EKOR
Limited Liability Company
Research & Engineering Enterprise

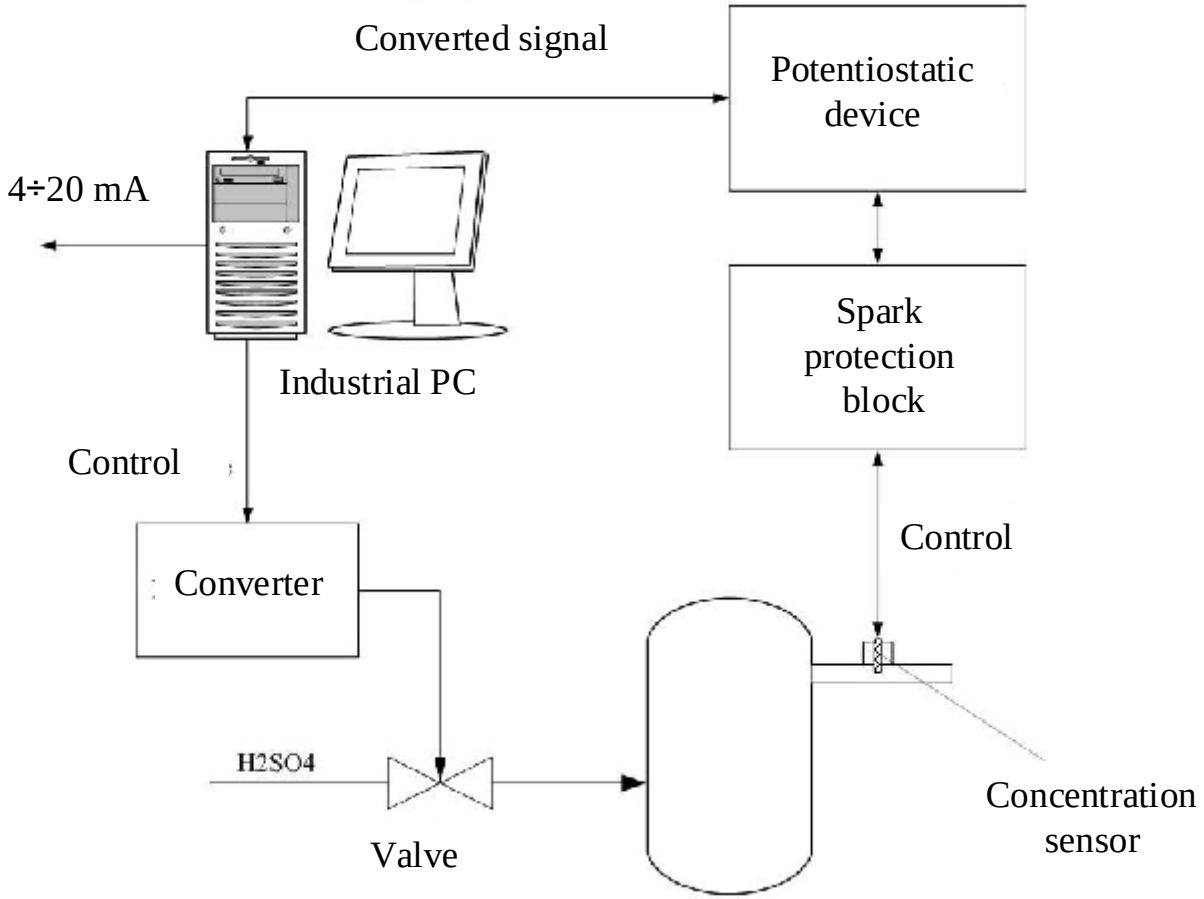
The system for monitoring of sulfuric acid concentration in the synthesis of hydroxylamine sulphate

Director Dovgalov Leonid tel.+38-050-3287217

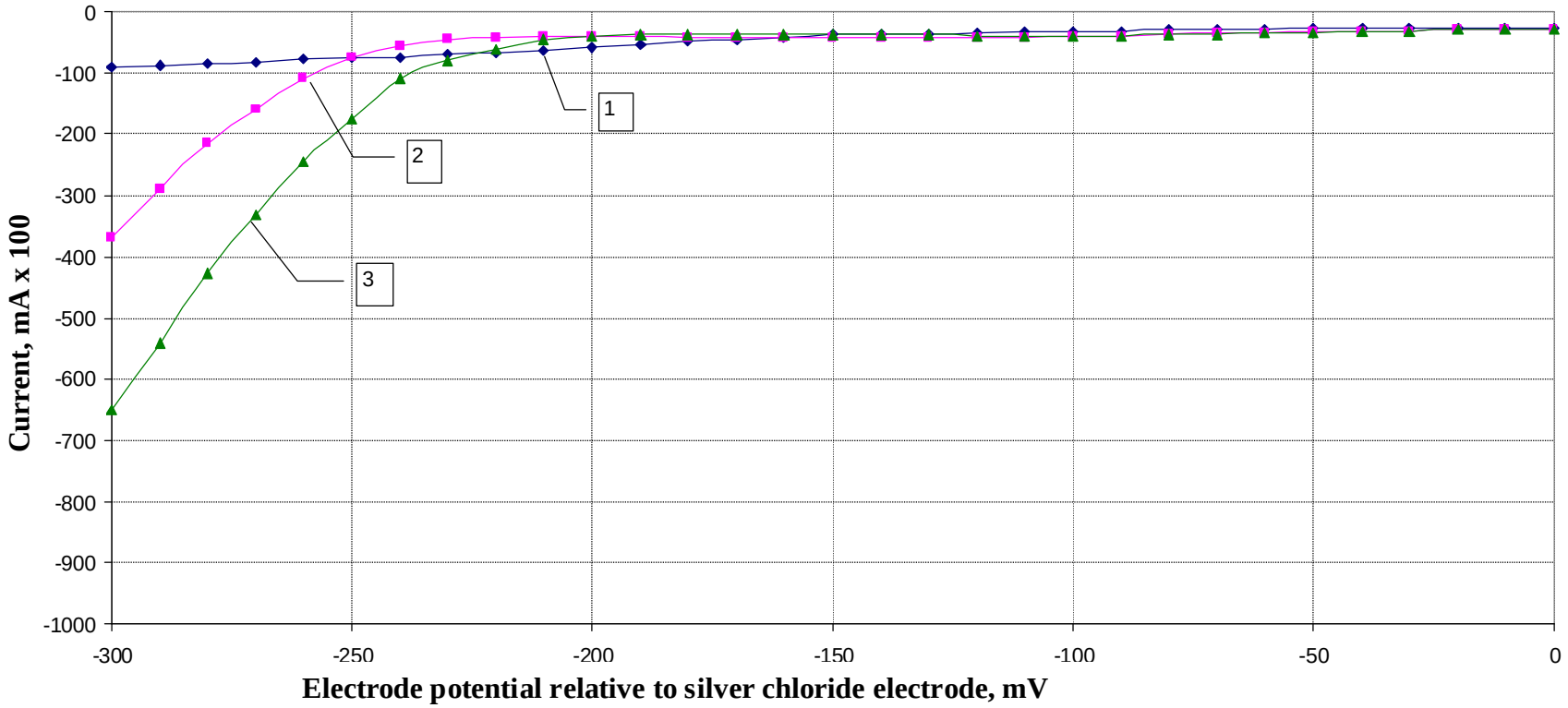
The system for monitoring of sulfuric acid concentration in the synthesis of hydroxylamine sulphate (for a single channel measurement of concentration) consists of:

- concentration sensor;
- spark protection block;
- potentiostatic device;
- industrial PC with I / O board.

The system for monitoring of sulfuric acid concentration. Block diagram



Polarization curves measured on a metal electrode in aqueous solution 110 g/l $(NH_3OH)_2SO_4$,20 g/l $(NH_4)_2SO_4$, 40g/l powder of electrographite (1) with adding H_2SO_4 (2- 57,6 g/l, 3 – 115,2 g/l), 40°C, mixing

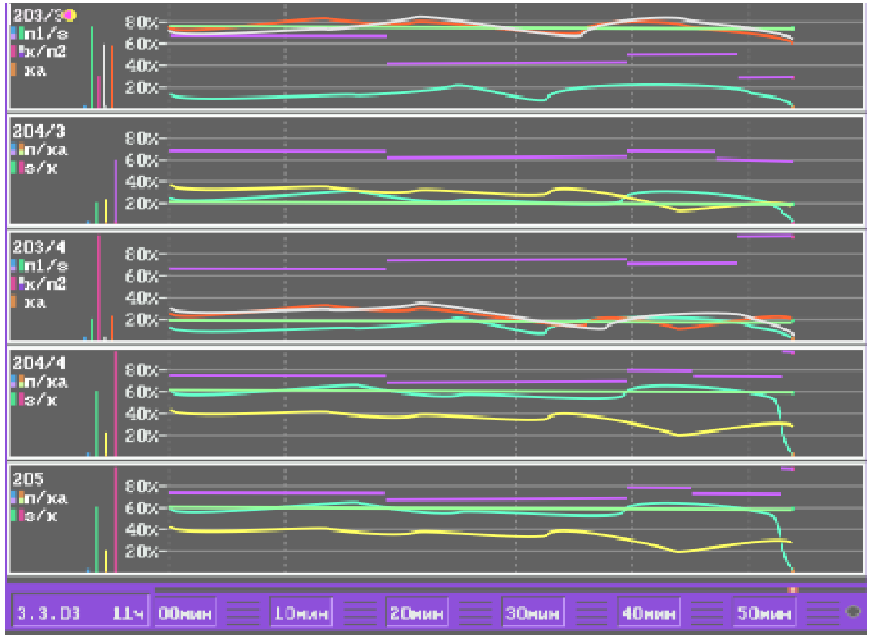


The operation of the system is based on the relationship between redox currents on the polarized electrode in potentiodynamic mode and the of sulfuric acid concentration.

How the system works

- At a signal from the computer potentiostatic device served potential difference across the concentration sensor; Current signal from the concentration sensor through the spark protection block is measured by potentiostatic device is converted into a voltage and fed to the ADC board computer;
- The computer calculates the magnitude of the signal on the concentration of sulfuric acid. On the basis of the monitoring system the system of regulation of the maintenance of sulfuric acid can be realized. The computer compares the measured value of the concentration of sulfuric acid with a given, calculates the control action, which comes with a DAC board to the valve through a conversion device.

Software



- operates the system;
- displays the measured process parameters as numeric values and trends;
- allows to store data and view the process history.

Laboratory test

- The system was tested in model media production hydroxylamine sulphate in laboratory conditions.
- It is founded that between 5 to 230 g / l H_2SO_4 can secure control of the content of acid.
- System indications on H_2SO_4 practically do not depend on temperature and the content in a solution hydroxylamine sulphate , ammonium sulphate.
- In addition, the system can be used to measure the hydroxylamine sulphate concentration in a range 0-12 g / l.

Results of laboratory tests of the system

The concentration of sulfuric acid in an aqueous solution 110-300 g/l $(NH_3OH)_2SO_4$, 0-20 g/l $(NH_4)_2SO_4$, , 40 g/l of powder electrographite at 40°C	
Obtained by the method of additives, g/l	Measured using the System, g/l
Range 5-25 g/l	
7,2	7,3
14,4	14,5
21,6	21,5
Range 50-115 g/l	
57,8	57,8
86,6	86,6
115,4	119,2

Industrial tests

- The system was tested in industrial conditions, the synthesis of hydroxylamine in the manufactory K-5 at the Cherkassy JSC “Azot".
- During the test period the system carried out continuous determination of mass fraction of free sulphuric acid and reflected the dynamics of its change.
- A parallel analysis of the mass fraction of free sulphuric acid by a laboratory method showed convergence with the results of measurements of the system.

Results of industrial tests

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО НТП «Экор»
_____ Л.Ю.Довгалев
«__» _____ 2008 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Технический директор ОАО «Азот»
_____ В.Л.Сигаров
«__» _____ 2008 г.

Акт
о проведения испытаний системы непрерывного контроля содержания свободной серной кислоты в реакторах синтеза ГАС поз. Р-311Б, Р-313Б в цехе К-5 ОАО «Азот» г. Черкассы

В период с 22.02.08 г. по 11.04.08 г. в цехе К-5 на ОАО «Азот» г. Черкассы были проведены испытания системы непрерывного контроля содержания свободной серной кислоты в реакторах синтеза ГАС поз. Р-311Б (диапазон от 60 до 110 т/л H_2SO_4). Р-313Б (диапазон от 0 до 50 т/л H_2SO_4).

Цель испытаний – показать возможность непрерывного контроля содержания свободной серной кислоты в промышленных условиях.

Для определения массовой доли свободной серной кислоты использовался электрохимический метод (зависимость тока восстановления ионов водорода от концентрации кислоты).

Система для двух каналов измерения концентрации состоит из двух датчиков концентрации, блока искрозащиты, потенциостатического устройства, адаптированного промышленного компьютера с платами ввода-вывода.

Датчики были установлены в реакторах синтеза ГАС поз. Р-311Б, Р-313Б на глубину порядка 3 метров. Для установки датчиков использовались существующие фланцы.

Система в течение всего срока испытаний выполняла непрерывное определение массовой доли свободной серной кислоты и отражала динамику ее изменения. При этом параллельные анализы массовой доли свободной серной кислоты с помощью лабораторной методики показали сходимость с результатами измерений системы (Приложения 1).

Внешний осмотр датчиков после испытаний не показал видимых изменений рабочей части электродов.

От ОАО «Азот»

Нач. цеха К-5 — И.П.Симаков
Зам. нач. цеха К-5 — В.Н.Белошог
Нач. уч. КИПиА цеха К-5 — С.Я Перминов

От ООО НТП «Экор»

Инженер — М.В.Смородов

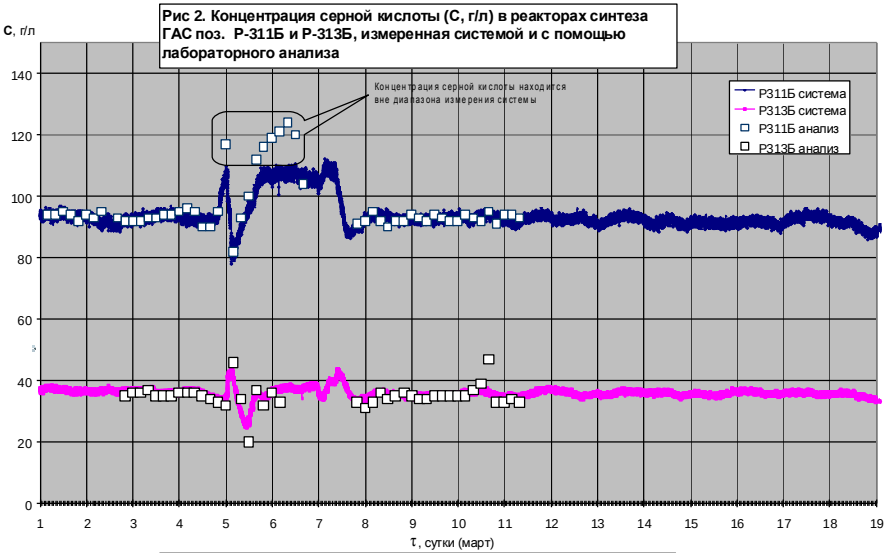


Рис 2. Концентрация серной кислоты (С, г/л) в реакторах синтеза ГАС поз. Р-311Б и Р-313Б, измеренная системой и с помощью лабораторного анализа

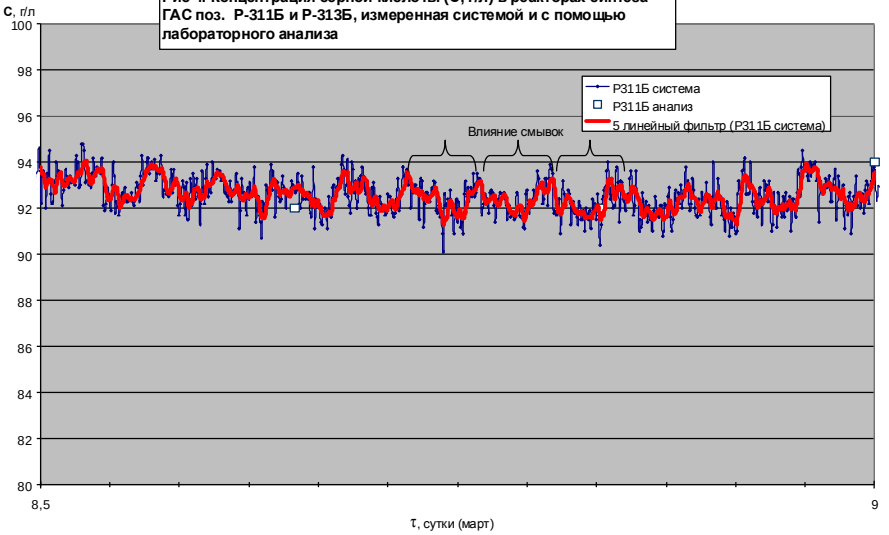


Рис 4. Концентрация серной кислоты (С, г/л) в реакторах синтеза ГАС поз. Р-311Б и Р-313Б, измеренная системой и с помощью лабораторного анализа

Lacks of the existing analytical control of the concentration of sulphuric acid

- Frequency and subjectivity of laboratory analyses;
- harmful effects of industrial solutions to health service staff.

Advantages of the proposed monitoring system of the concentration of sulphuric acid

- possibility to continuously measure quantitatively the content of sulphuric acid in the range 5-230 g/l directly in the technological solutions (in apparatus and pipelines);
- durability and reliability (resistance to dirt) sensor systems;
- simplicity of service and calibration of industrial conditions.

In addition, the use of the system makes it possible to:

- visualize information about the process;
- automate the content of the concentration of sulphuric acid at set level;
- optimize the synthesis of hydroxylamine sulphate.

Economic benefit

The economic benefit from the introduction of the system is achieved owing to the following:

- optimization of the synthesis of hydroxylamine sulphate;
- reduce the number of selection of analyses, decrease labor costs, reduce harmful effects on health service staff.

The scope of supply includes:

- complete set of the system;
- erection supervision of sensor connection units;
- erection of sensors and instruments of the system;
- adjustment of the system;
- preparation of technical description and operating manual;
- operating personnel training;
- performance test run and commissioning of the system.

The erection of sensor connection units and cable routing are in Customer’s scope.

The proposed system is introduced into production during 4 months.