

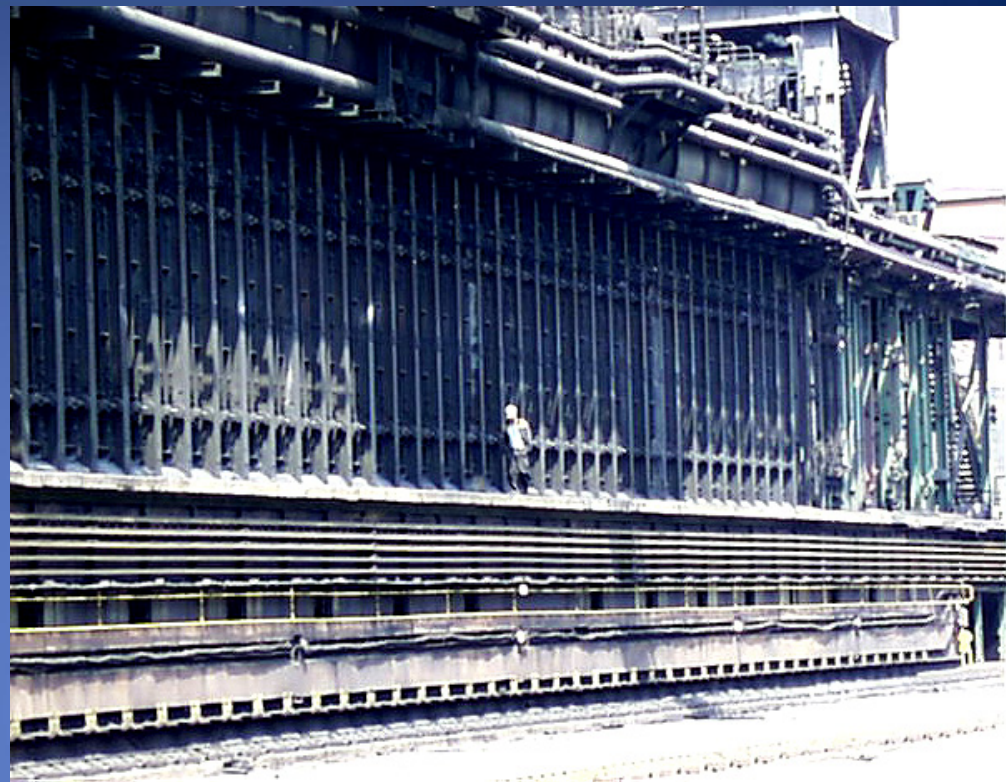
Zavedenie nových metód pre analýzy vôd z procesu odsírenia koksárenského plynu a BČOV v Laboratóriu Koksovne

6.8.2015

Mgr. Jakub Demko
USSK – Labortest, s.r.o.
Laboratórium Koksovne

Zákazníci LK:

**Koksovňa
Vysoké pece
Energetika**



Prevádzka odsírenia a BČOV

Slúži na vypieranie KP, teda znižovanie koncentrácie H_2S , NH_3 , HCN ... Tieto plyny sa katalyticky štiepia na Clausových reaktoroch, pričom vzniká síra, ktorá sa expeduje dusík a hlavne vodík, ktorý sa pridáva k vyčistenému KP, čím sa zvýši jeho výhrevnosť. Tak vyčistený KP sa následne používa ako energetická surovina.



Na vypieranie KP sa používa v prevádzke odsírenia fenolčpavková voda, do ktorej sa podľa potreby pridáva roztok NaOH . Táto voda je následne spracovaná v BČOV.

LK vykonáva pre obe prevádzky monitoring vstupu, výstupu ako aj jednotlivých krokov procesu 24 hodín denne.

Analyzované matrice:

- **Voda + kal:** (z BČOV, procesu odsírenia KP, DZ Ekológia)
N-NO₂⁻, N-NO₃⁻, P_{celkový}, SO₄²⁻, Amoniak celkový, voľný, Amoniakálny dusík, fenolový index, N_{celkový}, CHSK_{Cr}, CHSK_{Mn}, celkový CN⁻, ľahko uvoľniteľný CN⁻, PAU, sulfidy, pH, EK, kal suchý, kal žíhaný, sediment, RL, NL, uhľovodíkový index, Fe_{celkové}, SiO₂, SCN⁻, BSK₅
- **Plyn:** (VP, KP surový ako aj z jednotlivých častí odsírenia, odpadný plyn)
H₂S, NH₃, SO₂, HCN, naftalén, CH₄, N₂, O₂, H₂, CO₂, acetylén, etán, etín, CO, C₃, C₄, C₅ - C₈
- **Decht:**
PAU, viskozita, obsah vody, popol, hustota, nerozpustné látky v toluéne
- **Prací olej:**
benzén, toluén, viskozita, bod kryštalizácie, hustota
- **Benzol:**
benzén, toluén, etylbenzén, xylény, naftalén, hustota, viskozita
- **Síra:**
voda, organické látky, popol
- **Živice:**
etanol, glykol, fenol
- **Tuhé palivá:**
obsah C, H, N, S, index puchnutia, prchavá horľavina, popol, analytická voda, hrubá voda, celková voda, dilatometrické parametre, chlór v TP, fosfor, spalné teplo, výhrevnosť
- **Ropné produkty:**
cetanový index, bod tuhnutia, viskozita, destilačné charakteristiky, popol, mechanické nečistoty



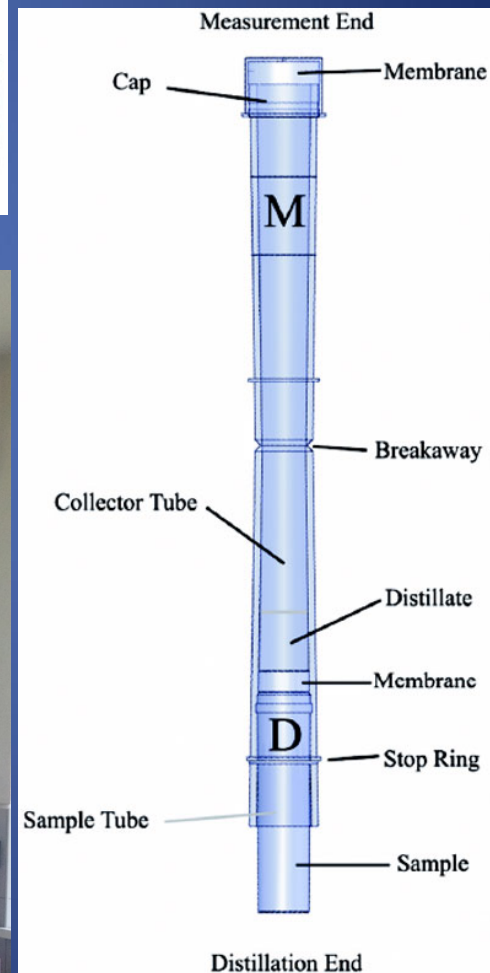
Zavedenie iónovej chromatografie s predúpravou vzoriek mikrodestiláciou

Ciele :

- Znižovanie nebezpečenstva vzniku pracovného úrazu
- Skrátenie času analýz
- Znižovanie množstva škodlivín v priestoroch LK
- Automatizácia
- Zvyšovanie kvality (STN EN ISO 17025)



Zavedenie iónovej chromatografie s predúpravou vzoriek mikrodestiláciou



Stanovenie kyanidov metódou iónovej chromatografie

IC umožňuje stanoviť celkové kyanidy, pričom sme znížili LOD a LOQ oproti klasickej metóde cca 300krát. LOQ = 5 ug/l namiesto 1,5 mg/l.

Celkové kyanidy vyžaduje sledovať SVK legislatíva. Pre sledovanie účinnosti procesu odsírenia však nemá táto analýza taký význam ako stanovenie ľahko uvoľniteľných foriem kyanidov.

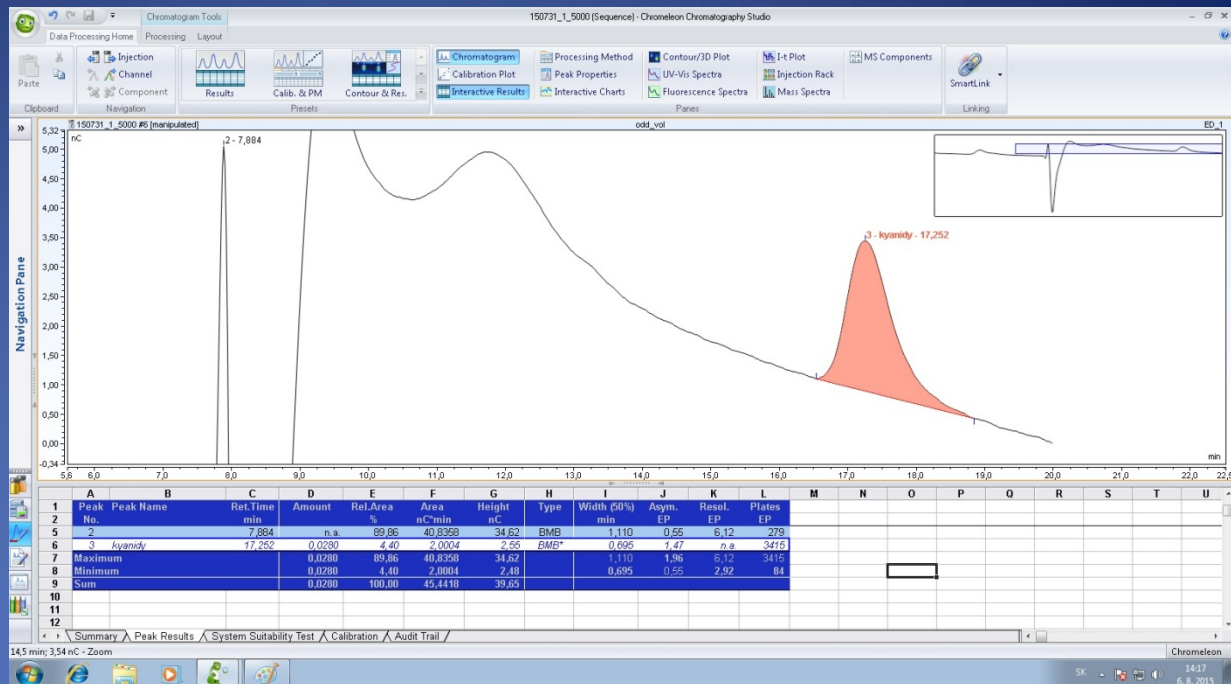
Najefektívnejšou sa pre prevádzku ukázalo stanovenie kyanidov na IC bez destilácie.

Vyžaduje si minimálny objem vzorky 0,1 – 2,0 ml, žiadnu predúpravu vzorky destiláciou, len riedením.

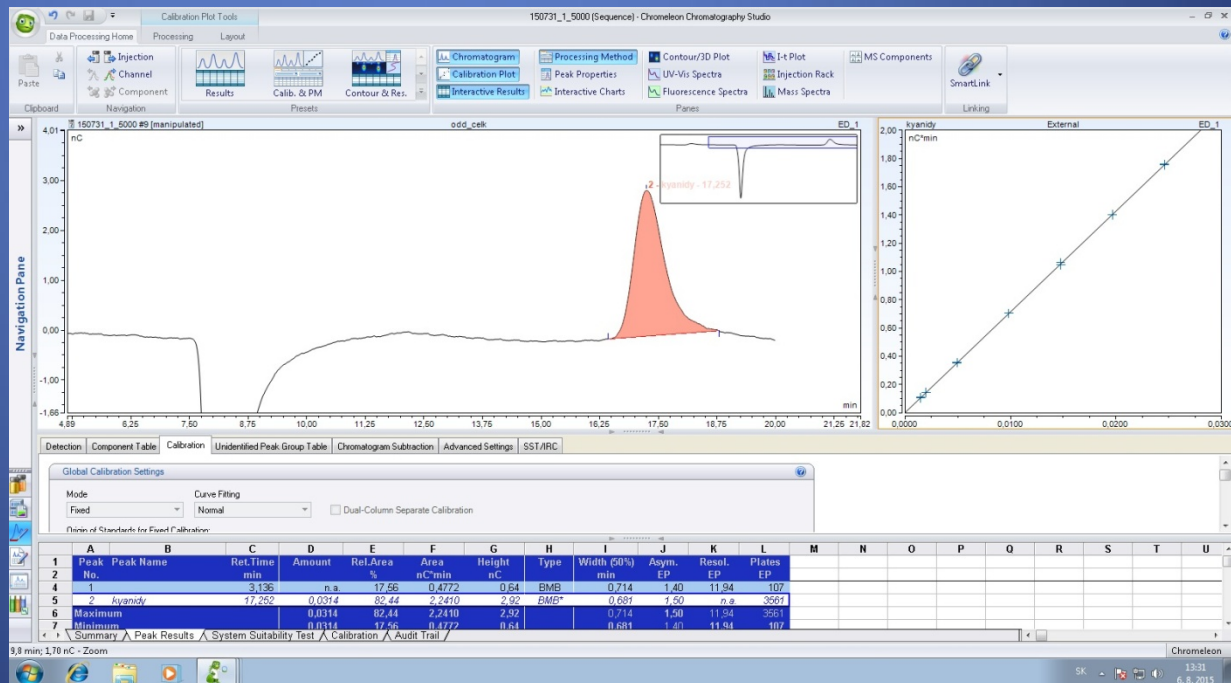
Výhoda pre prevádzku DZ Koksovňa je skrátenie času analýzy z cca 80 minút na 30 minút a výsledok s oveľa vyššou výpovednou hodnotou. Predpokladaný ročný počet analýz = 4500.



Chromatografický záznam:
Stanovenie ľahko uvoľniteľných
foriem kyanidov v oddechtovanej
vode, bez destilácie, po nariedení
1000krát.

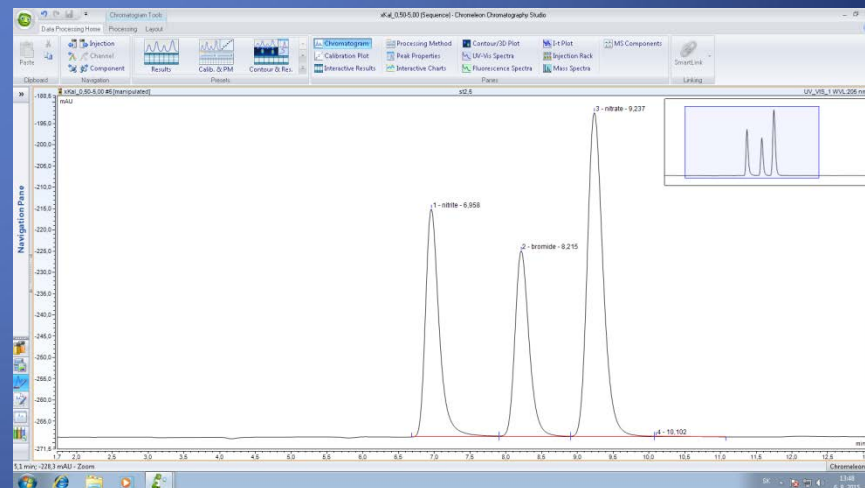
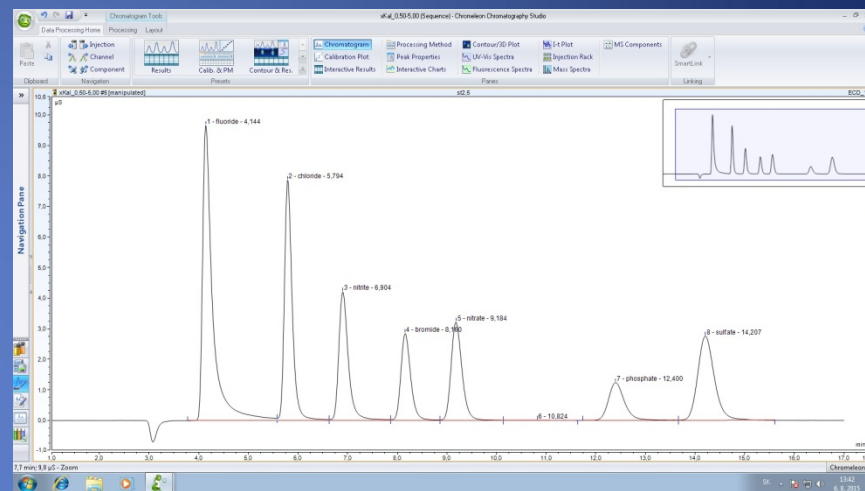


Chromatografický záznam:
Stanovenie celkových kyanidov v
oddechtovanej vode, s destiláciou.
Riedenie 1000krát.



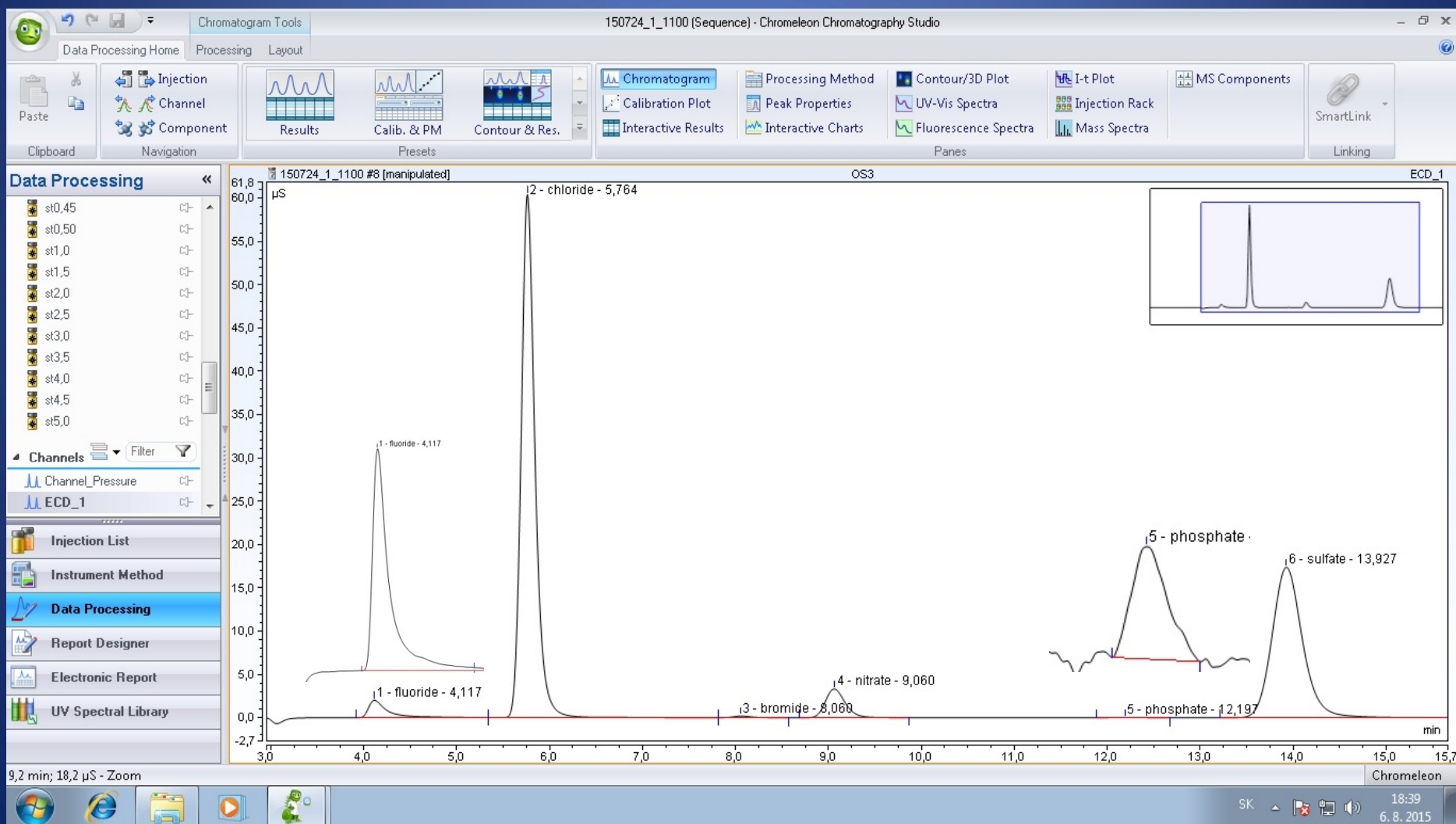
Stanovenie aniónov metódou iónovej chromatografie

Stanovenie: F^- , Cl^- , $N-NO_2^-$, Br^- , $N-NO_3^-$, PO_4^{3-} , SO_4^{2-}
čas analýzy 17 min. Naraz sa stanovuje 13 vzoriek.
Ročne cca 2500 meraní. Náhradná metóda druhý aniónový IC.



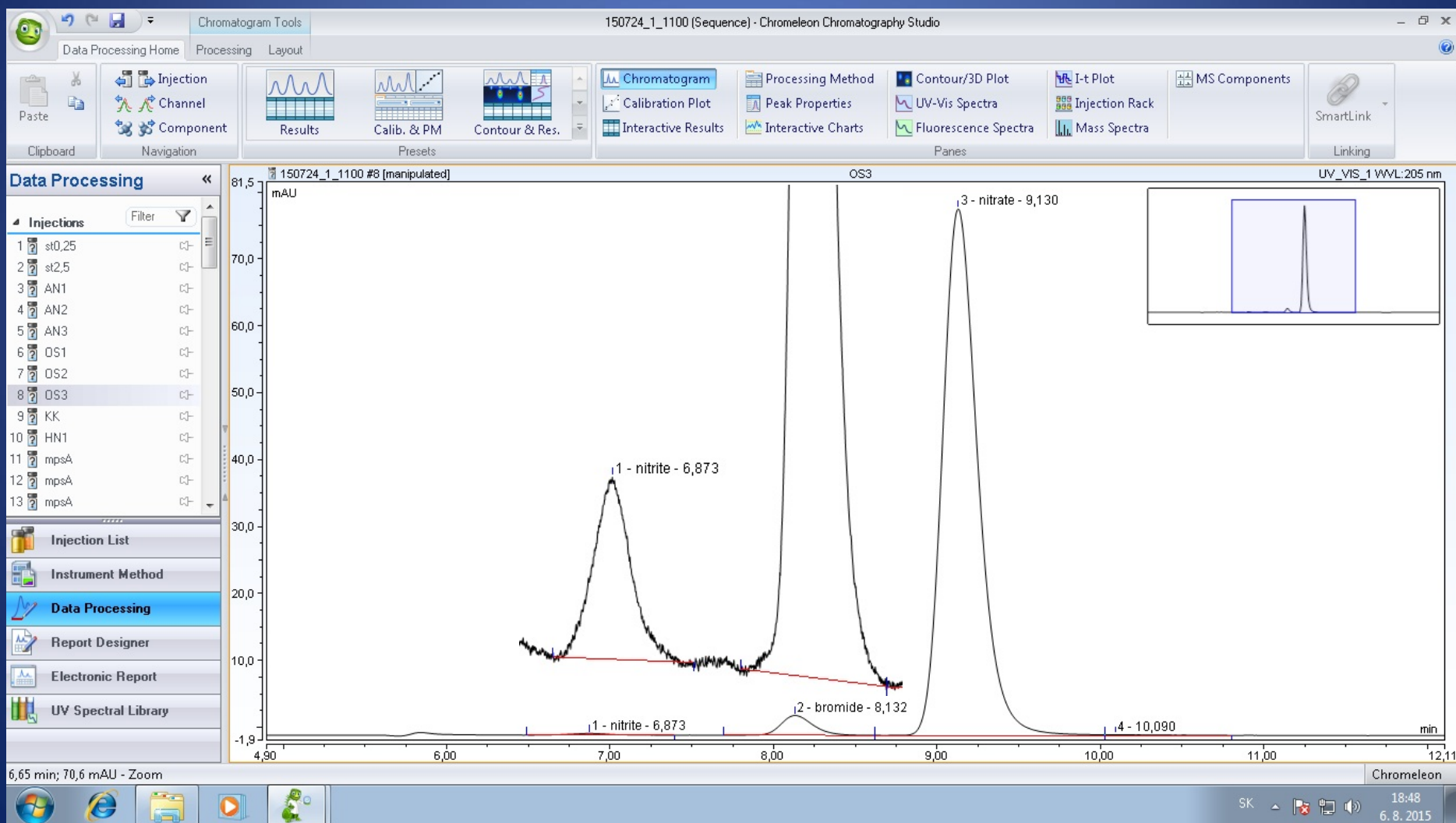
Meranie reálnych vzoriek

Reálna vzorka OŠ3 riedená 100krát, záznam z ECD detektora. Meraná pre prevádzku BČOV.



Meranie reálnych vzoriek

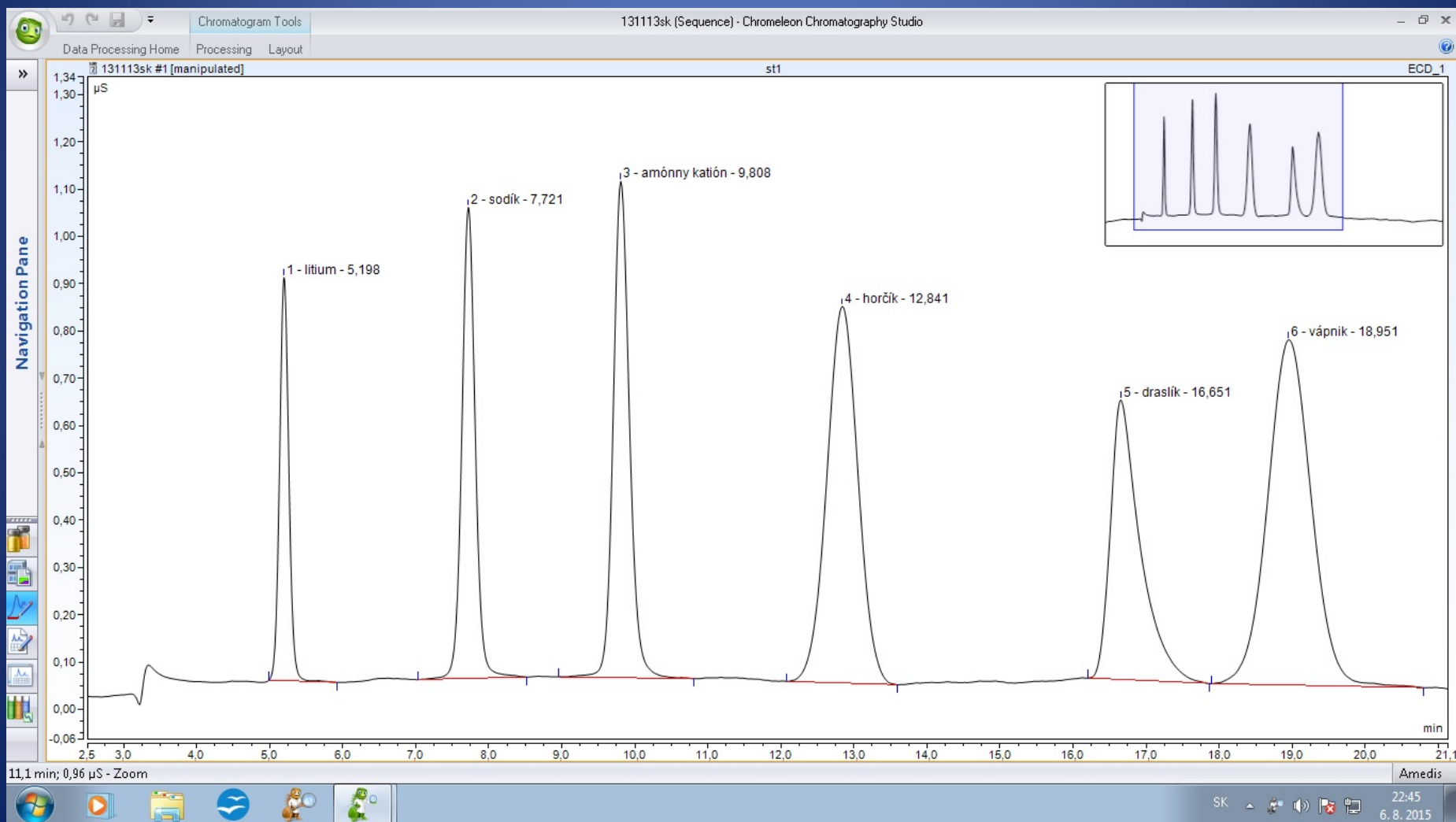
Reálna vzorka OŠ3 riedená 100krát, záznam z UV detektora. Meraná pre prevádzku BČOV.

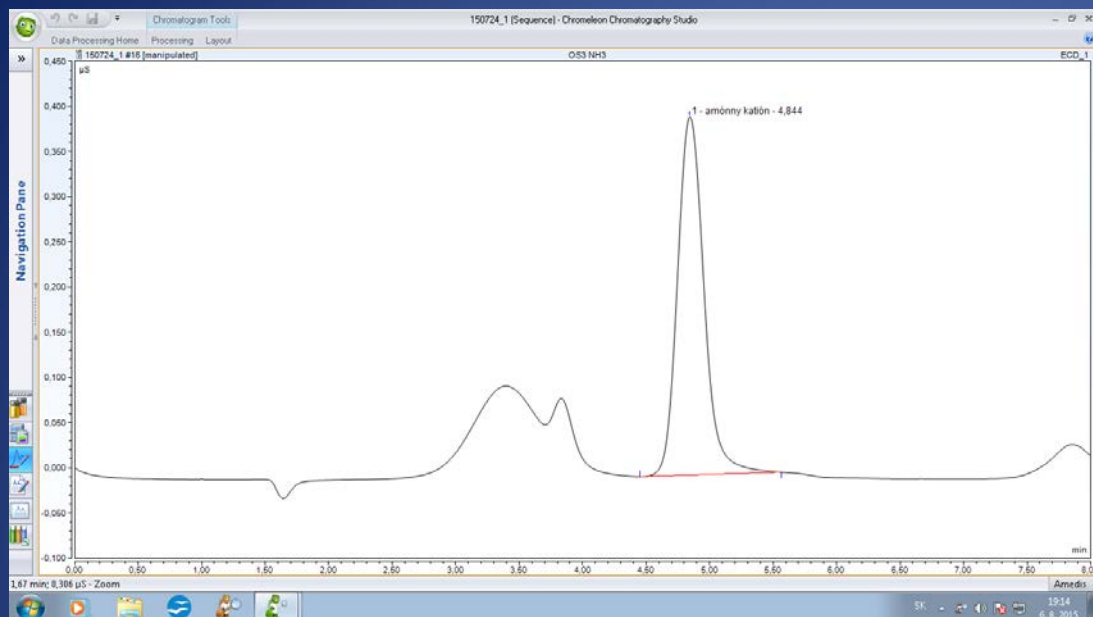


Stanovenie katiónov metódou iónovej chromatografie

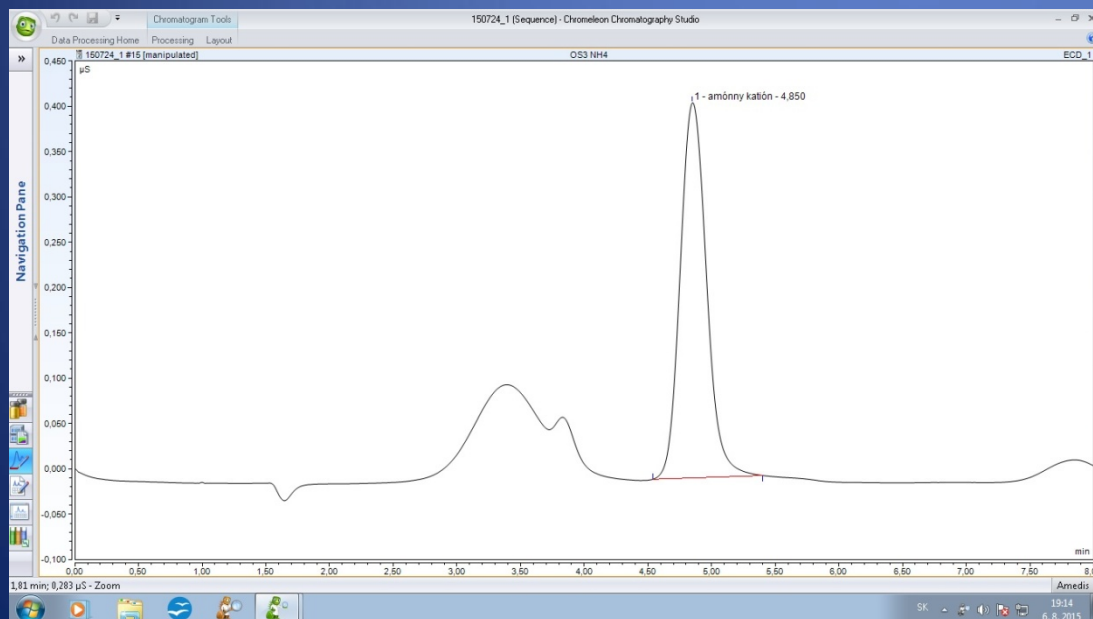
Umožňuje súčasné stanovenie katiónov: Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , čas analýzy všetkých iónov 22 min.

Čas analýzy iba NH_4^+ 7 minút (analýza len na predkolóne) + destilácia 30 minút. Naraz sa stanovuje 26 vzoriek. Ročne cca 5000 vzoriek.





Chromatografický záznam:
Stanovenie celkových čpavkov v
reálnej vzorke OŠ3, z BČOV



Chromatografický záznam:
Stanovenie voľných čpavkov v
reálnej vzorke OŠ3, z BČOV

Ďakujem za pozornosť