

В производстве аммиачной селитры на стадии нейтрализации азотной кислоты аммиаком актуальной экологической проблемой является большие выбросы тумана аммиачной селитры [1], что приводит к значительным потерям продукционной селитры. Для эффективной очистки газов от тумана токсичных веществ известно применение эффективных волокнистых фильтрующих элементов [2,3,4]. Основное количество тумана NH_4NO_3 образуется в процессе абсорбции аммиака азотной кислотой. Кинетика процесса абсорбции и десорбции аммиака приведена в работах [5,6]. Исследовалась эффективность фильтра, состоящего из двух слоев стекловолокна и промежуточного дренажного слоя из фторинового волокна. Общая плотность упаковки пакета фильтра 2,5 кг/м². Толщина слоев стекловолокна 4 мм, фторинового – 3 мм. Диаметр волокон 25 мкм. Для исследования эффективности фильтров по улову тумана аммиачной селитры разработана установка, представленная на рисунке 1. Принцип работы установки следующий. При помощи дозаторов 1 и 2 в нейтрализатор 3 подаются аммиачная вода и азотная кислота. Одновременно в нейтрализатор при помощи воздуходувки 5 подается воздух. При помощи крана 7 газовый поток направляется для определения концентрации аэрозоля до и после фильтра. Основной поток в первую очередь проходит через расходомер 9, установленный до нейтрализатора. На аналитическом фильтре АФА 8 через ответвления идут небольшие потоки, регулируемые кранами 7, и измеряемые расходомерами 9. По времени прохождения газового потока и расходу определяется объем прошедшего воздуха. По ГОСТ 14839.3-69 «Промышленные вещества взрывчатые. Метод определения содержания аммиачной селитры» определяется количество аэрозоля, соответствующее этому объему. После трехходового крана поток так же через некоторое время направляется на исследуемый фильтр 10, погруженный в баню с солевым раствором CaCl_2 11. Нагревание осуществляется электрическим нагревателем 12. Концентрацией соли регулировали температуру кипения раствора, и температуру фильтра. После исследуемого фильтра поток так же направляется на АФА и расходомер для определения концентрации. Рис. 1 Экспериментальная установка исследования эффективности фильтров для улова тумана аммиачной селитры: 1 – дозатор аммиачной воды; 2 – дозатор HNO_3 ; 3 – нейтрализатор; 4 – электрическая плитка; 5 – воздуходувка; 6 – лабораторный трансформатор; 7 – краны; 8 – патроны для аналитических фильтров АФА; 9 – расходомеры; 10 – исследуемые фильтры; 11 – баня с раствором CaCl_2 ; 12 – электронагреватель

Методика проведения эксперимента заключалась в следующем. 1) Нейтрализатор 3 на треть заполняется 70%-ным раствором аммиачной селитры, дозаторы 1 и 2 требуемым количеством аммиачной воды и азотной кислоты соответственно. Баня 11 заполняется раствором CaCl_2 , концентрация которого определяется требуемой температурой. 2) Лабораторный трансформатор 6, плитка 4 и нагревательный элемент 12 включаются в сеть переменного тока

(220В, 5А, 50Гц). 3) После закипания растворов необходимо выждать 5 минут для прогрева исследуемого фильтра. Затем из дозаторов начинает подаваться аммиачная вода и азотная кислота с требуемой скоростью. При помощи лабораторного трансформатора 6 устанавливается требуемый расход газового потока, открываются краны 7, засекается время. 4) Когда один из реагентов закончится, кран 7 закрывается, отсчет времени останавливается и установка отключается от сети. 5) Расход и время прохождения газового потока записываются в таблицу данных. 6) Фильтры АФА извлекаются из патронов и помещаются в колбы для анализа. Содержание аммиачной селитры на фильтрах определяется по методу, в основе которого лежит ГОСТ 14839.3-69 [7]. 7) В колбу приливается 25 мл горячей (50-60°C) дистиллированной воды и добавляется две – три капли фенолфталеина, раствор перемешивается вращательными движениями колбы. Далее в колбу приливается либо раствор NaOH (при кислой реакции раствора) либо H₂SO₄ (при щелочной реакции раствора) до появления слабого розового окрашивания. После этого приливается 3 мл формалина и две – три капли фенолфталеина. Раствор вновь перемешивается вращательными движениями колбы 5-10 мин. На практике трудно обеспечить полную нейтральность газового потока из-за необходимости точной дозировки компонентов. Поэтому газовый поток имеет либо щелочную либо кислую реакцию. Если газовый поток щелочной, то аммиак, осевший на АФА, будет реагировать с HNO₃ выделяющейся при реакции формалина с аммиачной селитрой, занижая реальное количество селитры на фильтре. Если же среда кислая, то избыточное количество азотной кислоты на АФА завысит реальное количество нитрата аммония на фильтре. Поэтому при титровании, прежде чем добавлять формалин необходимо добиться нейтральности раствора. 8) Далее полученный раствор титруют 0,01 нормальным раствором NaOH до появления слабого розового оттенка, не исчезающего в течение 1 мин. Количество раствора NaOH ушедшего на титрование записывают в таблицу. В промышленных условиях концентрация аэрозоля NH₄NO₃ до очистки отходящих газов находится в пределах 1-10 г/м³. Соответствующая концентрация NH₄NO₃ перед выбросами в атмосферу должна быть не более – 0,03 г/м³. Низкая концентрация NH₄NO₃ на выходе требует увеличения точности определения массы селитры на фильтре. Для повышения точности использован не 0,1 нормальный раствор NaOH, а 0,01 нормальный, что повысило точность в 10 раз по сравнению с методикой по ГОСТ 14839.3-69. Формулы и вычисления 1) Расход газового потока определяется по тарировочному графику расходомера. 2) Объем V прошедшего через фильтры газового потока определяется по выражению: $V = Q \cdot \tau$, (1) где Q – расход потока в л/мин; τ – время прохождения потока в мин. 3) Масса NH₄NO₃ на фильтре определяется по выражению: $m = x \cdot 0,8$, (2) где x – объем 0,1 нормального раствора NaOH в мл, ушедшего на титрование; m – масса NH₄NO₃, г $\times 10^{-3}$. 4) Концентрация аэрозоля в потоке в г/м³ определяется по

формуле: $c = m / V$, (3) где: m – масса NH_4NO_3 , г; V – объем потока, м³. 5) Эффективность фильтра рассчитывается как: $\eta = (1 - c_2 / c_1) \cdot 100\%$, (4) где c_1 – концентрация аэрозоля до фильтра, г/м³; c_2 – концентрация аэрозоля после фильтра, г/м³. Результаты экспериментального исследования эффективности улова аэрозоля аммиачной селитры при температуре 100°C на неорошаемом фильтре, представлены на рисунке 1. По результатам экспериментального исследования построен график зависимости эффективности улова тумана аммиачной селитры от концентрации тумана в газе (рис. 1). Рис. 2 – Зависимость эффективности стекловолокнистого фильтра по улову тумана аммиачной селитры с дренажным слоем из фторинового волокна от входной концентрации тумана NH_4NO_3 на входе. Из кривой (рис 2) видно, что с увеличением концентрации тумана NH_4NO_3 в газе эффективность фильтра возрастает. Из кривой рис. 1 видно, что с уменьшением концентрации тумана NH_4NO_3 в газе эффективность фильтра уменьшается. На рис. 3 представлена зависимость скорости процесса улова тумана от величины средней логарифмической концентрации NH_4NO_3 в газе. Рис. 3 – Зависимость скорости процесса улова тумана от величины средней логарифмической концентрации в газе. Из рис. 3 видно, что механизм процесса улова аммиачной селитры остается постоянным в широком диапазоне изменения концентрации NH_4NO_3 . Зависимость скорости улова тумана NH_4NO_3 от концентрации аммиачной селитры в газе описывается уравнением: $Q = k C^2_{\text{NH}_4\text{NO}_3}$ (5) где k – константа скорости; C – средняя логарифмическая концентрация тумана в газе. Уловленный фильтром туман растворяется на фильтре и стекает с фильтра в виде конденсата. Квадратичная зависимость скорости улова тумана в уравнении (5) говорит о том, что размеры частиц тумана являются мелкими. Подобная зависимость подтверждается экспериментальными данными по улову мелких частиц тумана кислот [4]. На основе выполненного исследования разработаны принципиально новые промышленные аппараты для эффективной очистки отходящих газов в производстве аммиачной селитры.