

ВЛИЯНИЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ НА ПРОЦЕСС КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СУЛЬФАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ

**Н. В. Орлова, А. Г. Яценко, Н. Ц. Гатапова,
О. В. Шевцова, Е. В. Мыльникова**

*Кафедра «Технологические процессы, аппараты и техносферная безопасность»,
ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия; kviper@cen.tstu.ru*

Ключевые слова: гранулометрический состав; кристаллизация; насыпная плотность; растворимость; серная кислота; сульфаминовая кислота.

Аннотация: Проведены исследования процесса массовой кристаллизации сульфаминовой кислоты из насыщенных растворов. Исследовано влияние концентрации серной кислоты в растворе на растворимость сульфаминовой кислоты, кинетику процесса кристаллизации и гранулометрический состав готового продукта.

В производстве сульфаминовой кислоты (САК) стадия кристаллизации является не только основополагающей для получения продукта с заданным гранулометрическим составом и минимальным количеством примесей, но и определяет длительность процесса, энерго- и водопотребление. После сульфирования, которое проводится с избытком сульфорирующего агента, полученную суспензию подают в кристаллизатор на воду в целях исключения содержания сульфатов в продукте. Однако неоднократное разбавление приводит к снижению выхода целевого продукта, а также увеличению кислых стоков, утилизация которых требует дополнительных затрат.

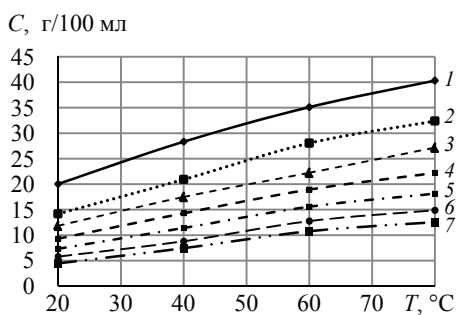


Рис. 1. Изменение растворимости *C* сульфаминовой кислоты в зависимости от температуры *T* при различных концентрациях серной кислоты, г/л:
1 – 0; 2 – 50; 3 – 100; 4 – 150;
5 – 200; 6 – 250; 7 – 300

Данные по растворимости сульфаминовой кислоты в растворах серной кислоты в справочной литературе не представлены, поэтому для изучения процесса кристаллизации определена растворимость САК в растворах с серной кислотой. Для определения влияния неорганических примесей на растворимость САК процесс проводили в дистиллированной воде и растворах серной кислоты с концентрацией 50...300 г/л при температуре в пределах 20...80 °C (рис. 1).

Очевидно, что большая часть САК растворяется в интервале 20...60 °C. С увеличением концентрации серной кислоты растворимость САК уменьшается, однако линейная зависимость от температуры сохраняется.

Для исследования процесса кристаллизации разработана лабораторная установка (рис. 2). В кристаллизатор заливалась дистиллированная вода, затем порциями добавлялось расчетное количество серной кислоты. Смесь нагревалась до требуемой температуры за счет подачи горячей воды в рубашку. По достижению заданной температуры, которая поддерживалась с помощью термостата, загружалась навеска сульфаминовой кислоты. Суспензия выдерживалась до полного растворения кислоты при интенсивном перемешивании.

Чтобы избежать возникновения большого числа центров кристаллизации и увеличить тем самым размер получаемых кристаллов, охлаждающую воду в рубашку подавали после выдержки в течение 1 ч, а затем охлаждали до конечной температуры с различной скоростью.

Для контроля процесса измерялись температуры суспензии в кристаллизаторе, теплоносителя или хладагента на входе и выходе из рубашки аппарата. Данные с термодатчиков с интервалом в 5 с поступали на компьютер для дальнейшей обработки.

В работах [2 – 5] по определению влияния начальной температуры раствора и частоты вращения мешалки на кинетику процесса кристаллизации и гранулометрический состав сульфаминовой кислоты установлены оптимальная начальная температура раствора 65 °С и частота вращения мешалки 40 об/мин. Концентрация серной кислоты варьировалась в диапазоне 50...300 г/л.

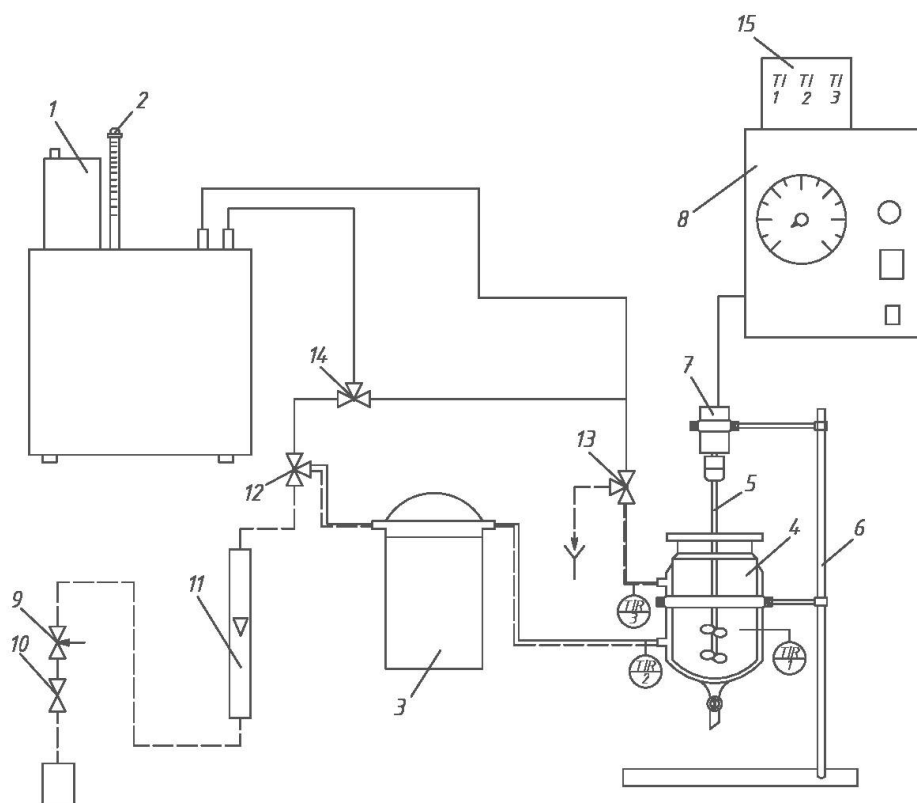


Рис. 2. Лабораторная установка для изучения процесса кристаллизации:

- 1 – термостат; 2 – термометр; 3 – фильтр; 4 – кристаллизатор; 5 – мешалка;
- 6 – штатив; 7 – привод; 8 – регулятор частоты; 9 – вентиль регулирующий;
- 10 – кран проходной; 11 – ротаметр; 12 – 14 – кран трехходовой;
- 15 – прибор самопишущий, с возможностью подключения к ПК

Термограммы процесса кристаллизации при различных концентрациях серной кислоты представлены на рис. 3, из которого видно, что с увеличением концентрации серной кислоты в растворе значительно увеличивается температура начала кристаллизации от 23,1 до 32 °С при концентрации 0 и 300 г/л соответственно. Температура начала массовой кристаллизации отличается на 2...3 °С: 19,8; 21,4; 22,2 °С при концентрации 0, 150 и 300 г/л соответственно. Кроме того при массовой кристаллизации в растворе без серной кислоты наблюдается ярко выраженный скачок температуры на 4,5 °С в течение 3–4 мин, что при кристаллизации в растворах с серной кислотой не прослеживается.

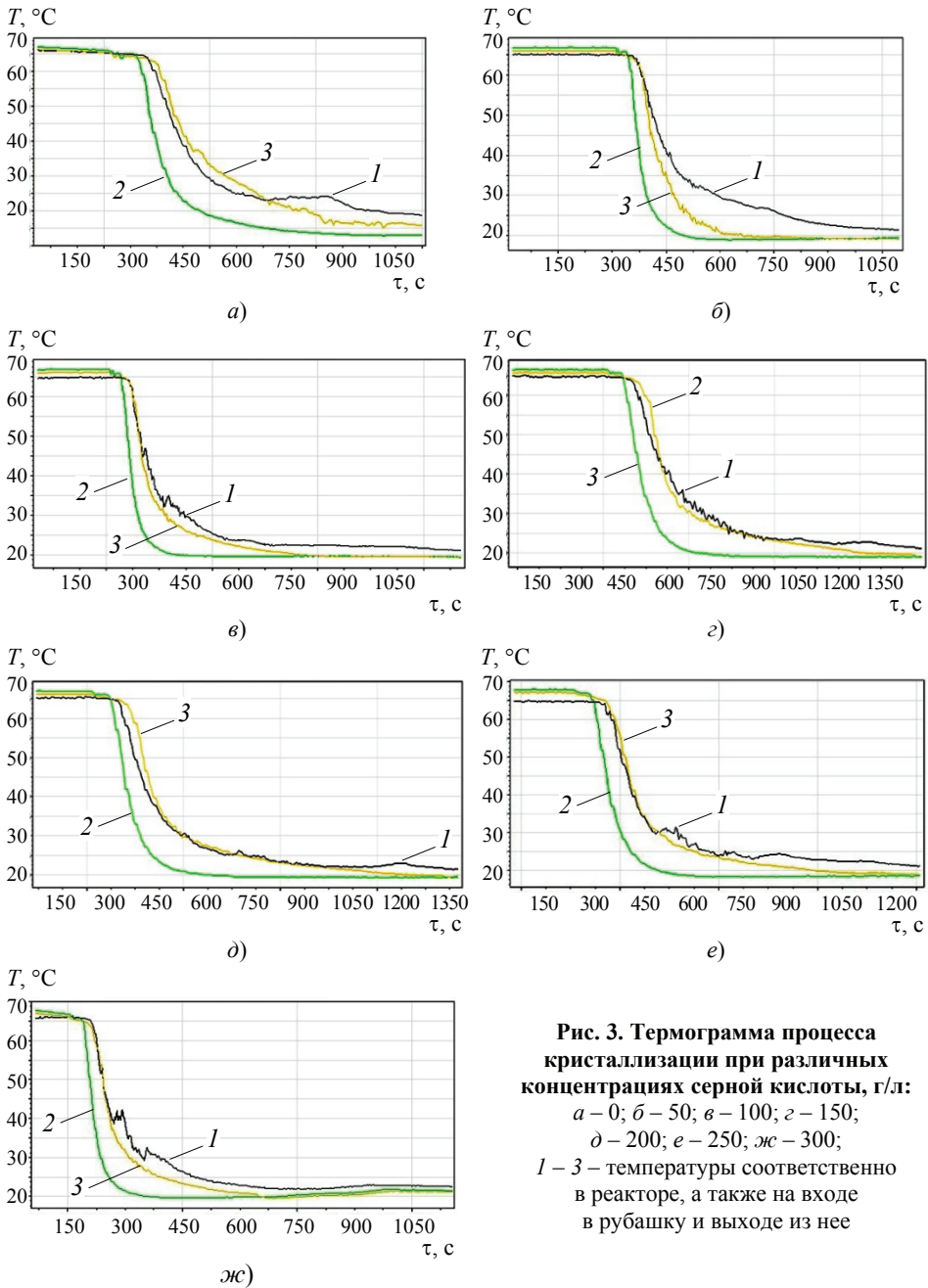
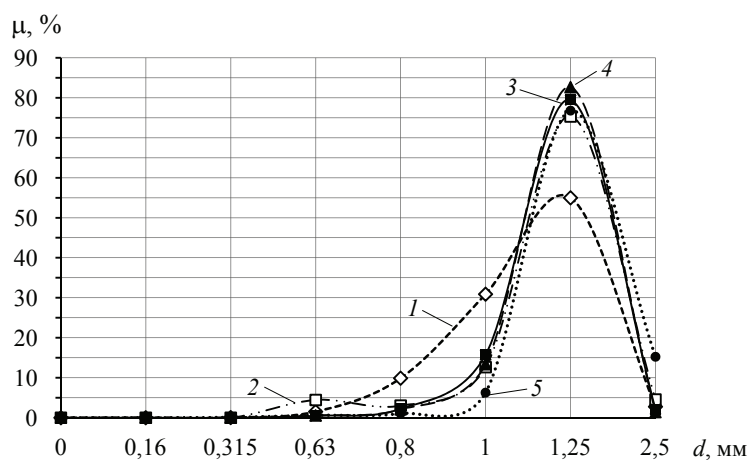
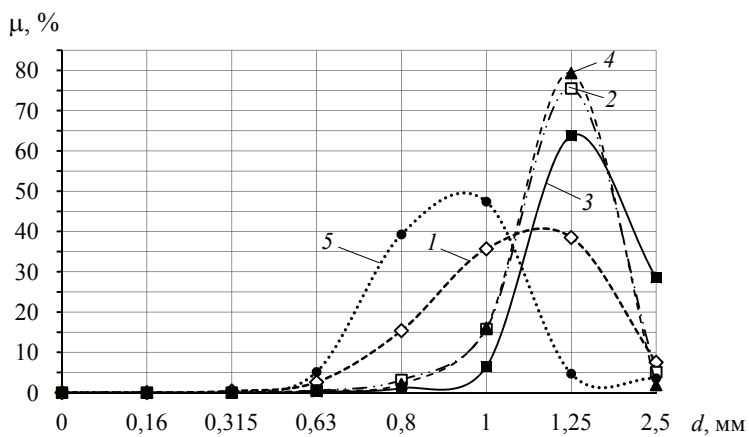


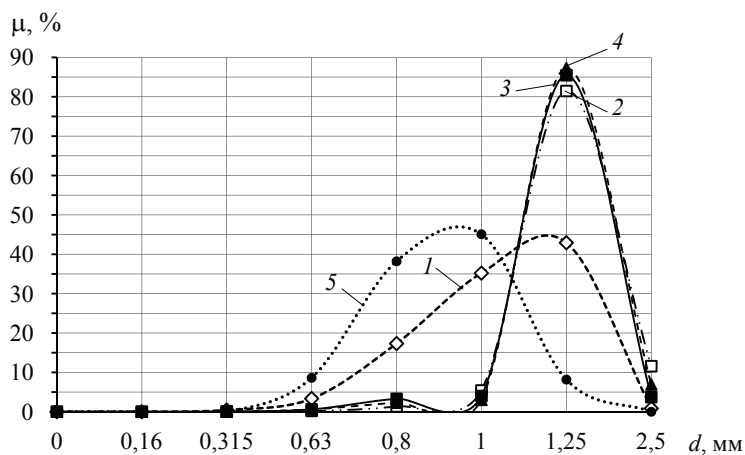
Рис. 3. Термограмма процесса кристаллизации при различных концентрациях серной кислоты, г/л:
a – 0; *б* – 50; *в* – 100; *г* – 150;
д – 200; *е* – 250; *ж* – 300;
1 – 3 – температуры соответственно в реакторе, а также на входе в рубашку и выходе из нее



a)



б)



в)

Рис. 4. Гранулометрический состав сульфаминовой кислоты, полученный при частоте вращения мешалки 40 (а), 50 (б), 60 (в) об/мин и различных концентрациях серной кислоты, г/л: 1 – 50; 2 – 100; 3 – 200; 4 – 250; 5 – 300

В проведенных экспериментах получен продукт с укрупненным гранулометрическим составом по сравнению с выпускаемым (рис. 4). Гранулометрический состав полученного продукта определялся ситовым методом анализа (μ – доля частиц на сите от общей массы). Основная масса кристаллов (не менее 50 % от общей массы навески) имеет диаметр $d = 1,0 \dots 2,5$ мм, что в два раза превышает допустимое количество. Поэтому оптимальную концентрацию серной кислоты в растворе САК определяли по максимальному количеству образующихся кристаллов требуемого диаметра.

Как видно из рис. 4, максимальное количество кристаллов диаметром 1,0...2,5 мм можно получить при концентрации серной кислоты в растворе 250 г/л и частоте вращения мешалки 40 об/мин.

Таким образом, установлено влияние концентрации серной кислоты на температуры начала кристаллизации и начала массовой кристаллизации САК. Показана зависимость гранулометрического состава полученного продукта от концентрации серной кислоты в растворе.

Список литературы

1. Хамский, Е. В. Кристаллизация в химической промышленности / Е. В. Хамский. – М. : Химия, 1986. – 343 с.

2. Ященко, А. Г. Влияние скорости охлаждения на процесс массовой кристаллизации сульфаминовой кислоты / А. Г. Ященко, Д. Ю. Федоров, Н. С. Сорокина // Интеллектуал. потенциал XXI века: степени познания. – 2014. – № 21. – С. 167 – 172.

3. Ященко, А. Г. Исследование процесса кристаллизации сульфаминовой кислоты с улучшением качественных показателей / А. Г. Ященко, Н. В. Орлова, Н. В. Пятакова // Актуал. направления науч. исследований XXI века: теория и практика. – 2014. – Т. 2, № 6 (11). – С. 273 – 278.

4. Ященко, А. Г. Исследование процесса кристаллизации сульфаминовой кислоты / А. Г. Ященко, Н. В. Орлова, Н. В. Пятакова // Theoretical & Applied Science. – 2014. – № 7 (15). – С. 43 – 45.

5. Improvement of Crystallisation Stage in Production of Sulfamic Acid / N. V. Orlova [et al.] // Вестн. Тамб. гос. техн. ун-та. – 2014. – Т. 20, № 4. – С. 780 – 786.

The Effect of Inorganic Impurities on Crystallization of Sulfamic Acid

**N. V. Orlova, A. G. Yashchenko, N. Ts. Gatapova,
O. V. Shevtsova, E. V. Mylnikova**

*Department "Technological Processes, Apparatus and Technosphere Safety", TSTU,
Tambov, Russia; Kvidep@cen.tstu.ru*

Keywords: bulk density; crystallization; granulometric composition; solubility; sulfamic acid; sulfuric acid.

Abstract: The process of mass crystallization of sulfamic acid from saturated solutions has been studied. The effect of the concentration of sulfuric acid in the solution on the solubility of sulfamic acid was studied. The effect of concentration of sulfuric acid in the solution on the kinetics of crystallization and the granulometric composition of the finished product was studied.

References

1. Khamskii E.V. *Kristallizatsiya v khimicheskoi promyshlennosti* [Crystallization in the chemical industry], Moscow: Khimiya, 1986, 343 p. (In Russ.)
2. Yashchenko A.G., Fedorov D.Yu., Sorokina N.S. [The influence of the cooling rate on the process of mass crystallization of sulfamic acid], *Intellektual'nyi potentsial XXI veka: stupeni poznaniya* [Intellectual potential of the XXI century: stages of cognition], 2014, no. 21, pp. 167-172. (In Russ.)
3. Yashchenko A.G., Orlova N.V., Pyatakova N.V. [The research of the crystallization process of sulfamic acid with improvement of quality indicators], *Aktual'nye napravleniya nauchnykh issledovaniy XXI veka: teoriya i praktika* [Actual directions of scientific research of the XXI century: theory and practice], 2014, vol. 2, no. 6(11), pp. 273-278. (In Russ., abstract in Eng.)
4. Yashchenko A.G., Orlova N.V., Pyatakova N.V. [The research of the crystallization process of sulfamic acid], *Theoretical & Applied Science*, 2014, no. 7 (15), pp. 43-45. (In Russ., abstract in Eng.)
5. Orlova N.V., Yashchenko A.G., Orlov A.Yu., Koliukh A.N., Pshichkina D.Yu. Improvement of Crystallisation Stage in Production of Sulfamic Acid, *Transactions of the Tambov State Technical University*, 2014, vol. 20, no. 4, pp. 780-786.

Einflüsse der unorganischen Beimischungen auf den Prozess der Kristallisation der Amidosulfonsäure

Zusammenfassung: Es sind die Forschungen des Prozesses der Massenkristallisation der Amidosulfonsäure aus den gesättigten Lösungen durchgeführt. Es ist der Einfluss der Konzentration der schwefelhaltigen Säure in der Lösung auf die Lösbarkeit der Amidosulfonsäure erlernt. Es ist der Einfluss der Konzentration der schwefelhaltigen Säure in der Lösung auf die Kinetik des Prozesses der Kristallisation und auf die granulometrischen Zusammensetzung des fertigen Produktes untersucht.

Influence sur le processus de la cristallisation de masse de l'acide sulfamique des impuretés inorganiques de l'acide

Résumé: Sont effectuées des études du processus de la cristallisation de masse de l'acide sulfamique des solutions saturées. Est examinée l'influence de la concentration de l'acide sulfurique dans la solution sur la solubilité de l'acide sulfamique. Est étudiée l'influence de la concentration de l'acide sulfurique dans la solution sur la cinétique du processus de la cristallisation et sur la composition granulométrique du produit fini.

Авторы: *Орлова Наталия Вячеславовна* – кандидат технических наук, доцент кафедры «Технологические процессы, аппараты и техносферная безопасность»; *Яценко Алла Георгиевна* – аспирант кафедры «Технологические процессы, аппараты и техносферная безопасность»; *Гатапова Наталья Цибиковна* – доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой «Технологические процессы, аппараты и техносферная безопасность»; *Шевцова Ольга Викторовна* – студентка; *Мыльникова Елизавета Викторовна* – студентка, ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия.

Рецензент: *Брянкин Константин Вячеславович* – доктор технических наук, профессор кафедры «Химия и химические технологии», ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия.