, следовательно в 1 см³ неизвестного раствора содержится H₂SO₄

$$\frac{0,1225 \cdot 25}{23} = 0,00532 \text{ г.}$$

Приготовление точных нормальных растворов и поддержание нормальной концентрации требует много времени, поэтому в лабораториях пользуются нормальными растворами с поправкой на титр. Поправка на титр — это отношение концентрации растворенного вещества в данном растворе к концентрации вещества в нормальном растворе.

Например если при приготовлении 0,1 N раствора серной кислоты на 1 л взято 5 г H₂SO₄ вместо необходимых для 0,1 N раствора 4,9 г, то титр будет больше, чем нормальный:

$$\frac{5}{4,9} = 1,02.$$

Если раствор слабее, чем нормальный, то поправка на титр меньше единицы. Обыкновенно на таких растворах делается надпись:

$$\frac{1,02 \cdot 0,1 \text{ N H}_2\text{SO}_4}{0,95 \cdot 0,1 \text{ N NaOH}} \text{ и т. д.}$$

Вычисление результатов с такими растворами тоже очень просто.

Пример. 25 см³ 0,1 N NaOH с поправкой 0,9 нейтрализуют 20 см³ раствора H₂SO₄ неизвестной концентрации.

25 см³ 0,9 · 0,1 N NaOH соответствуют 25 · 0,9 = 22,5 см³ 0,1 N раствора NaOH.

Следовательно 20 см³ нашего раствора H₂SO₄ эквивалентны 22,5 см³ 0,1 N H₂SO₄.

В 22,5 см³ 0,1 N H₂SO₄ содержится $\frac{4,9 \cdot 22,5}{1000}$ г H₂SO₄.

Это же количество содержится и в 20 см³ взятого раствора H₂SO₄, а в 1 см³ раствора находится $\frac{4,9 \cdot 22,5}{1000 \cdot 20}$ г H₂SO₄.

$$x = \frac{49 \cdot 22,5}{10 \cdot 1000} = 0,11 \text{ г.}$$

Зная общий объем раствора и его концентрацию, легко определить и общее количество вещества в растворе.

Определение процента контактирования

Для того чтобы определить процент контактирования, или процент превращения NH_3 в NO , отбирают пробы до контактного аппарата на процент NH_3 и после контактного аппарата на NO . Для отбора проб пользуются шарами Гайара (рис. 106) емкостью 500 см^3 . Шар имеет припаянную пробку с краном.

Шары перед отбором пробы предварительно промываются дистиллированной водой; краник и пробку смазывают.

В шар Гайара для отбора пробы на аммиак наливают 10 см^3 $0,1 \text{ N}$ раствора H_2SO_4 и 15 см^3 воды и индикатора метилрот (2—3 капли).

В шар для отбора нитрозного газа наливают 25 см^3 воды (дистиллированной) и 2—3 капли индикатора метилрот. Затем в обоих шарах создают вакуум (остаточное давление 30—40 мм ртутн) с помощью водоструйного насоса и взвешивают шары на аналитических весах.

Отбор проб на аммиак и окись азота производится одновременно по сигналу, так что время отбора одно и то же — обычно 6—7 сек.

После отбора проб шары снова взвешивают.

Разность весов после отбора пробы и перед отбором ее покажет вес отобранного газа. Шар с аммиаком хорошо встряхивают для полного поглощения его серной кислотой и водой и впускают, открывая краник, в него воздух. Затем титруют содержимое шара раствором $0,1 \text{ N}$ H_2SO_4 .

Число спущенных куб. сантиметров $0,1 \text{ N}$ раствора H_2SO_4 из бюретки записывают.

В шар с нитрозными газами добавляют 20 см^3 1,5%-ного раствора перекиси водорода H_2O_2 для лучшего окисления NO в NO_2 и хорошо встряхивают для полного поглощения NO_2 водой. В шар впускают воздух и промывают шлифы пробки и горлышка водой.

Титруют содержимое $0,1 \text{ N}$ NaOH .

Подсчет результатов титрования производится следующим образом.

На титрование пробы на NH_3 пошло x куб. сантиметров раствора $0,1 \text{ N}$ H_2SO_4 с поправкой K .

Влило в шар 10 см^3 $0,1 \text{ N}$ H_2SO_4 . Следовательно всего



Рис. 106. Шар Гайара.

пошло на нейтрализацию аммиачной воды $(10 + a)$ куб. сантиметров с поправкой $(10 + a) K$ куб. сантиметров $0,1 N H_2SO_4$.

Это эквивалентно количеству NH_3 , заключенного в $(10 + a) K$ куб. сантиметров $0,1 N$ раствора NH_3 .

Следовательно вес NH_3 в отобранной пробе равен $(10 + a) K \cdot 0,0017$ г, где $0,0017$ — количество NH_3 в граммах, соответствующее 1 см^3 $0,1 N$ раствора.

Весовой процент NH_3 равен

$$\frac{(10 + a) K \cdot 0,0017 \cdot 100}{\text{вес пробы}}$$

Для окиси азота подсчитывают весовой процент NH_3 , окисленный в окись азота.

Весовой процент NH_3 , окисленного в NO , равен:

$$\frac{b \cdot K \cdot 0,0017 \cdot 100}{\text{вес пробы}}$$

b — число куб. сантиметров $0,1 N$ раствора $NaOH$; K — поправка, $0,0017$ — количество NH_3 , заключающегося в 1 см^3 $0,1 N$ раствора.

Таким образом процент контактирования будет:

$$\text{процент выхода} = \frac{\text{вес процента } NH_3, \text{ окисленного в } NO \cdot 100}{\text{вес процента } NH_3 \text{ в смеси}};$$

Весовой процент NO в нитрозном газе равен:

$$b \cdot K \cdot \frac{0,003 \cdot 100}{\text{вес пробы}}$$

Определение процента окислов азота ($NO + NO_2$) в выхлопных газах

Отбор пробы производится в сухую бутылку (1—2 л), для чего пускают непрерывную струю выхлопных газов в бутылку и вытесняют весь воздух из бутылки, наполняя ее нитрозным газом. Когда в системе разрежение, то в бутылки предварительно создают разрежение 50—60 мм ртутного столба (остаточное) и затем уже отбирают пробу.

Вливают в бутылку с пробой (отобранной тем или другим способом) через пипетку 25—30 см^3 воды через каучуковую трубку. Хорошо встряхивают бутылку, и когда все окислы

поглощаются водой, открывают краник и вынимают пробку. Все это хорошо промывается. Промывные воды и содержимое бутыли выливают в колбу для титрования. Содержимое оттитровывается 0,1 N раствором NaOH в присутствии метилроta.

Все окислы пересчитываются на NO:

$$\text{Процент NO} = \frac{a \cdot K \cdot 2,24 \cdot 100}{760 \left(1 + \frac{1}{273} t\right)} V,$$

где a — число куб. сантиметров 0,1 N раствора NaOH, израсходованное на титрование,

K — поправка к 0,1 N раствору;

2,24 — число куб. сантиметров NO, которое соответствует 1 см³ 0,1 N раствора NaOH,

p — атмосферное давление в миллиметрах;

V — объем бутыли;

t — температура в помещении.

Для простоты расчетов давление p и температуру t считают постоянными.

Поэтому в формуле все величины кроме a постоянны.

Выражение

$$\frac{K \cdot 2,24 \cdot 100}{760 \left(1 + \frac{1}{273} t\right)} V$$

логарифмируют, и логарифмы его складывают с логарифмом a . По таблице находят процент NO.

Определение общей кислотности

Из общей пробы кислоту наливают в стаканчик с притертой пробкой. Берут пустую стеклянную ампулку и взвешивают ее на аналитических весах.

Через капилляр ампулки забирают пробу кислоты из стаканчика, предварительно прогрев широкую часть ампулки на спиртовой горелке.

Затем капилляр сплавляют и ампулку снова взвешивают. В стеклянную банку наливают 50 см³ дистиллированной воды, опускают туда ампулку, закрывают пробкой и сильно встряхивают. Ампулка разбивается, и кислота смешивается

вается с водой. Все содержимое титруют 0,5 N раствором NaOH в присутствии метилрога, откуда получается:

$$\text{процент HNO}_3 = \frac{a \cdot K \cdot 0,315 \cdot 100}{\text{вес навески}},$$

где a — число куб. сантиметров 0,5 N раствора NaOH, пошедшего на титрование,

K — поправка на полунормальный вес,

0,0315 г — вес HNO₃ в 1 см³ 0,5 N раствора.

Контроль производства в отделении концентрации

Анализы производит цеховая лаборатория.

1. Анализ слабой азотной кислоты. Производится не менее двух раз в смену и выражается в определении крепости и температуры поступающей на концентрацию слабой азотной кислоты. Крепость или плотность кислоты определяют ареометром, пробы отбираются из мерников для слабой азотной кислоты, поступающей в колонну.

2. Анализ крепкой азотной кислоты. Замеряют так же крепость и температуру кислоты, выходящей из кислотных холодильников. Кроме этого производят качественное определение на серную кислоту.

Из взятой пробы отливают в пробирку 2—3 см³ кислоты, приливают 8—10 см³ дистиллированной воды и добавляют раствор BaCl₂. Если азотная кислота содержит серную, то при встряхивании пробирки содержимое ее мутнеет. Если дать пробирке постоять некоторое время, на дне ее образуется осадок (сернокислый барий). Реакция идет по уравнению:



3. Анализ отработанной серной кислоты. Целью анализа является определение присутствия азотной кислоты в отработанной серной. Определение бывает качественное и количественное.

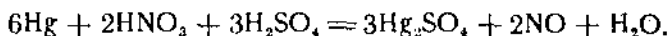
а) Качественное определение. Цель качественного определения — определить только наличие азотной кислоты в серной. Осуществляется это при помощи двух индикаторов: сульфата железа и дифениламина.

Определение сульфатом железа. Пипеткой набирают в пробирку отработанной серной кислоты 5—6 см³. В нее осторожно (держая ее в наклонном положении) доливают

насыщенный раствор сульфата железа. При наличии азотной кислоты в серной на месте соприкосновения в пробирке индикатора и кислоты образуется бурое кольцо. По степени побурения кольца судят о количестве азотной кислоты в серной. Если кольцо слегка бурое, то содержание азотной кислоты в серной небольшое и практически никакой роли не играет.

Определение дифениламином. Пипеткой наливают в пробирку отработанной серной кислоты; добавляют немного дистиллированной воды и каплями вливают раствор дифениламина. В присутствии дифениламина смесь серной и азотной кислот окрашивается в синий цвет. Степень посинения позволяет судить о количестве азотной кислоты в серной.

б) Количественное определение (нитрометром Лунге). Азотная кислота и окислы азота в отработке определяются особым прибором, называемым нитрометром, причем все они в нитрометре переходят в окись азота, реагируя с ртутью по следующему уравнению:



Нитрометр состоит из двух стеклянных трубок, соединенных каучуковой трубкой и укрепленных на штативе (рис. 107). Одна стеклянная трубка градуирована и снабжена трехходовым краном и воронкой. В трубки залита ртуть до половины их. В воронку наливают отработанной кислоты 0,5 или 1 см³. Открывают кран и засасывают кислоту в трубку, затем наливают в воронку 2—3 см³ чистого 92%-ного купоросного масла и также пропускают в трубку, причем следят, чтобы не засосался воздух в нее. Затем градуированную трубку снимают со штатива и встряхивают 2—3 мин.; после встряхивания уравнивают ртуть в обеих трубках.

В правой трубке ртуть должна быть выше уровня ртути левой трубки на $\frac{1}{6}$ столба кислоты в левой трубке.

Расчет производится следующим образом:

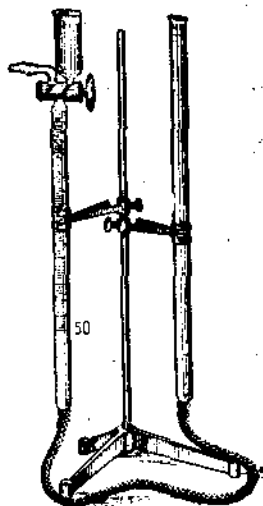


Рис. 107. Нитрометр.

Объем V , занимаемый газом, равен:

$$V_0 = V \frac{p}{760(1 + \frac{1}{273} t)},$$

где V — объем NO в бюретке в куб. сантиметрах,

V_0 — объем NO при 0° и 760 мм,

p — атмосферное давление в миллиметрах ртутного столба,

t — температура помещения.

1 см³ NO соответствует 0,00281 г HNO_3 .

$$\text{Процент } \text{HNO}_3 = \frac{0,00281 \cdot V_0 \cdot 100}{\text{удельный вес} \cdot K},$$

где K — объем взятой отработки.

Стандарт крепкой азотной кислоты

По всесоюзному стандарту (ОСТ) азотная кислота синтетическая крепкая представляет собой продукт концентрации слабой синтетической азотной кислоты. Технические условия:

- 1) содержание HNO_3 не менее 95% по весу;
- 2) содержание окислов азота в пересчете на N_2O_4 не более 0,6%;
- 3) твердого остатка прокаленного не более 0,1%;
- 4) кислота может быть бесцветной или иметь слегка желтоватый цвет.

Расходные коэффициенты

Как известно, для производства крепкой азотной кислоты необходимы купоросное масло, пар, вода, слабая азотная кислота и электроэнергия (последняя как двигательная энергия для насосов и для вентиляторов).

Для получения 1 т крепкой азотной кислоты затрачивается:

- 1) купоросного масла 3,7—4,5 т,
- 2) слабой азотной кислоты 1,03—1,04 т,
- 3) пара 800—900 кг,
- 4) воды 50—60 м³,
- 5) электроэнергии 6—10 квт·ч.

Контрольные вопросы

1. На каком принципе основано определение основных составных частей газовых смесей?
2. В чем заключается работа аппарата Орса?
3. Что такое титр и титрованный раствор?
4. Какие титрованные растворы называются нормальными? Что обозначает 0,1 N; 0,01 N и т. д.?
5. Как определить содержание серной кислоты в крепкой азотной кислоте?

Работа в азотнокислотном цехе связана с рядом опасностей ожогов и отравления обслуживающего персонала.

Рабочий имеет дело с кислотами (серная, азотная), щелочами (жидкий аммиак), газами (окислы азота, сернистый газ, пары азотной кислоты).

Работа с кислотами и щелочами

Кислота (особенно крепкая азотная), попадая на кожу, производит сильные ожоги. Для предохранения тела от ожогов кислотой в отделениях, где это имеет место (отделение концентрации слабой HNO_3), выдается спецодежда (суконный костюм, суконные или резиновые перчатки, га-лоши, резиновые сапоги).

В случае ожога кожи кислотой необходимо тотчас же вытереть насухо (платком, мягкой тряпкой, в крайнем случае спецодеждой) место, куда попала кислота, и промыть большим количеством воды или раствором соды. Затем обожженное место смазать вазелином или специальной мазью и перевязать бинтом.

В азотнокислотном цехе всегда должны быть банки с раствором соды.

Особенное внимание следует обратить на случаи ожогов купоросным маслом. Если прямо начинать смывать купоросное масло водой, то, как известно, вода вступит в соединение с купоросным маслом с выделением тепла, что приведет к еще большим ожогам. Поэтому всегда нужно стереть кислоту мягкой сухой тряпкой.

При работе с кислотами и щелочами особенно нужно беречь глаза. Попадание брызг кислоты в глаза может привести к потере зрения. Очень опасно попадание в глаза жидкого аммиака. В этом случае нужно промыть глаза чистой водой, а при попадании щелочи промыть раствором винно-каменной соли.

При всех работах (ремонт кислотопровода, перекачка и перелив кислот, чистка ящиков и т. д.) необходимо носить

предохранительные очки. На производстве это иногда недооценивают и при опасных работах сплошь и рядом работают без очков. Это конечно увеличивает случаи травматизма (несчастные случаи) на производстве. Концентрированная азотная кислота кроме всего в пожарном отношении представляет большую опасность, так как все органические вещества (солома, дерево, бумага и т. д.) легко воспламеняются. Горящий предмет необходимо заливать большим количеством воды и нейтрализовать известью.

Отравление газами

В азотнокислотном цехе при аварийных случаях, а также при неплотностях в аппаратуре могут выделяться ядовитые газы и пары — окислы азота, сернистый газ; пары азотной кислоты и аммиак.

Окислы азота могут выделяться в большом количестве при проливе азотной кислоты, давлении в окислительной и абсорбционной системах и т. д. Они разрушающе действуют на легкие, голосовые связки, поражают нервную систему. При вдыхании больших доз окислов азота может наступить даже и смерть. Опасность такого отравления усугубляется еще и тем, что признаки отравления окислами азота появляются через несколько часов, а иногда даже и через сутки.

В качестве первой помощи рекомендуется поместить отравившегося на свежий воздух, давать вдыхать кислород, при сильных отравлениях применять искусственное дыхание, в дальнейшем давать пить молоко.

Аммиак оказывает (в больших концентрациях) удушающее действие. Меры, применяемые при отравлении, те же.

Из вышеописанного ясно, какие опасности представляют газы и пары, выделяющиеся при ненормальной работе цеха.

Поэтому на случай таких неполадок и аварий каждый рабочий и ИТР должен иметь противогазовую защиту; самым простым средством является обыкновенный промышленный противогаз.

Промышленный противогаз состоит из резиновой маски с стеклами для глаз, с клапаном для выдыхания и коробкой с клапаном для вдыхания (рис. 108).

Коробка наполняется фильтрующим материалом. Для аммиака, окислов азота, сернистого газа в качестве такового употребляют активированный уголь (зернистый уголь с очень большой поверхностью поглощения; изготавливается

из сосны, кедра и др.). Такой уголь поглощает газообразные частицы, примешанные к воздуху, и таким образом его очищает.

Когда активированный уголь уже больше не поглощает газа, его можно регенерировать, т. е. привести снова в прежнее активное состояние.

Для этого нужно сделать следующее: снять верхнюю крышку коробки, вынуть уголь, промыть его водой и высушить; затем загрузить снова в коробку. Такой уголь работает с прежней активностью. Кроме опасностей ожога и отравления в азотнокислотном цехе могут быть самые разнообразные случаи, связанные с обслуживанием аппаратуры.

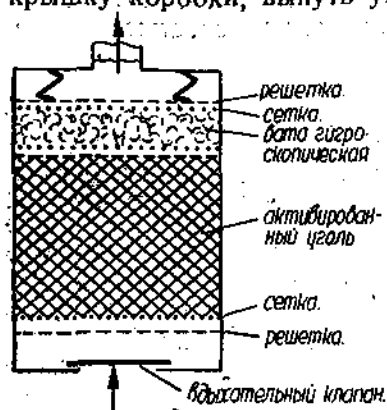


Рис. 108. Коробка противогаса.

Меры безопасности при обслуживании насосов и кислотооборота в цехе

При пуске и работе насоса рабочий не должен касаться движущихся частей насоса (шкив, ремень и т. д.). Нельзя пробовать рукой состояние частей насоса на ходу: может быть захват рукава спецодежды, что приведет к тяжелому повреждению (вывих руки и т. д.). На соединительных муфтах и у ремня должны быть обязательно специальные ограждения. Пол около насосов всегда должен быть чист: грязный и скользкий пол опять-таки приводит к несчастным случаям.

Хранилища кислот (ящики, цистерны) прикрываются всегда крышкой. Крышка делается такой, чтобы не было сдвигов ее на ящике. Отдельные доски сколачиваются прочно друг с другом. Воспрещается вставать на борта открытых хранилищ.

При наполнении ящика кислотой рабочий непрерывно ведет наблюдение за наполнением, так как возможно переполнение ящика; как правило, все такие сборники должны быть снабжены переливной трубой.

При вскрывании и чистке кислотопроводов необходимо всегда надевать предохранительные очки.

Все трубы и краны (особенно керамиковые и ферросилициевые) должны быть на надежной опоре.

Обслуживание электросети и освещения цеха

Как правило, всякие электрические установки электросети обслуживаются специальным приставленным к этому персоналом — монтерами.

Каждый рабочий, обслуживающий электрическую установку, и производственный рабочий должны помнить, что электрический ток представляет большую опасность для жизни человека. Поэтому при уходе за электросетью необходимо быть очень осторожным и осмотрительным.

Производственный рабочий должен помнить следующие правила:

1) Не прикасайся руками и телом к каким бы то ни было электрическим проводам.

2) Не касайся проводов посторонними предметами.

3) При работе с переносной лампой (освещение при чистке ящиков, цистерны и т. д.) не прикасайся к неизолированным местам провода.

4) Если разбился штепсель или выключатель, ни в коем случае не зажигай лампочки скручиванием концов проводов, а заяви об этом администрации.

5) В случае ввинчивания лампочки в патрон не прикасайся к цоколю лампы.

Не ввинчивай лампочки мокрыми и грязными руками.

6) Не обтирай моторов и электрических приборов; помни, что это обязанность электромонтера.

Весь цех, как правило, хорошо освещается. Плохое освещение тоже одна из причин несчастных случаев.

Особое внимание должно быть обращено на освещение в отделении концентрации азотной кислоты и в разливочной кислот.

Такие помещения, где расположены хранилища жидкого аммиака, должны освещаться с улицы прожектором через окно. Нужно избегать в складах аммиака электрической проводки, так как в случае замыкания проскакивают искры, что может привести к взрыву аммиака.

Обращается внимание также на проведение сварочных работ в азотнокислотном цехе: в складе аммиака и в отделении окисления всякие автогенные работы запрещаются.

Деталь, подлежащая сварке, должна выноситься из цеха; если же это сделать невозможно, то аппараты (труба, хо-

лодильники и т. д.) тщательно осматриваются и продуваются азотом; если нужно, делают анализ газа на аммиак.

Контрольные вопросы

1. Какие правила нужно соблюдать в случае ожога купоросным маслом?
2. Каково устройство противогазовой коробки?
3. Как регенерировать отработанный уголь в противогазе?
4. Перечислите правила работы с переносной лампой.

Управление азотнокислотным цехом и связь его с другими цехами завода

Цех азотной кислоты включает в себя несколько отделений. Обыкновенно имеются следующие отделения и подсобные мастерские:

- 1) отделение слабой азотной кислоты с разливочной;
- 2) отделение крепкой азотной кислоты с кислотной станцией по сливу кислот;
- 3) отделение концентрации серной кислоты.

Во главе цеха стоит начальник цеха. Во главе каждого отделения стоит зав. отделением. На некоторых заводах

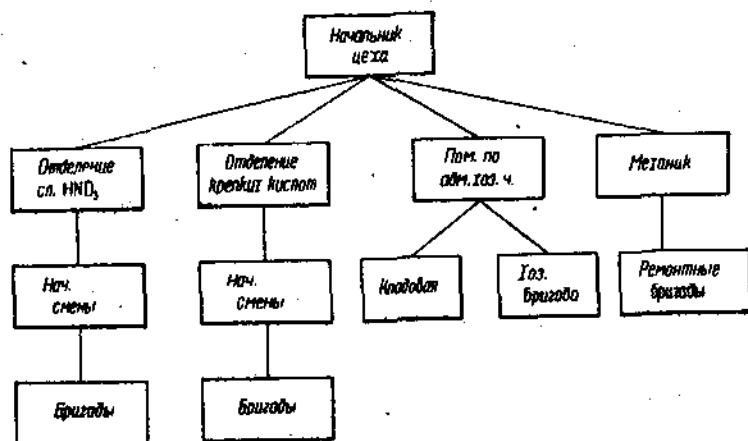


Рис. 109. Схема управления цехом азотной кислоты.

отделение крепкой азотной кислоты и отделение концентрации серной кислоты объединены, т. е. здесь имеется только один зав. отделением. Во главе каждой смены в отделении стоит начальник смены.

Это по линии производственной. По линии же административно-хозяйственной у начальника цеха имеется помощник по административно-хозяйственной части. Всеми ремонтно-механическими работами в цехе руководит механик цеха; ему подчинены все ремонтные бригады. Таким образом управление цехом имеет следующий вид (рис. 109).

Цех азотной кислоты имеет непосредственную связь с следующими цехами завода:

1. Аммиачным цехом, поставляющим основное сырье — аммиак.

2. Сернокислотными цехами, поставляющими серную кислоту на концентрацию (в аппараты Кесслера или Хемико). Серная кислота поступает в таком количестве, чтобы покрыть потери ее в концентрации азотной кислоты. Если отработанная серная кислота из отделения концентрации азотной кислоты сдается в другие цеха (башенный, суперцех и т. д.), то это количество возмещается кислотой из башенного цеха.

3. Цехами аммиачной селитры и других солей, являющимися потребителями слабой азотной кислоты.

Кроме того на работу цеха азотной кислоты влияют транспортный отдел — отгрузка продукции, хозяйственный отдел, снабжения, тары и механические мастерские, изготавливающие запасные части и производящие ремонт аппаратуры.

Хозрасчет в цехе и учет

Хозрасчетной единицей в цехе является бригада. Перевод на хозрасчет производственной бригады означает:

1) Перевод бригады на сдельную оплату труда за количество и качество продукции. Это означает, что члены бригады получают зарплату с тонны выработанной продукции (слабая HNO_3 , крепкая HNO_3 и купоросное масло).

Качество продукции означает, что продукция должна в первую очередь удовлетворять стандарту. За снижение расходных коэффициентов бригада получает премию на договорных началах с администрацией цеха.

2) Бригада берет на себя обязательства выработать кислоты по наряду-заданию; кислота должна быть не ниже стандарта; уменьшить расходные коэффициенты; внести несколько рацмероприятий; устраивать перед работой 10-минутные производственные совещания; содержать в чистоте свою аппаратуру и др.

3) Администрация в свою очередь обязуется снабжать сырьем и полуфабрикатами производственные бригады в количестве, потребном для выполнения производственной программы; снабжать своевременно бригаду спецодеждой, необходимым хозяйственным инвентарем; производить необходимые ремонты аппаратуры; выдавать премию за чистоту прикрепленной к бригаде аппаратуры и др. Хозрасчет усиливает ответственность отдельных членов бригады и бригады в целом за возложенные на них обязанности по производственной линии. В связи с тем что каждая бригада имеет свое задание, особо важное значение приобретает производственный учет. Бригада должна точно учитывать поступающее сырье на переработку и количество выпускаемой продукции. Производственный учет — основа хозрасчета.

Техпромфинплан цеха

На каждый квартал в цехе составляется цеховой промфинплан, который является частью общезаводского промфинплана.

В промфинплан входят следующие разделы:

- 1) планово-предупредительные ремонты;
 - 2) производственная мощность цеха (отделения);
 - 3) производственная программа с учетом простоев по планово-предупредительному ремонту;
 - 4) себестоимость продукции;
 - 5) производственно-технические мероприятия;
 - 6) бригадные задания по месяцам;
 - 7) список прикрепленной к бригадам аппаратуры.
- Рассмотрим каждый раздел.

1. Планово-предупредительные ремонты. Мы уже говорили раньше, что планово-предупредительные ремонты в основном направлены на сохранение аппаратуры и выполнение производственной программы. При составлении графика планово-предупредительных ремонтов исходят из состояния оборудования цеха, из планового задания, а также учитывают зависимость от других отделений и цехов. График составляется на каждое отделение самостоятельно. К графику прилагается описание ремонтов.

2. Производственная мощность отделения и цеха. Производственная мощность отделения — это максимально возможное количество продукции, которое может выработать отделение при полной нагрузке аппаратуры с учетом простоев по планово-предупредительному ремонту. Максималь-

ная мощность агрегата определяется или расчетом или согласно практическим данным.

3. Производственная программа с учетом простоев по плано-предупредительному ремонту. Производственную программу составляют, исходя из наличия сырья для данного производства и сбыта продукции. Так, для слабой азотной кислоты исходят из наличия аммиака и сбыта кислоты в другие цеха и отделения; для крепкой азотной кислоты исходят из наличия купоросного масла и слабой азотной кислоты.

4. Себестоимость продукции. В этом разделе намечаются мероприятия по снижению себестоимости, главным образом мероприятия по уменьшению расходных коэффициентов, так как расходные коэффициенты в основном определяют себестоимость продукции.

5. Производственно-технические мероприятия. В этом разделе составляется перечень мероприятий производственно-технического характера, обеспечивающих нормальную работу цехов и отделений.

Сюда входят все мероприятия, выполняемые подсобными цехами завода.

6. Бригадные задания по месяцам. Бригаде дается разработанное по дням производственное задание. Сюда же входят и все расходные коэффициенты.

Это задание прилагается к хозрасчетному договору.

7. Список прикрепленной аппаратуры. К каждой бригаде в целях лучшего ухода за аппаратурой прикрепляется определенная аппаратура и оборудование. За состояние этой прикрепленной аппаратуры бригада полностью отвечает.

Промфинплан составляется на каждый вид продукции отдельно (слабая HNO_3 , крепкая HNO_3 и купоросное масло).

Нужно сказать, что техпромфинплан получится реальным только тогда, если в составлении его участвуют все рабочие и ИТР цеха. Кроме цехового техпромфинплана и плана по отделению практикуется составление бригадного промфинплана. На основе бригадного промфинплана очень легко составить и техпромфинплан отделения и цеха.

Себестоимость азотной кислоты и калькуляция

Себестоимость или цена полученной азотной кислоты определяется расходами на сырье, расходами на рабсилу, расходами накладного характера и общезаводскими расходами.

Отдельные расходы распределяются по калькуляции следующим образом.

За 100% взята общезаводская себестоимость слабой HNO_3 .

Производственные расходы	
Платина	0,5—1%
Аммиак	77—80%
Электроэнергия	1,5—2%
Пар	0,5—0,6%
Вода	0,5—0,6%
Рабсила	2—3%
Всего производственных расходов . .	82—87%

Накладные расходы	
Содержание цеховой администрации, конторы, лаборатории	} 5,60/q
Дополнительные расходы	
Охрана труда	
Подвозка материалов	
Содержание машин, аппаратов, обо- рудования	
Текущий ремонт	
Амортизация	
Освещение	
Всего накладных расходов	5—6%
Цеховая себестоимость	94—95%
Общезаводские расходы	5—6%

Заводская себестоимость 100%

Как видно, самыми главными статьями расхода являются производственные расходы, куда входит 82—87% всех расходов.

Из накладных расходов особое внимание должно быть обращено на статью текущих ремонтов; часто бывают случаи, когда текущий ремонт составляет значительную часть накладных расходов.

В денежном выражении цена слабой азотной кислоты в среднем (по ценам 1927 г.) составляет 210—220 руб. за 1 т—это в установках под давлением. В установках без давления цена азотной кислоты примерно 250—260 руб. за 1 т. Перерасход идет главным образом за счет аммиака.

Расходы на концентрацию азотной кислоты сводятся к расходам на концентрацию полученной отработанной серной кислоты. Кроме того себестоимость крепкой азотной

кислоты зависит и от крепости поступающей слабой кислоты, так как расходный коэффициент по купоросному маслу на 1 т HNO_3 зависит от концентрации поступающей на укрепление азотной кислоты.

Стоимость концентрации азотной кислоты составляет на 1 т HNO_3 примерно 120—140 руб. Таким образом себестоимость крепкой азотной кислоты составит: себестоимость слабой HNO_3 плюс стоимость концентрации слабой HNO_3 в крепкую, т. е. от 330 до 400 руб. за 1 т

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
От издательства	3
Введение	4
История развития азотной промышленности	5
Круговорот азота в природе	7
Применение азотной кислоты	9
I. Основные сведения об азотной кислоте	13
Состав азотной кислоты	—
Физические свойства азотной кислоты	—
Удельный вес и крепость азотной кислоты	16
Учет азотной кислоты	17
Химические свойства азотной кислоты	19
Контрольные вопросы	—
II. Материалы для изготовления аппаратуры в азотнокислотном производстве	2
Алюминий	—
Свинец	22
Железо	23
Медь	24
Хром	25
Никель	—
Кремний	—
Кислотоупорные сплавы	—
Керамика	29
Контрольные вопросы	—
III. Основные способы получения азотной кислоты	30
Получение азотной кислоты из селитры	—
Получение азотной кислоты дугowym способом	32
Получение азотной кислоты окислением аммиака	33
Контрольные вопросы	37
IV. Сырье для производства азотной кислоты	38
Аммиак	—
Химические свойства аммиака	—
Получение аммиака	—
Понятие о критической температуре и давлении. Сжижение аммиака	41

	Стр.
Хранение аммиака	44
Транспортирование жидкого аммиака	45
Испарители аммиака	46
Аммиачная вода	47
Газгольдеры	48
Воздух	49
Контрольные вопросы	51
V. Окисление аммиака в окислы азота	52
Катализаторы	—
Концентрация кислорода	53
Время соприкосновения смеси с катализатором и температура	55
Давление	57
Яды и регенерация сеток	—
Потери платины	—
Потери платины	58
Взрывчатость воздушноаммиачной смеси	60
Контрольные вопросы	—
VI. Установки для окисления аммиака	61
Установка фирмы Бамаг	—
Схема установки	—
Аппаратура	64
Измерительные приборы	71
Ведение процесса окисления аммиака	75
Установка системы Химстроя	80
Схема производства	—
Аппаратура	84
Измерительные приборы	86
Ведение процесса окисления и режим	87
Аварии и неполадки в установках окисления аммиака	89
Обслуживание и уход за аппаратурой	90
Планово-предупредительный ремонт	92
Контрольные вопросы	93
VII. Окисление окиси азота в двуокись и абсорбция окислов азота	94
Свойства окислов азота	—
Азотистая кислота	—
Азотная кислота	—
Окисление окиси азота в двуокись	—
Абсорбция двуокиси азота	104
Концентрация получаемой кислоты	107
Абсорбция окислов щелочами и серной кислотой	—
Контрольные вопросы	108
VIII. Абсорбционные установки	109
Установка системы Фришера	—
Схема производства	—
Режим, отклонения и управление процессом	114

	Стр.
Абсорбционная установка Уде	117
Схема производства	—
Абсорбционная башня	122
Режим кислой абсорбции	124
Щелочная абсорбция	126
Пуск и остановка абсорбционного отделения	127
Расходные коэффициенты	123
Транспорт слабой азотной кислоты	129
Разлив слабой азотной кислоты в бутылки	130
Перекачка кислот	—
Передвижение жидкости	—
Центробежные насосы	133
Монтажу	133
Трубопроводы	—
Контрольные вопросы	142

IX. Производство азотной кислоты под давлением 143

Установка по способу фирмы Дюпон	—
Схема производства	—
Сжатие воздуха	148
Аппаратура	150
Режим производства и управления процессом	165
Измерение потоков аммиака, воздуха и воды	—
Отклонения от нормального режима. Неполадки	167
Автоматическое выключение аммиака	169
Пуск агрегата	174
Остановка агрегата	176
Предупредительный ремонт	177
Установка системы Фаузера	178
Сравнение систем производства азотной кислоты	180
Установки без давления	—
Установки, где абсорбция — под давлением, а окисление — без давления (Фаузер)	181
Установки под давлением (Дюпон)	—
Установки для получения концентрированной азотной кислоты	82
Контрольные вопросы	183

X. Производство концентрированной азотной кислоты 184

Применение концентрированной азотной кислоты	—
Перегонка азотной кислоты	—
Производство купоросного масла	188
Способы концентрации азотной кислоты с купоросным маслом	191
Схема установки концентрации	—
Аппаратура	194
Ведение процесса концентрации	200
Учет кислот	211
Учет купоросного масла	—
Учет отработанной серной кислоты	212
Учет крепкой азотной кислоты	213

	Стр.
Планово-предупредительный ремонт	—
Аварии и неполадки	214
Перевозка и хранение крепкой азотной кислоты	215
Контрольные вопросы	216
XI. Контроль производства азотной кислоты	217
Анализ газа на кислород	—
Газоанализатор Моно	219
Понятие о титровании	220
Определение процента контактирования	223
Определение процента окислов азота ($\text{NO} + \text{NO}_2$) в выхлопных газах	224
Определение общей кислотности	225
Контроль производства в отделении концентрации	226
Стандарт крепкой азотной кислоты	228
Расходные коэффициенты	—
Контрольные вопросы	229
XII. Техника безопасности в азотнокислотном цехе	230
Работа с кислотами и щелочами	—
Отравление газами	231
Меры безопасности при обслуживании насосов и кислотооборота в цехе	232
Обслуживание электросети и освещения цеха	233
Контрольные вопросы	334
XIII. Организационные и экономические вопросы производства	235
Управление азотнокислотным цехом и связь с другими цехами завода	—
Хозрасчет в цехе и учет	236
Техпромфинплан цеха	237
Себестоимость азотной кислоты и калькуляция	238



Рецензент ГВУЗа НКТП СССР инж. Г. Е. Пушкин.

Редактор Л. Я. Френкель.

Технический редактор М. Лурье и П. Погудкин.

Сдана в набор 25/VII 1934 г.

Подписана к печати 27/VIII 1934 г.

Формат 82 × 110/16.

ГХТИ № 648. Бум. листов 3/16.

Тип. зн. в 1 бум. л. 181.280.

Уполн. Главмита № В-92720.

Тираж 2.500 — авт. л. 15%.

Замов № 2091.