

MARIA ŁUGOWSKA, ALEKSANDRA ŚWIERCZEWSKA

Katedra Technologii
Wielkiego Przemysłu Nieorganicznego
Zakład Analizy TechnicznejOZNACZANIE PARY SIARKI W GAZACH
PODCZAS WYPALANIA KRAJOWEJ RUDY SIARKONOŚNEJ

Powszechnie znane są wymagania stawiane jakości i składowi gazu przeznaczonego do produkcji kwasu siarkowego; są one szczególnie wysokie w przypadku stosowania metody kontaktowej. Gaz ten powinien posiadać odpowiednie i możliwie niezmiennie stężenie dwutlenku siarki, nie może zawierać pyłu, wilgoci ani też siarki sublimowanej, a także innych tlenowych połączeń siarki [1, 2]. Szczególnie kłopotliwa bywa obecność mgły siarki, która niekiedy przedostaje się przez wszystkie urządzenia czyszczące gaz i dochodzi do aparatu kontaktowego. Dla uniknięcia tego niepożądanego zjawiska zwiększane są znacznie przestrzenie pieców przez budowanie komór dopalania, montowanie przegród i kratownic ceramicznych, co w konsekwencji pociąga za sobą zwiększenie kosztów instalacji [2].

W związku z tym, że w Katedrze Technologii Wielkiego Przemysłu Nieorganicznego Politechniki Śląskiej prowadzone są badania nad procesem bezpośredniego wypalania siarki krajowej w obecności złoża [3, 4] zachodzi potrzeba przeprowadzania stałych analiz gazów siarkowych dostatecznie dokładnych dla opracowania bilansu materiałowego całego procesu.

Biorąc pod uwagę wymienione powyżej względy zwrócono szczególną uwagę na dokładne oznaczenie par i mgły siarki. Dotychczas znane metody [5] opierające się na ogół na pochłanianiu pary w filtrach wypełnionych watą szklaną na niedostatecznie dokładne, ponieważ tylko część siarki daje się zaadsorbować.

W celu obrania odpowiedniej metody oznaczania mgły siarki przeprowadzono kilka pomiarów porównawczych stosując kolejno filtry różnego typu. Parę siarki o znanym stężeniu, przygotowywano w aparaturze składającej się z kolby o pojemności 250 ml napełnionej odważoną ilością siarki oraz filtru zatrzymującego mgłę siarki, który podłączano za kolbą.

W doświadczeniach zastosowano następujące filtry:

1. U-rurka wypełniona pierścieniami Raschiga (U-rurka w kąpielii glicerynowej $t = \text{ok. } 120^{\circ}\text{C}$) x).
2. U-rurka wypełniona pierścieniami Raschiga zwilżonymi olejem parafinowym.
3. U-rurka wypełniona siarką o uziarnieniu ok. 2 mm.
4. Filtr szklany ze spiekami.
5. Elektrofiltr.

Kolbę z siarką ogrzewano przez 30 minut jednocześnie przepuszczając przez nią azot z butli (przepływ azotu wynosił 4 l/godz.). Za kolbą podłączony był manometr wskazujący sumę ciśnień azotu i par siarki. Jako miarę szybkości przepływu przyjęto nadciśnienie panujące w kolbie ($\Delta P = 50 \text{ mm si.Hg}$). W tych warunkach w przeważającej ilości występowała mgła a nie para siarki.

Ubytek masy kolbki podczas doświadczenia przyjęto jako ilość siarki odparowanej, zaś przyrost masy filtrów jako ilość siarki zaadsorbowanej.

x) Temperatura topnienia siarki wynosi $t = \text{ok. } 120^{\circ}\text{C}$. (Prężność par siarki nad cieczą jest najniższa w tej temperaturze).

Wyniki doświadczeń zestawiono w tablicy 1.

Tablica 1

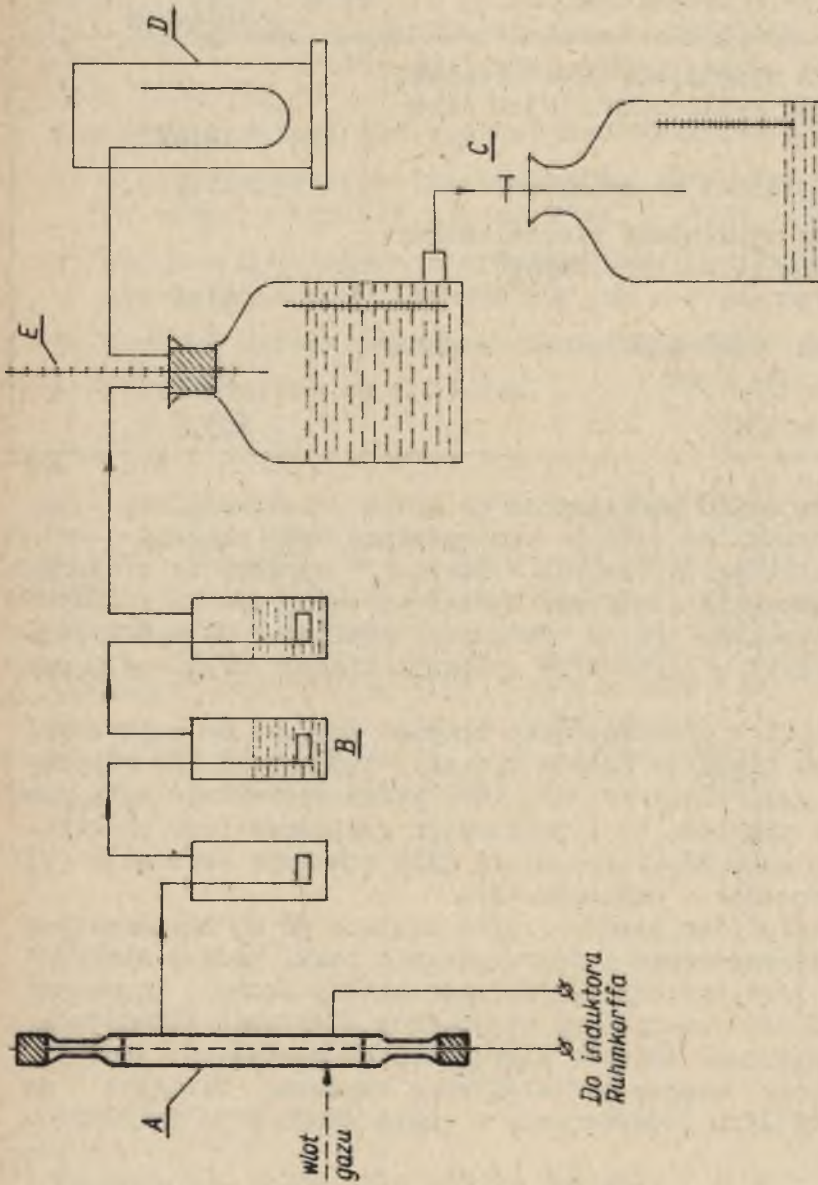
F i l t r	Ilość zaadsorb. mgły siarki w %
U-rurka wypełniona pierścieniami Raschiga zwilżonymi olejem parafinowym	19,5%
Filtr szklany ze spiekami	27,9
U-rurka wypełniona pierścieniami Raschiga (U-rurka w kąpielu glicerynowej $t = \text{ok. } 120^{\circ}\text{C}$)	51,2
U-rurka wypełniona siarką o uziarnieniu ok. 2 mm	80,7
Elektrofiltr	100,0

W przypadku podłączenia za kolbą elektrofiltru nie stwierdzono na wylocie występowania mgły siarki.

Z liczb przytoczonych w tablicy 1 wynika, że elektrofiltr zapewnia ilościowe oznaczenie mgły siarki i dlatego zastosowano go w dalszych pomiarach do oznaczania mgły siarki w gazie przy spalaniu siarki oraz rudy siarkowej.

Na rys. 1 przedstawiono schemat zestawu do poboru próbek gazu z pieca. Składa się on z aspiratora (C) zasysającego gaz, elektrofiltru (A), który wychwytuje mgłę siarki oraz płuczek (B) wypełnionych roztworem jodu absorbującym z gazu SO_2 . Temperaturę gazu wskazuje termometr (E) zaś ciśnienie - manometr (D).

Elektrofiltr stanowi rurka szklana ($\varnothing 20 \text{ mm}$) zaopatrzona w doprowadzenie i odprowadzenie gazu. Wzdłuż elektrofiltru jest napięty centrycznie między dwoma gumowymi korkami drut aluminiowy stanowiący elektrodę koronującą. Na zewnętrznej ścianie elektrofiltru nawinięta jest folia cynowa stanowiąca elektrodę osadczą. Napięcie do elektrofiltru doprowadzono z cewki Ruhmkorffa (ok. 10000V).



Rys. 1. Zestaw do poboru próbek gazu z pieca
 A - elektrofiltr, B - płuczki, C - aspirator, D - manometr E - termometr

Mgła siarki osadzała się na wewnętrznej ściance elektrofiltru (elektroda osadcza). Siarkę wymywano z elektrofiltru przy pomocy dwusiarczku węgla (roztwór sączono w celu oddzielenia pyłu) i po odpędzeniu rozpuszczalnika oznaczano wagowo siarkę.

Przy pomocy powyższej metody udało się ustalić zawartości siarki el. w gazie podczas spalania jej w obecności złoża. Zawartości te w zależności od warunków spalania wahały się w granicach 0,26 do 20,28 g/m³ gazu.

LITERATURA

- [1] Duecher W.W., West J.R.: "The manufacture of sulfuric acid" New York (1959).
- [2] Malin K.M.: Technologia kwasu siarkowego. PWT Warszawa (1953).
- [3] Ługowska M.: Przem. Chem. 40 95, 383, 514 (1961).
- [4] Ługowska M.: Zesz. Nauk. Pol. Śl. Chemia 8 Gliwice (1961).
- [5] Abdejewa A.W.: Gazowaja siera, Goschimizdat, 1950.