



(19) **UA** (11) **73 638** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 01B 21/14**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 2003087438, 06.08.2003

(24) Дата начала действия патента: 15.08.2005

(46) Дата публикации: 15.08.2005

(72) Изобретатель:

Мамедов Абиль Абасович, UA,
Барабаш Иван Иванович, UA,
Коноплина Ольга Викторовна, UA

(73) Патентовладелец:

УКРАИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И
ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ АЗОТНОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ПРОДУКТОВ
ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА, UA

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГИДРОКСИЛАМИНСУЛЬФАТА

(57) Реферат:

Изобретение касается химической промышленности, а именно способа получения гидроксиламинсульфата (ГАС), который применяется в производстве капролактама. Способ включает приготовление реакционной смеси аммиака, кислорода и водного пара, каталитическое окисление аммиака под давлением, более 0,3 МПа, концентрирование нитрозного газа за счет конденсации водного пара с выделением азотнокислого конденсата (АКК), смешивание сконцентрированного нитрозного газа с водородом и смесью, которая содержит серную кислоту и воду, синтез ГАС. При этом тепло нитрозного газа используют для дополнительного концентрирования АКК и раствора ГАС. АКК концентрируют до массовой части азотной кислоты не менее, чем 40 %. Раствор ГАС концентрируют

до массовой части 40 % за счет тепла конденсации пара дистиллята, который образуется при концентрировании АКК. Пар дистиллята и часть вторичного пара, который образовался после концентрирования раствора ГАС, используют в виде конденсатов для разбавления серной кислоты. Использование данного изобретения обеспечивает снижение капитальных и энергетических расходов на изготовление продукта и упрощение управления процессом.

Официальный бюлетьень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2005, N 8, 15.08.2005. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **73 638** (13) **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 01B 21/14**

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 2003087438, 06.08.2003

(24) Effective date for property rights: 15.08.2005

(46) Publication date: 15.08.2005

(72) Inventor:

Mamedov Abil Abasovych, UA,
Barabash Ivan Ivanovych, UA,
Konoplina Olha Viktorivna, UA

(73) Proprietor:

UKRAINIAN STATE RESEARCH AND DESIGN
INSTITUTE OF NITROGEN INDUSTRY AND
PRODUCTS OF ORGANIC SYNTHESIS, UA

(54) **A METHOD FOR PRODUCING HYDROXYLAMINESULFATE**

(57) Abstract:

The invention concerns the chemical industry, particularly a method for producing hydroxylamine sulfate (HAS) being used in the production of caprolactam. The method comprises preparing the reaction mixture of ammonia, oxygen and water vapor, catalytic oxidation of ammonia at a pressure more than 0.3 MPa, concentrating the nitrose gas due to the condensation of water vapor with isolation of nitrate condensate, mixing the concentrated nitrose gas with hydrogen and mixture containing sulphuric acid and water, hydroxylamine sulfate synthesis. At that nitrose gas heat is used for the additional concentrating nitrate condensate and hydroxylamine sulfate solution. The nitrate condensate is concentrated to the nitric acid weight particle of not less

than 40 %. The hydroxylamine sulfate solution is concentrated to the weight particle of 40 % due to the condensation of the distillate vapor being formed during concentration of nitrate condensate. The distillate vapor and a part of secondary vapor formed after concentrating hydroxylamine sulfate solution, are used in the form of condensates for the dilution of sulphuric acid. The use of this invention provides reducing capital and energy expenses for manufacturing product and simplification of the process control.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2005, N 8, 15.08.2005. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **73 638** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 01B 21/14**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2003087438, 06.08.2003

(24) Дата набуття чинності: 15.08.2005

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.08.2005

(72) Винахідник(и):

Мамедов Абіль Абасович, UA,
Барабаш Іван Іванович, UA,
Конопліна Ольга Вікторівна, UA

(73) Власник(и):

УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ
НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ І ПРОЕКТНИЙ
ІНСТИТУТ АЗОТНОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ І
ПРОДУКТІВ ОРГАНІЧНОГО СИНТЕЗУ, UA

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ГІДРОКСИЛАМІНСУЛЬФАТУ

(57) Реферат:

Винахід стосується хімічної промисловості, а саме способу одержання гідроксиламінсульфату (ГАС), який застосовується у виробництві капролактаму. Спосіб включає приготування реакційної суміші аміаку, кисню і водяної пари, каталітичне окиснення аміаку під тиском, більшим за 0,3 МПа, концентрування нітрозного газу за рахунок конденсації водяної пари з виділенням азотнокислого конденсату (АКК), змішування сконцентрованого нітрозного газу з воднем та сумішшю, що містить сірчану кислоту і воду, синтез ГАС. При цьому тепло нітрозного газу

використовують для додаткового концентрування АКК і розчину ГАС. АКК концентрують до масової частки азотної кислоти не менше за 40 %. Розчин ГАС концентрують до масової частки 40 % за рахунок тепла конденсації пари дистилату, що утворюється при концентруванні АКК. Пару дистилату і частину вторинної пари, що утворилася після концентрування розчину ГАС, використовують у вигляді конденсатів для розбавлення сірчаної кислоти. Використання даного винаходу забезпечує зниження капітальних та енергетичних витрат на виготовлення продукту та спрощення керування процесом.

Опис винаходу

Винахід відноситься до хімічної промисловості, а саме - до способу одержання гідроксиламінсульфату (ГАС), що застосовується у виробництві капролактаму.

Одержання концентрованого монооксиду азоту, що застосовується в синтезі ГАС, каталітичним окисленням аміаку неминує супроводжується утворенням розбавлених розчинів азотної кислоти [див. пат. США 3110563, опублікований 12.11.1963р.], утилізація яких призводить до значних капітальних і експлуатаційних витрат. У виробництві ГАС застосовують різні методи утилізації цих відходів. Відомий спосіб одержання ГАС, який включає приготування реакційної суміші аміаку, кисню і водяної пари, каталітичне окислення аміаку, стабілізацію складу нітрозного газу шляхом гідрування на срібно-марганцевому каталізаторі, його двостадійне концентрування конденсацією пар води, змішування сконцентрованого нітрозного газу з воднем, сумішшю сірчаної кислоти, води, конденсату першої стадії концентрування нітрозного газу, каталізату після гідрування конденсату другої стадії концентрування нітрозного газу, каталітичне гідрування цього конденсату в присутності платинового каталізатора і синтез ГАС. [див. заявка ЄПВ №945401, МПК6 C01B21/14, оп. 1999р.].

Таким чином досягається повна утилізація розбавлених азотнокислих стоків. Однак цей спосіб характеризується складністю в управлінні і значними капітальними і експлуатаційними витратами, зумовленими необхідністю стадій стабілізації нітрозного газу, його стиснення і каталітичного гідрування азотнокислого конденсату. Крім того, тепло нітрозного газу при цьому втрачається безповоротно.

Найбільш близьким до способу, що заявляється, по технічній суті і ефекту, що досягається є спосіб одержання ГАС, що включає приготування реакційної суміші аміаку, кисню і водяної пари, каталітичне окислення аміаку, стабілізацію нітрозного газу шляхом гідрування на срібно-марганцевому каталізаторі, його двостадійне концентрування конденсацією пар води [див. пат. РФ №2045471, МПК6 C01B21/14, оп. 10.10.1995, Бюл. №28 - прототип]. На першій стадії конденсації виділяється близько 70% конденсату, що містить азотну кислоту з масовою часткою до 0,3%, на другій - утворюється азотна кислота з масовою часткою до 5-6%. Конденсат першої стадії направляють на розбавлення сірчаної кислоти, конденсат другої стадії після упарювання до 40-45% нагрівають до 300°C і змішують з основним потоком нітрозного газу, що надходить на стабілізацію, а пари води направляють на приготування суміші аміак, кисень, пара. Як і у вищеведеному способі, утилізація розбавлених азотнокислих стоків приводить до значного ускладнення схеми, її ненадійності і істотним капітальним витратам.

Задачею цього винаходу є удосконалення способу одержання ГАС шляхом зміни схеми, як то виключення стадій каталітичного гідрування азотнокислого конденсату, стабілізації нітрозного газу і його стиснення, і параметрів процесу так, щоб знизити капітальні і експлуатаційні витрати і спростити управління і регулювання процесом.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі одержання гідроксиламінсульфату, який включає приготування реакційної суміші аміаку, кисню і водяної пари, каталітичне окислення аміаку, концентрування нітрозного газу за рахунок конденсації водяних пар з виділенням азотнокислого конденсату (АКК), змішування сконцентрованого нітрозного газу з воднем та сумішшю, що містить сірчану кислоту і воду, і синтез ГАС, відповідно винаходу каталітичне окислення аміаку здійснюють під тиском більш 0,3 МПа, додатково здійснюють концентрування АКК і розчину ГАС, використовуючи тепло нітрозного газу, при цьому АКК концентрують до масової частки азотної кислоти не менше 40%, а розчин ГАС концентрують до масової частки 40% за рахунок тепла конденсації пари дистилляту, що утворюється при концентруванні АКК. Цей дистиллят, а також частину вторинної пари, що утворюється після концентрування розчину ГАС, використовують у вигляді конденсатів для розбавлення сірчаної кислоти. Конденсат з масовою часткою азотної кислоти близько 40% видають як готовий продукт і він може бути використаний у виробництві мінеральних добрив.

Здійснення заявленого способу пояснюється схемою, представленою на Фіг.1.

Спосіб здійснюють таким чином.

Для одержання 1 тонни гідроксиламіну в годину в змішувачі 1 приготують реакційну суміш з 817,5кг/год аміаку, 2052,6кг/год кисню і 4021кг/год водяної пари і направляють в реактор 2, де на платиновідних сітках здійснюють парокисневу конверсію аміаку під тиском більше за 0,3МПа, наприклад 0,3-0,35МПа. Тепло реакції окислення аміаку використовують для одержання пари, охолоджуючи нітрозний газ в котловій частині реактора 2. Отриманий нітрозний газ (NOx) далі надходить у кип'ятильник 3 колони 6 дистиляції азотнокислого конденсату, де конденсуються пари води з виділенням азотнокислого конденсату (АКК) і концентрується нітрозний газ. Тепло конденсації пар води використовується для концентрування азотнокислого конденсату від масової частки 7-8.5% до масової частки 40%. Утворений при цьому газоподібний дистиллят, що містить азотну кислоту з масовою часткою до 0,25%, надходить у теплообмінник 7, куди як охолоджувальну рідину подають розчин ГАС з масовою часткою близько 24%. Нагрітий за рахунок конденсації водяних пар дистилляту розчин ГАС надходить в сепаратор 8, де під розрідженням з розчину випаровуються водяні пари при температурі 60-85 °С. Сконцентрований розчин містить ГАС з масовою часткою близько 40%. Нітрозний газ після кип'ятильника 3 колони дистиляції 6 надходить в теплообмінник 4, де відбувається конденсація залишкових пар води з утворенням азотнокислого конденсату з масовою часткою 7-8.5% і охолодження сконцентрованого нітрозного газу до 40°C, після чого його очищують від оксиду азоту (IV) в скрубєрі 5 і подають на стадію синтезу ГАС 11 в кількості 1092кг/год. Сконденсований дистиллят з масовою часткою азотної 0,25%, а також частина конденсату вторинної пари (ВП) після сепаратора 8 і конденсатора вторинної пари 9 направляють на розбавлення концентрованої сірчаної кислоти в стадію 10. Кубовий залишок з колони дистиляції 6 з масовою часткою азотної

