

**Zavedenie procesu odsírenia
koksárenského plynu v U. S. Steel
Košice, s.r.o. a z toho vyplývajúce nové
úlohy pre Laboratórium Koksovne.**

**Ing. Peter Maňkoš
U. S. Steel Košice – Labortest, s.r.o.
Laboratórium Koksovne**

Projekt odsírenia koksárenského plynu bola najdôležitejšia environmentálna stavba v U. S. Steel Košice, s.r.o. v roku 2010.

Účelom realizácie stavby „Odsírenie koksárenského plynu“ na Divíznom závode Koksovňa U. S. Steel Košice, s.r.o. bolo:

- - zabezpečenie zníženia obsahu sírovodíka (H_2S) vo vyčistenom koksárenskom plyne z doterajších 4 – 5 g/m³ na hodnotu max. 0,5 g/m³ koksárenského plynu, čo je maximálna limitná hodnota, ktorú povoľuje zákon o Ochrane ovzdušia č.478/2002. Táto skutočnosť v konečnom dôsledku zabezpečí cca 90% -né zníženie obsahu oxidov síry (SO_2), ktoré vznikajú v U. S. Steel Košice na všetkých hutníckych a výrobných agregátoch, ktoré pre vykurovanie používajú čistý koksárenský plyn, resp. jeho zmesi s plynom vysokopecným, zemným a konvertorovým. Výrazným spôsobom tak bude v U. S. Steel Košice znížené celoplošné zamorovanie vlastného areálu i jeho okolia oxidmi síry zo spaľovacích procesov koksárenského plynu so všetkými pozitívnymi ekologickými prínosmi, ktoré z tejto skutočnosti vyplývajú.
- - zrušenie ekonomicky neefektívnej a stratovej výroby síranu amónneho, ktorý vzniká ako nutný vedľajší produkt pri čistení koksárenského plynu od čpavku (NH_3). V novej technológii odsírenia koksárenského plynu je čpavok katalyticky štiepený na vodík a dusík, pričom vzniknutá zmes týchto plynov je spätne pridávaná do koksárenského plynu, čím sa zvýši objem a výhrevnosť čistého koksárenského plynu.

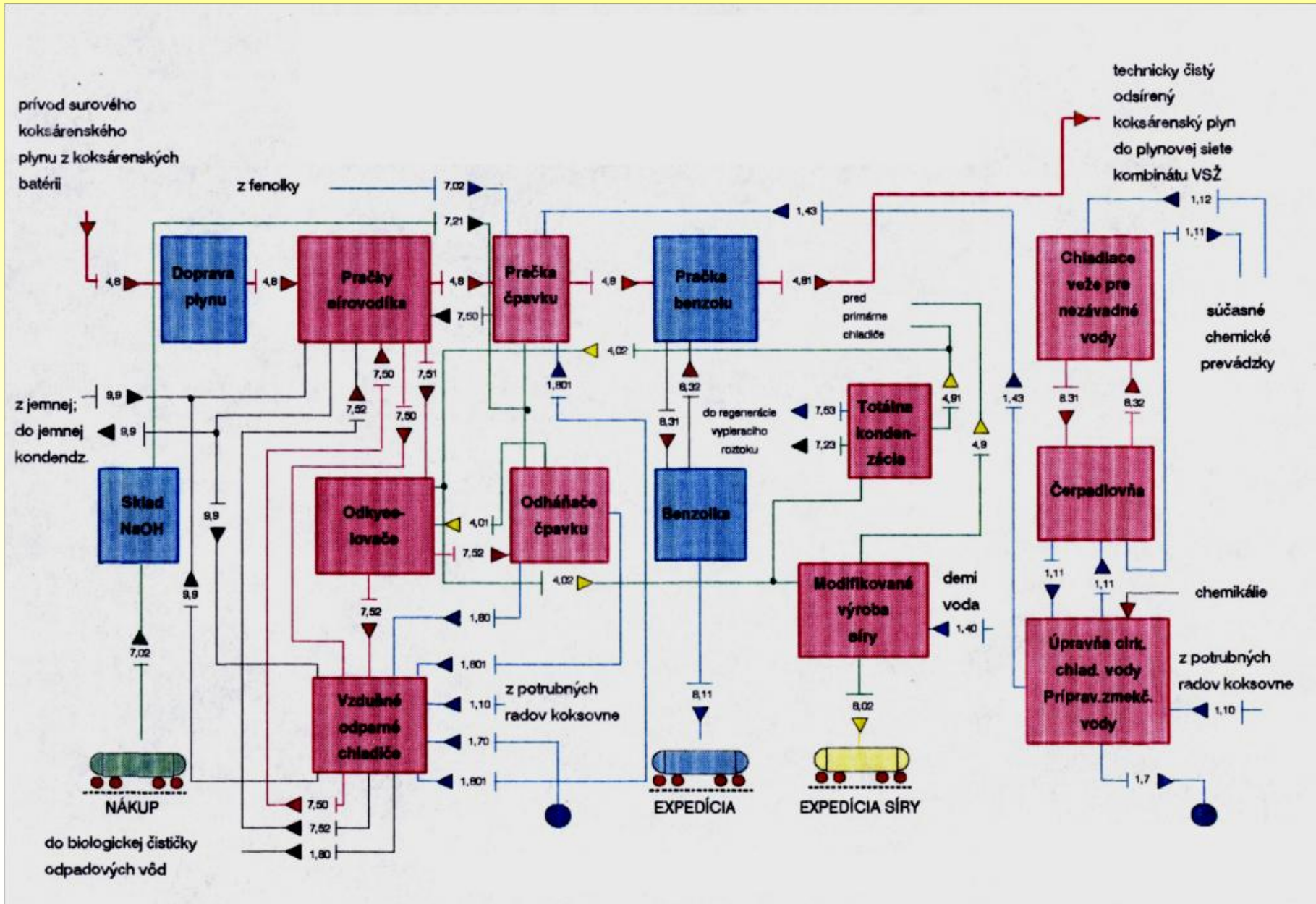
Stručný popis procesu odsírenia koksárenského plynu

- Odsírenie koksárenského plynu amoniakálnym spôsobom je založené na absorpcii sírovodíka a amoniaku obsiahnutého v surovom koksárenskom plyne v práčkach, kde ako vypieracie médium sa používa upravená oddechtovaná fenolčpavková voda.
- Na vlastne odsírenie plynu nadväzuje regenerácia vypieracích roztokov a spracovanie kyslých plynov, ktoré sú medziproduktom pri regenerácii vypieracích roztokov.
- Vypratý sírovodík a amoniak sa po vyvarení z vypieracích vôd katalyticky konvertujú – amoniak na dusík a vodík - sírovodík modifikovaným Clausovým postupom na kvapalnú síru, ktorá sa expeduje.

Proces odsírenia koksárenského plynu

- Koksárenský plyn vstupujúci do procesu odsírenia je chladený na primárnych chladičoch, zbavený dechtu a dochladený na požadovanú teplotu na koncových chladičoch, kde zároveň dochádza k ďalšiemu vylúčeniu naftalénu.
- Surový koksárenský plyn vstupuje do série troch pračiek (jedna pračka H_2S a dve pračky NH_3), kde dochádza k vypieraniu sírovodíka a amoniaku.
- Vypieranie sírovodíka sa vykonáva vypieracou vodou obohatenou amoniakom vytvorenou v amoniakových pračkách a odkyslenou vodou, ktorá prichádza do sírovodíkovej pračky z regenerácie nasýteného vypieracieho roztoku.
- Vypieranie amoniaku z koksárenského plynu sa vykonáva vyvarenou vodou, ktorá prichádza z regenerácie nasýteného vypieracieho roztoku.

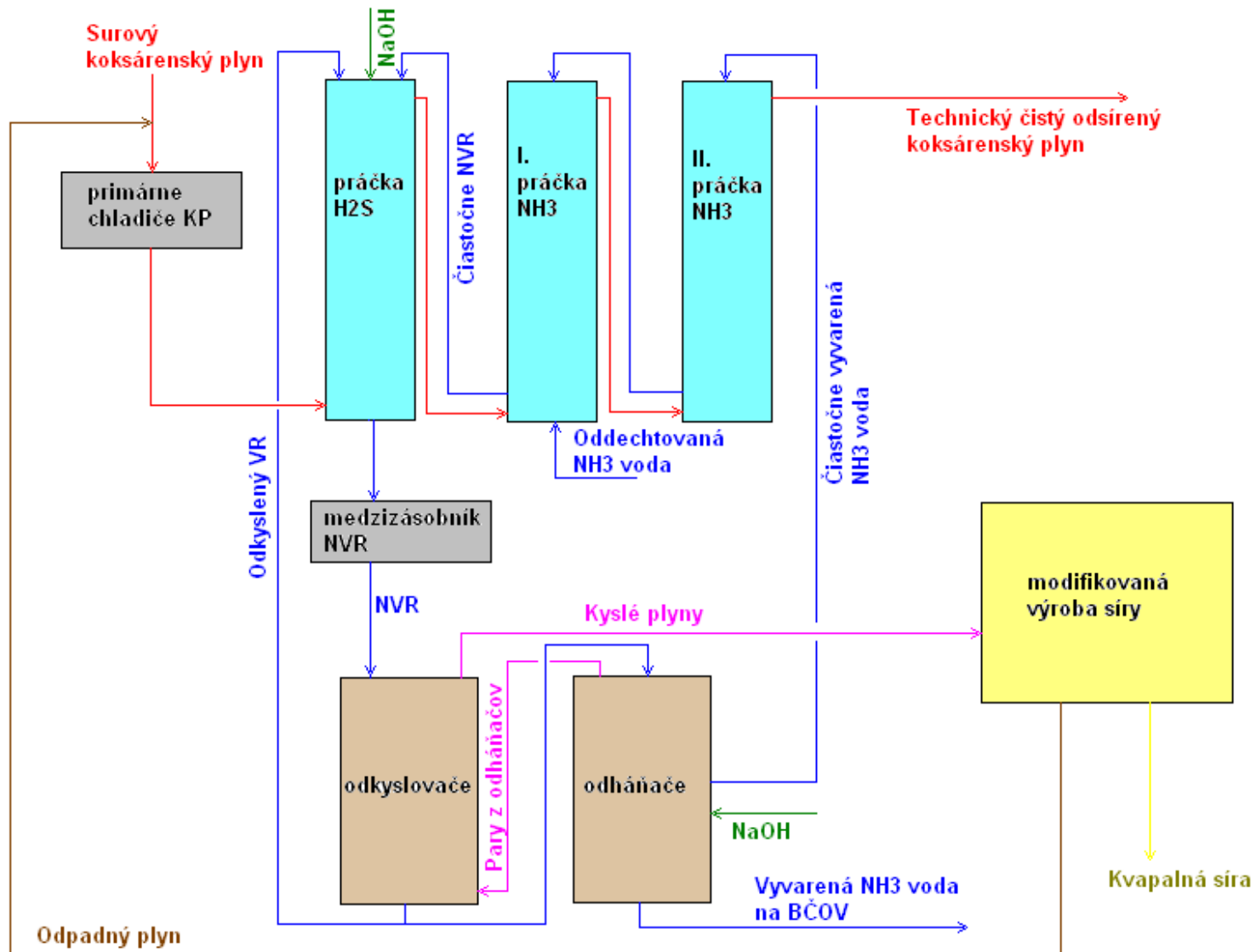
Technologická schéma – čpavková technológia



LEGENDA OZNAČENIA TECHNOLOGICKÝCH MÉDIÍ :

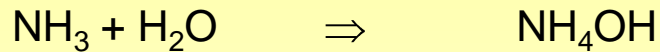
- | | | | | | |
|-------|---|-------------------------------------|------|---|--------------------------------|
| 1,10 | ▶ | Prevádzková voda (prídavná) | 7,21 | ▶ | Roztok NaOH 20 % |
| 1,11 | ▶ | Obežná chladiaca voda | 7,23 | ▶ | Roztok NaOH cca 5 % - nasýtený |
| 1,12 | ▶ | Obežná oteplená voda | 7,50 | ▶ | Cirkulačný vypierací roztok |
| 1,40 | ▶ | Demi voda | 7,51 | ▶ | Vypierací roztok nasýtený |
| 1,43 | ▶ | Zmekčená voda | 7,52 | ▶ | Vypierací roztok odkyselený |
| 1,7 | ▶ | Chemicky nezávadná odpadná voda | 7,53 | ▶ | Zahustená čpavková voda |
| 1,80 | ▶ | Vyvarená čpavková voda | 8,02 | ▶ | Kvapalná síra |
| 1,801 | ▶ | Čiastočne vyvarená čpavková voda | 8,11 | ▶ | Benzol |
| 4,01 | ▶ | Čpavkové páry | 8,31 | ▶ | Prací olej nasýtený |
| 4,02 | ▶ | Kyslé plyny (H S/NH) | 8,32 | ▶ | Prací olej odohnaný |
| 4,8 | ▶ | Koksárenský plyn nevyčistený | 9,9 | ▶ | Dechtový kondenzát |
| 4,81 | ▶ | Koksárenský plyn technicky čistý | | | |
| 4,9 | ▶ | Odpadný plyn z výroby síry | | | |
| 4,91 | ▶ | Odpadný plyn z totálnej kondenzácie | | | |
| 7,02 | ▶ | Čpavková voda oddechtovaná | | | |
| 7,20 | ▶ | Roztok NaOH 40-50 % | | | |
-
- | | |
|---|-------------------------------|
|  | Objekty nové a rekonštruované |
|  | Jestvujúce objekty |

Schématický náčrt technológie odsírenia

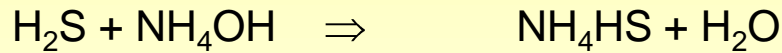


V práčkach prebiehajú tieto reakcie:

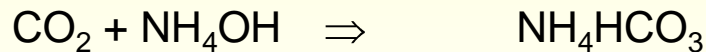
amoniakové pračky:



sírovodíková pračka:



Popri reakciách odstránenia sírovodíka a amoniaku prebieha čiastočné odstránenie oxidu uhličitého a kyanovodíka z plynu podľa reakcií:



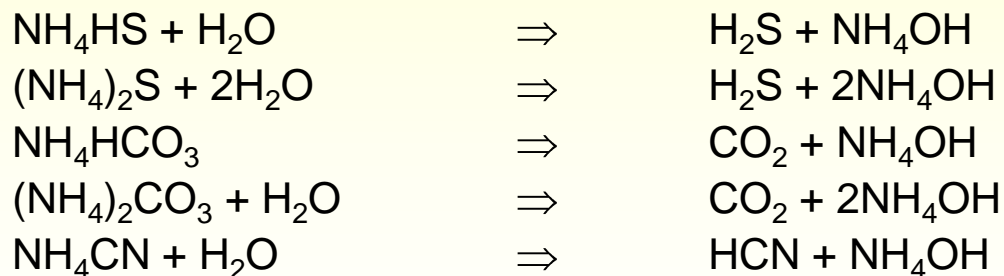
Regenerácia vypieracieho roztoku

Všetky amoniakové vypieracie vody, ktoré prešli celým pracím procesom odchádzajú zo sírovodíkovej pračky ako nasýtený vypierací roztok do zariadenia na regeneráciu vypieracieho roztoku.

Regeneračné zariadenie sa skladá z troch integrovaných súprav kolón odháňáčov amoniaku a odkyslovačov.

Nasýtený vypierací roztok je po ohriatí privádzaný na hlavu odkyslovačov, kde sa odstráni sírovodík, kyanovodík, oxid uhličitý a do istej miery aj amoniak vo forme brýdových pár (kyslé plyny).

V odkyslovacej sekcii prebiehajú tieto reakcie:



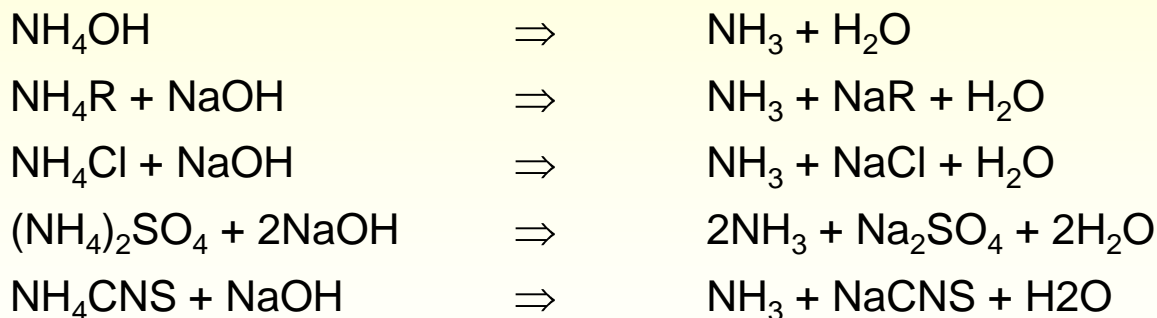
Desorpciou zložiek vypieracieho roztoku v odkyslovacej sekcii dochádza k regenerácii roztoku a získava sa odkyslený vypierací roztok. Časť tohoto roztoku sa z pätý odkysľovačov odčerpáva späť na práčku H₂S.

Druhá časť odkysleného vypieracieho roztoku je vedená na hlavu odháňačov amoniaku, v ktorých pomocou vodnej pary prebieha odháňanie amoniaku a zvyšku kyslých zložiek.

Zo strednej časti odháňačov je časť čiastočne vyvarenej čpavkovej vody čerpaná do druhej práčky NH₃.

Zbytok čiastočne vyvarenej čpavkovej vody steká do spodnej časti odháňačov, kde sa pridaním NaOH rozložia zvyškové amónne soli a vyvarená čpavková voda sa čerpá k dočisteniu na biologickú čistiareň odpadových vôd.

Vo vypieracej sekcii prebiehajú tieto reakcie:



Nové úlohy pre Laboratórium Koksovne vyplývajúce zo zavedenia procesu odsírenia koksárenského plynu

- Proces odsírenia koksárenského je rozsiahla technológia, ktorá si vyžaduje laboratórnu kontrolu veľkého množstva parametrov v rôznych matriciach.
- Bolo potrebné zaviesť desiatky nových metód, lebo aj metódy, ktoré sa používali bolo potrebné nastaviť na nové rozsahy stanovovaných parametrov.
- Následne bolo potrebné za plnej prevádzky preškoliť všetkých zamestnancov tak, aby sa dané úlohy zvládli.
- Súčasne bolo nutné okrem analýz zvládnuť a zabezpečiť aj vzorkovanie plynných médií v požadovanom rozsahu. Metodický najnáročnejšie sa ukázali odbery kyslých a odpadových plynov. Na ich zvládnutie boli potrebné až tri týždne, pokiaľ sme nezískali výsledky predpokladané sledovaným procesom.
- Zmeny v organizácii práce. Organizačne v priebehu nábehu technológie odsírenia muselo byť Laboratórium Koksovne posilnené pracovníkmi z iných laboratórií.

Analytické metódy súvisiace s procesom odsírenia a rozšírenej BČOV

- Väčšina analytických metód bola prevzatá od dodávateľa stavby a je popísaná v Prílohe č.3: Analytické metódy pre odsírenie koksárenského plynu.
- Niektoré z požadovaných analýz sa v rámci medzioperačnej kontroly Chémie koksovne vykonávali, ale nie v takom rozsahu ako sa požadovalo pre danú stavbu.
- Boli zavedené nové metódy v súvislosti s procesom odsírenia a rozšírenej BČOV.

Zavedené nové metódy v súvislosti s procesom odsírenia a rozšírenej BČOV

- **Analýza síry**

Metóda bola prevzatá od dodávateľa stavby. V kvapalnej síre sa stanovuje obsah vody, kyselín, organických látok a popola.

- **Stanovenie celkového železa absorpčnou spektrofotometriou**

Metóda je založená na reakcii železnatých iónov s O-fenantrolínom za vzniku červeného komplexu. Sfarbenie je stabilné a je vhodné na spektrofotometrické stanovenie.

- **Stanovenie oxidu kremičitého absorpčnou spektrofotometriou**

Metóda je založená na reakcii tzv. reaktívnych foriem kyseliny kremičitej s molybdénanom. Reakčný produkt – molybdénová modrá je vhodný na spektrofotometrické stanovenie.

- **Stanovenie celkovej koncentrácie vápnika a horčíka**

Bola použitá metóda chelatometrického stanovenia. Stanovenie sa vykonáva na prístroji METHROM Titrandu za použitia fotódy.

Zavedené nové metódy v súvislosti s procesom odsírenia a rozšírenej BČOV

- **Stanovenie obsahu síranov**

Bola použitá titračná metóda s chloristanom barnatým. Stanovenie sa vykonáva na prístroji METHROM Titrande za použitia fotódy.

- **Stanovenie obsahu rodanidov**

Metóda je založená na reakcii železitých iónov s rodanidmi v kyslom prostredí. Vychádza sa z ASTM D4193-02.

- **Stanovenie polycyklických aromatických uhľovodíkov PAU**

PAU sa stanovujú plynovou chromatografiou s hmotnostným detektorom GC MS. Požiadavka bola pre stanovenie týchto polyaromatických uhľovodíkov: Florantén, Indeno (1,2,3-cd) pyrén, Benzo(b)florantén, Benzo(k)florantén, Benzo(a)pyrén, Benzo(ghi)perylén z odtokových šácht BČOV. Bola použitá metóda EPA 8270.

Kvantitatívny nárast požadovaných analýz bol pre stanovenia BSK, CHSK, fosfor celkový.

Požadované analýzy v súvislosti s procesom odsírenia koksárenského plynu.

Ich stručná charakteristika:

- Analýza koksárenského plynu
- Analýza procesných vôd
- Analýza síry
- Analýza kyslých a odpadových plynov

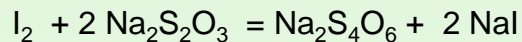
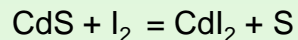
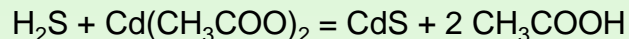
Stanovenie obsahu sírovodíka v koksárenskom plyne

Vychádza sa z: ČSN 38 5533 (časť A – titračné stanovenie)

Stanovuje sa v: koksárenskom plyne pri obsahu H₂S nad 10 mg/m³

- a) v surovom koks. plyne pred vstupom do H₂S pračky
- b) v koks. plyne za H₂S pračkou
- c) v koks. plyne za 1. NH₃ pračkou
- d) v koks. plyne za 2. NH₃ pračkou

Podstata skúšky: Sírovodík vo vzorke plynu reaguje s absorpčným roztokom octanu kademnatého a obsah sulfidu vo vzniknutej zrazenine CdS sa stanoví jodometricky



Stanovenie obsahu amoniaku v koksárenskom plyne

Vychádza sa z: ČSN 38 5535 (postup A - titračné stanovenie)

Stanovuje sa v: v koksárenskom plyne pri obsahu NH₃ nad 1 mg/m³

- a) v surovom koks. plyne pred vstupom do H₂S pračky
- b) v koks. plyne za H₂S pračkou
- c) v koks. plyne za 1. NH₃ pračkou
- d) v koks. plyne za 2. NH₃ pračkou

Podstata skúšky: Amoniak zo skúšaného plynu sa absorbuje prebublávaním v odmernom roztoku kyseliny sírovej a jej prebytok sa stanoví titračne.

Stanovenie obsahu naftalénu v koksárenskom plyne

Vychádza sa z: ČSN 38 5536 (časť A - titračné stanovenie)

Stanovuje sa v: koksárenskom plyne pri obsahu naftalénu nad $0,010 \text{ g}\cdot\text{m}^{-3}$

a) v surovom koks. plyne pred vstupom do H_2S pračky

Podstata skúšky: Naftalén tvorí s kyselinou pikrovou pri teplote 2 až 6 °C kryštalické adičné zlúčeniny, ktoré sa odfiltrujú, varom s vodou sa rozpustia a vzniknutá kyselina pikrová sa stanoví titračne.

Poznámky: Pri uvedenom stanovení sa pod označením „naftalén“ rozumejú celkové látky obsiahnuté v koksárenskom plyne, ktoré tvoria s kyselinou pikrovou za podmienok stanovení nerozpustné adičné zlúčeniny (naftalén, methylnaftalény, dimethylnaftalény, inden a iné zlúčeniny). Amoniak a organické zásady, ktoré taktiež tvoria pikráty, sa z plynu odstránia pohltením v kyseline sírovej.

Stanovenie obsahu dechtovitých látok v koksárenskom plyne

Vychádza sa z: KN 38 5525

Stanovuje sa v: koksárenskom plyne pri obsahu dechtovitých látok prítomných vo forme aerosólu v rozsahu 0,005 až $0,5 \text{ g}/\text{m}^3$

a) v surovom koks. plyne pred vstupom do H_2S pračky

Podstata skúšky: Aerosól dechtovitých látok prítomných v koksárenskom plyne sa zachytí pri prechode plynu cez trubicu s kremičitou vatou, ktorá je umiestnená v potrubí s prúdiacim plynom. Potom sa obsah trubice extrahuje horúcim xylénom a z jeho zafarbenia sa vyhodnotí obsah dechtovitých látok fotometricky porovnaním s kalibračnou krivkou.

Stanovenie celkového a voľne viazaného amoniaku vo vodách

Stanovenie obsahu sírovodíka a sulfidov vo vodách

Vychádza sa z: ČSN ISO 5664 (75 7449) – titračná metóda po destilácii

Stanovuje sa v: vodách z odsírenia a odčpavkovania koks. plynu, vodách z BČOV

- a) Vypieracie vody
- b) Vyvarená amoniaková voda
- c) Nasýtený vypierací roztok
- d) Odkyslený vypierací roztok
- e) Oddechtovaná amoniaková voda

Podstata skúšky: amoniak sa oddelí zo zalkalizovanej vzorky destiláciou a zachytí v predlohe do roztoku kyseliny boritej s indikátorom; v destiláte sa stanoví amónne ióny titráciou odmerným roztokom HCl.

Vychádza sa z: KN 68 8272

Stanovuje sa v: vodách z odsírenia a odčpavkovania koksárenského plynu

- a) Vypieracie vody
- b) Nasýtený vypierací roztok
- c) Odkyslený vypierací roztok
- d) Oddechtovaná amoniaková voda

Podstata skúšky: sírovodík a sulfidy sa vyzrážajú ako sulfid kademnatý, ktorý sa oxiduje prebytkom jódu v kyslom prostredí na síru; nezreagovaný jód sa titruje odmerným roztokom thiosíranu sodného

Stanovenie celkových kyanidov vo vodách

Vychádza sa z: STN ISO 6703-1

Stanovuje sa v: vo vodách z odsírenia a odčpavkovania koks. plynu

- a) Vyvarená amoniaková voda
- b) Oddechtovaná amoniaková voda

Podstata skúšky: Vzorka sa zahrieva s kyselinou chlorovodíkovou v prítomnosti iónov jednomocnej medi. Uvoľnený kyanovodík je unášaný prúdom vzduchu do absorpčnej nádoby s roztokom hydroxidu sodného.

Zachytené kyanidové ióny reagujú s aktívnym chlóróm z chloamínu T, pri ktorej vzniká chlórkyán reagujúci s pyridínom za tvorby dialdehydu kyseliny glukónovej, a ten potom kondenzuje s dvoma mólmi kyseliny barbiturovej za vzniku červenofialového sfarbenia.

Stanovenie pH vo vodách elektrometrickou metódou

Vychádza sa z: STN ISO 10523

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovej

- a) Vypieracie vody
- b) Vyvarená amoniaková voda
- c) Nasýtený vypierací roztok
- d) Napájacia voda
- e) Odpadná voda chemicky nezávadná

Podstata skúšky: meranie elektromotorického napätia galvanického článku medzi sklenenou a referenčnou kalomelovou alebo argentchloridovou elektródou; obe elektródy sú obyčajne spojené do jednej kombinovanej elektródy; na pH-metry sa odčítajú priamo jednotky pH.

Stanovenie obsahu jednosytných fenolov vo vodách

Stanovenie thiokyanatov vo vodách – spektrofotometricky

Vychádza sa z: STN ISO 6439

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovne

- a) Vyvarená amoniaková voda
- b) Oddechtovaná amoniaková voda

Podstata skúšky: oddelenie jednosytných fenolov od znečistenín destiláciou s následným spektrofotometrickým stanovením po reakcií s 4-aminoantipyrinom pri pH $10 \pm 0,2$ v prítomnosti hexakvanoželezitanu draselného za vzniku antipyrinových farbív.

Vychádza sa z: ASTM D4193-02

Stanovuje sa v: Oddechtovanej amoniakovej vode

Podstata skúšky: thiokyanaty tvoria so železitými iónmi v kyslom prostredí červený thiokyanatan železitý; rušivé vplyvy (sulfidy, zákal) sa eliminujú zriedením vzorky a filtráciou

Poznámka: na stanovenie sa použije sfiltrovaná vzorka, v prípade mierne zafarbenej vzorky pripravenej k analýze sa zmeria nevyfarbená vzorka a jeho absorbancia sa odčíta od absorbancie vyfarbenej vzorky

Stanovenie obsahu dechtovitých látok vo vodách

Stanovenie elektrickej konduktivity v napájacích vodách

Vychádza sa z: metódy USS Košice

Stanovuje sa v: Oddechtovaná amoniaková voda

Podstata skúšky: Pre stanovenie obsahu dechtovitých látok bol zvolený postup pre stanovenie NEL metódou UV, s extrakciou do n-hexánu, pričom kalibrácia bola vykonaná na frakciu dechtu rozpustnú v n-hexáne.

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovej

a) Napájacia voda

b) Odpadná voda chemicky nezávadná

Podstata skúšky: Elektrická konduktivita je schopnosť iónov prítomných vo vode viesť elektrický prúd. Vyjadruje sa v Siemensoch na meter. Na stanovenie sa použil konduktometer WTW.

Stanovenie celkového železa absorpčnou spektrofotometriou

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovne

a) Napájacia voda

Princíp: O-fenantrolin tvorí s iónom dvojmocného železa v oblasti pH 2-9 červený komplex. Zfarbenie je stále niekoľko hodín. Pri stanovení celkového železa je nutné previesť redukciu Fe^{3+} na Fe^{2+} roztokom hydroxylaminu. Rozpustené formy železa sa stanovia vo vzorke sfiltrovanej cez papierový filter.

Stanovenie oxidu kremičitého absorpčnou spektrofotometriou

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovne

a) Napájacia voda

b) Odpadná voda chemicky nezávadná

Princíp: V kyslom prostredí reaguje molybdenan s tzv. reaktívnymi formami kyseliny kremičitej za vzniku kyseliny molybdátokremičitej, ktorej modrý redukčný produkt (molybdénová modrá) je vhodný pre spektrofotometriu. Stanovenie ruší P_2O_5 , ktorý sa maskuje prídavkom kyseliny šťaveľovej, úpravou pH.

Stanovenie celkovej koncentrácie vápnika a horčíka

Stanovenie polycyklických aromatických uhľovodíkov PAU

Stanovuje sa v: vody z chemickej prevádzky koksovne

- a) Napájacia voda
- b) Odpadná voda chemicky nezávadná

Princíp: V prostredí pH 10 tvorí Chelaton 3 cheláty najprv s vápenatými, potom s horečnatými iónmi. Koniec titrácie, t.j. vymiznutie voľných horečnatých iónov, je indikovaný farebnou zmenou indikátora - eriochromová čerň T z vínovo červenej do čisto modrej farby.

Vychádza sa z: EPA 8270

Stanovuje sa v:

Vodách z BČOV a to z homogenizačných nádrží a odtokových šácht.

Podstata skúšky: PAU sa stanovujú plynovou chromatografiou s hmotnostným detektorom GC MS. Požiadavka bola pre stanovenie týchto polyaromatických uhľovodíkov: Florantén, Indeno (1,2,3-cd) pyrén, Benzo(b)florantén, Benzo(k) florantén, Benzo(a)pyrén, Benzo(ghi)perylén

Analýza síry

Síra sa vyrába ako kvapalná síra, do laboratória koksovne sa dostáva vo forme odliatej kokilky s hmotnosťou približne 0,5 kg. Na mletie síry sa používa odstredivý mlyn RETSCH.

Stanovenie obsahu vody v kvapalnej síre

Vychádza sa z: ČSN 65 1091, kapitola 13

Stanovuje sa v: expedičných vzorkách kvapalnej síry

Podstata skúšky: Obsah vody sa stanoví na základe úbytku hmotnosti vzorky vysušenej pri $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Poznámky: 1. Veľkosť častíc analytickej vzorky musí byť priemerne 0,1 mm.

2. Vždy sa vykonáva paralelné stanovenie.

Stanovenie obsahu kyselín v kvapalnej síre

Vychádza sa z: ČSN 65 1091, kapitola 6.

Stanovuje sa v: expedičných vzorkách kvapalnej síry

Podstata skúšky: Metoda je založená na extrakcii kyslých látok destilovanou vodou a titrácii získaného extraktu odmerným roztokom hydroxidu sodného. Obsah kyselín sa prepočíta na kyselinu sírovú.

Poznámky: Veľkosť častíc analytickej vzorky musí byť priemerne 0,1 mm.

Stanovenie organických látok a popola v kvapalnej síre

Výpočet obsahu síry z Clausového procesu

Vychádza sa z: ČSN 65 1091, kapitola 7.2.

Stanovuje sa v:

- a) prevádzkových vzorkách kvapalnej síry
- b) expedičných vzorkách kvapalnej síry

Podstata skúšky: Metoda je založená na hmotnostnom stanovení množstvá organických látok. Vypočíta sa z rozdielu hmotnosti vzorky po zahriatí na teplotu 250°C a po jeho žíhaní pri teplote (800±25)°C do konštantnej hmotnosti.

- Poznámky:*
1. Veľkosť častíc analytickej vzorky musí byť priemerne 0,1 mm.
 2. Vždy sa vykonáva paralelné stanovenie.

Stanovuje sa v:

expedičných vzorkách kvapalnej síry

Obsah sa stanoví výpočtom z obsahu vody, kyselín a organických látok.

Obsah iných látok popísaných v ČSN 65 1091 sa zanedbá.

Stanovenie obsahu NH_3 , H_2S , CO_2 a HCN v kyslých plynoch

Vychádza sa z: štandardných metodík SV 17-417, SV 17-298 a SV 17-297

Stanovuje sa: obsah H_2S , NH_3 , HCN , CO_2 a vodnej pary v brýdach

Podstata skúšky: NH_3 , H_2S , CO_2 a HCN sa postupne absorbujú prechodom siedmimi premývačkami s roztokom H_2SO_4 a KOH . Premývačky sú umiestnené v kúpeli s ľadom. Obsah vodných pár a CO_2 sa zistí z váhových prírastkov premývačiek po kondenzácii. Stanovenie jednotlivých zložiek sa vykonáva metódami pre analýzu vôd:

Poznámky: 1. Odbery vykonávajú vždy dvaja pracovníci.

2. Pracovníci vykonávajúci odber musia byť vybavení detektorom H_2S .

3. Brýdove pary sú vzhľadom k vysokému obsahu NH_3 , H_2S , a HCN jedovaté. Pri ich vzorkovaní je nutne dodržiavať bezpečnostné predpisy a postupovať tak, aby nedošlo k ohrozeniu pracovníkov.

Stanovenie obsahu oxidu siričitého a sírovodíka v odpadnom plyne

Vychádza sa z: štandardnej metodiky SV 17 - 419

Stanovuje sa v: odpadnom plyne

Podstata skúšky: SO_2 sa oxiduje v silne kyslom absorpčnom roztoku peroxidu vodíka na kyselinu sírovú, ktorá sa titruje odmerným roztokom chloristanu barnatého.

Sírovodík sa zráža v absorpčnom roztoku octanu kademnatého ako sulfid kademnatý. Obsah H_2S sa stanoví jodometricky.

Poznámky: 1. Okrem SO_2 a H_2S sa v odpadnom plyne stanovuje obsah CO_2 a O_2 metódou plynovej chromatografie.

2. Clausove plyny sú vzhľadom k vysokému obsahu sírovodíka jedovaté. Pri jeho vzorkovaní je nutne dodržiavať bezpečnostné predpisy a postupovať tak, aby nedošlo k ohrozeniu pracovníkov.

3. Pracovníci vykonávajúci odber musia byť vybavený detektorom H_2S .

Plán analýz

Médium	Druh analýzy	Početnosť analýz			
		Pri nábehu	Normálna prevádzka		
			zmena	denne	týždenne
Koksárenský plyn	NH ₃ , H ₂ S	1x denne		1x	
	naftalén	1x denne			2x
	dechtovité látky	1x denne			1x
	NH ₃ , H ₂ S	3x denne		1x	
	NH ₃ , H ₂ S	3x denne		1x	
	NH ₃ , H ₂ S	3x denne		1x	
Vypieracie roztoky	NH ₃ _{celk.} , NH ₃ _{voľný} , H ₂ S	1x denne			1x
Nasytený vypierací roztok	NH ₃ _{celk.} , NH ₃ _{voľný} , H ₂ S	co 4 h		1x	
Vyvarená amoniaková voda	NH ₃ _{celk.} , NH ₃ _{voľný} , pH	co 2 h	1x		
	CN ⁻ _{celk.}	3x denne	1x		
	Fenol	1x týždenne	podľa potreby		
Odkyslený vypierací roztok	NH ₃ _{celk.} , NH ₃ _{voľný} , H ₂ S	co 2 h		1x	
Oddechtovaná amoniaková voda	NH ₃ _{celk.} , NH ₃ _{voľný} , H ₂ S	co 4 h		1x	
	Cl ⁻ , SCN ⁻	3x denne		1x	
	dechtovité látky	3x denne			2x
	fenol, CN ⁻	co 4 h	podľa potreby		

NaOH	Koncentrácia	vždy pred prečerpaním do zásobníka			
Kyslé plyny	NH ₃ , H ₂ S, H ₂ O, CO ₂ , HCN,	1x denne			1x
Odpadový plyn	H ₂ S, CO ₂ , O ₂ , SO ₂	co 4 h		1x	
Kvap. síra	S ₈	co 6 h	podľa potreby		
	popol, organ. látky	co 6 h		1x	
	S ₈ , popol, organ. látky, H ₂ O, kyseliny	z každej železničnej cisterny			
Napájacia voda	pH, el. vodivosť, O ₂	co 2 h			1x
	SiO ₂ , Fe, tvrdosť	co 2 h	podľa potreby		
Odpadová voda chemicky nezávadná	pH, el. vodivosť, O ₂	co 2 h	1x		
	SiO ₂ , tvrdosť	co 8 h			1x