



EUROLAB Srl

Laboratorio analisi chimiche
Monitoraggi ambientali



LAB N° 1512

Fluorsid S.p.a.

**Area industriale - 2a strada - Macchiareddu
Assemini (CA)**

Valutazione IAR

(OSSIGENO - PORTATA - TEMPERATURA)

secondo D.Lgs. 152/06 Parte V, All. VI comma 4

Punto di emissione E 30

Novembre 2016

Indice

| | | | |
|---|---|------|---|
| 1 | Descrizione impianto oggetto di valutazione I.A.R. | Pag. | 5 |
| 2 | Verifica indice di accuratezza relativo (I.A.R.) | | 6 |
| 3 | Norme e metodi di riferimento | | 7 |
| 4 | Caratteristiche analizzatori in continuo (AMS) soggetti a IAR | | 7 |
| 5 | Risultati delle prove di misura | | 8 |
| 6 | Conclusioni | | 9 |

Premessa

In data 11 Novembre 2016 sono state verificate le prestazioni degli analizzatori in continuo installati sul punto di emissione E 30 sito presso la Fluorsid S.p.a. - Area industriale - 2a strada - Macchiareddu – Assemini (CA).

Detti controlli sono stati effettuati secondo le prescrizioni previste dal D.Lgs. 152/06 Parte V All. VI, comma 4.

Definizioni e abbreviazioni

AMS (Automated measuring system) – Sistema di misura per il monitoraggio in continuo delle emissioni

SMR (Standard Reference Method) Sistema di campionamento installato temporaneamente sull'impianto a scopo di verifica.

IAR – Indice di accuratezza relativo

1. Descrizione impianto oggetto di valutazione I.A.R.

Il punto di emissione E 30 della Fluorsid S.p.a. è relativo al processo di produzione di acido solforico.

Lo zolfo fuso giunge in Stabilimento su apposite autocisterne coibentate e dotate di serpentine di riscaldamento (la temperatura di solidificazione dello zolfo è di circa 120 °C) e viene stoccato in due serbatoi di stoccaggio di circa 1000 t di capacità ciascuno.

Da qui, lo zolfo liquido viene alimentato al forno zolfo in uno speciale bruciatore dove, in presenza di aria preventivamente essicata in una torre essicante, brucia producendo un gas avente un contenuto di SO₂ dell' 11,5% in volume a una temperatura di 1129 °C.

Essendo la temperatura dei gas troppo alta per essere mandati al reattore di conversione SO₂/SO₃, il gas viene raffreddato fino a circa 420 °C in una caldaia di recupero calore. La caldaia è del tipo a tubi di fumo e il calore di combustione dello zolfo viene recuperato producendo vapore ad alta pressione.

Il Gas di processo entra quindi nel 1° letto catalitico situato nella parte bassa del convertitore, dove il gas SO₂ viene parzialmente convertito in SO₃. Essendo la reazione esotermica, la temperatura del gas aumenta e il gas in uscita dal 1° letto viene raffreddato in un surriscaldatore dove il vapore saturo proveniente dalla caldaia viene surriscaldato a 412 °C circa. La conversione SO₂/SO₃ procede nel secondo letto, all'uscita del quale il gas viene raffreddato alla corretta temperatura in uno scambiatore gas/gas.

Il gas SO₂/SO₃ raggiunge quindi il 3° letto del convertitore: dopo l'attraversamento la maggior parte dell'SO₂ è convertita in SO₃ e il gas (dopo raffreddamento in un secondo scambiatore gas/gas e in un economizzatore) viene alimentato alla colonna di assorbimento interstadio, dove l'SO₃ è assorbita mediante circolazione di acido solforico.

L'SO₂ non convertita, proveniente dalla colonna di interstadio, viene quindi inviata al 4° letto catalitico del Reattore. Dal 4° letto il gas SO₃ è raffreddato in un economizzatore e quindi inviato alla colonna finale di assorbimento. Da questa il gas contenente l'SO₂ non convertita, viene evacuato in atmosfera, per mezzo di un camino, alla quota di 50 m.

2. Verifica indice di accuratezza relativo (I.A.R.)

La verifica di accuratezza di una misura si effettua confrontando le misure rilevate dal sistema in esame con le misure rilevate nello stesso punto o nella stessa zona di campionamento da un altro sistema di misura assunto come riferimento.

L'accordo tra i due sistemi si valuta, effettuando almeno tre misure di confronto, tramite l'indice di accuratezza relativo (I.A.R.).

L'indice di accuratezza relativo si calcola dopo aver determinato i valori assoluti delle differenze delle concentrazioni misurate dai due sistemi nelle N prove effettuate.

Indicato con X_i il valore assoluto di detta differenza nella i-esima prova si ha:

$$IAR = 100 \times \left[1 - \frac{(M + Ic)}{Mr} \right]$$

Dove:

M è la media aritmetica degli N valori X_i

Mr è la media dei valori delle concentrazioni rilevate dal sistema di riferimento

Ic è il valore assoluto dell'intervallo di confidenza calcolato per la media degli a valori X_i ; ossia

$$Ic = t_n \times \frac{S}{\sqrt{N}}$$

N è il numero di misure effettuate

t_n è il numero t di Student calcolato per un livello di fiducia del 95% e per (n) gradi di libertà pari a (N-1)

S è la deviazione standard dei valori di X_i

3. Norme e metodi di riferimento.

| Sistemi di campionamento (SRM) | | |
|--------------------------------|-------------------------------|--|
| Parametro | Norma | Descrizione |
| Ossigeno | UNI EN 14789:2006 | Emissioni da sorgente fissa - Determinazione della concentrazione in volume di ossigeno- Metodo di riferimento: paramagnetismo |
| Portata | UNI EN ISO 16911: 2013 | Misure alle emissioni - Determinazione della velocità e della portata di flussi gassosi convogliati per mezzo del tubo di Pitot. |
| Temperatura | UNI EN ISO 16911: 2013 | Misure alle emissioni - Determinazione della velocità e della portata di flussi gassosi convogliati per mezzo del tubo di Pitot. |

4. Caratteristiche analizzatori in continuo (AMS) soggetti a IAR

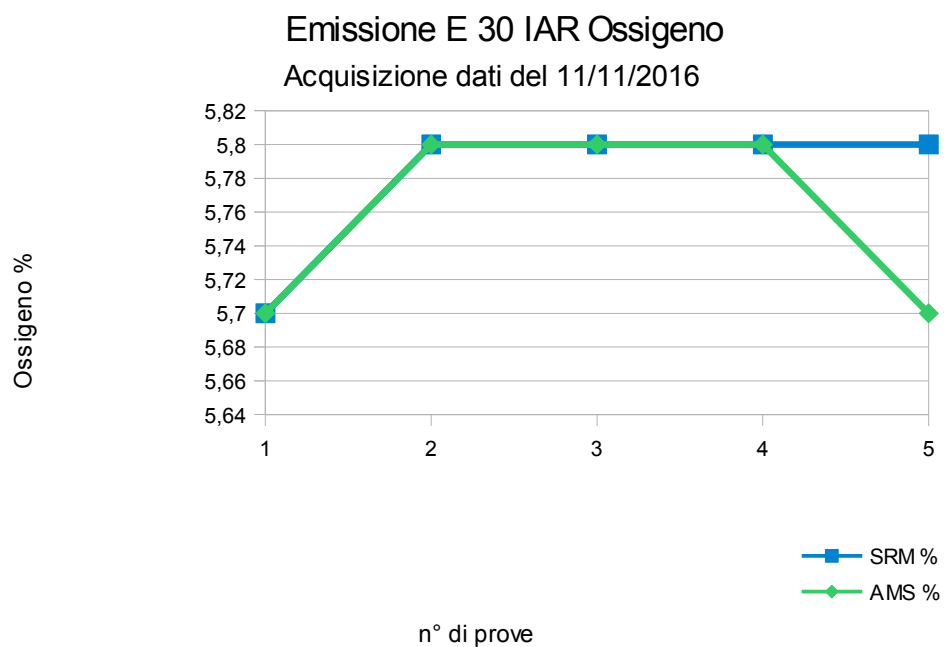
| Parametro misurato | Analizzatore | Marca |
|--------------------|------------------------------|---------|
| Ossigeno | Oxymat 6E matr. N1-CN-170 | Siemens |
| Portata | Flow Sic 100 | Sick |
| Temperatura | Flow Sic 100 | Sick |

5. Risultati delle prove di misura.

Vengono di seguito riportati i risultati ottenuti a seguito delle prove effettuate. Il valori di IAR sono stati ottenuti sulla base dei valori forniti dalla committenza.

Ossigeno emissione E 30

| N° prove | Data | Orario inizio | Orario fine | SRM % | AMS % | Differenza Xi | I.A.R. | |
|----------|----------|---------------|-------------|-------|-------|---------------|--------|-----------|
| 1 | 11/11/16 | 10:00 | 11:00 | 5,7 | 5,7 | 0 | 98,48 | IAR > 80% |
| 2 | 11/11/16 | 11:00 | 12:00 | 5,8 | 5,8 | 0 | | |
| 3 | 11/11/16 | 12:00 | 13:00 | 5,8 | 5,8 | 0 | | |
| 4 | 11/11/16 | 13:00 | 14:00 | 5,8 | 5,8 | 0 | | |
| 5 | 11/11/16 | 14:00 | 15:00 | 5,8 | 5,7 | 0,1 | | |

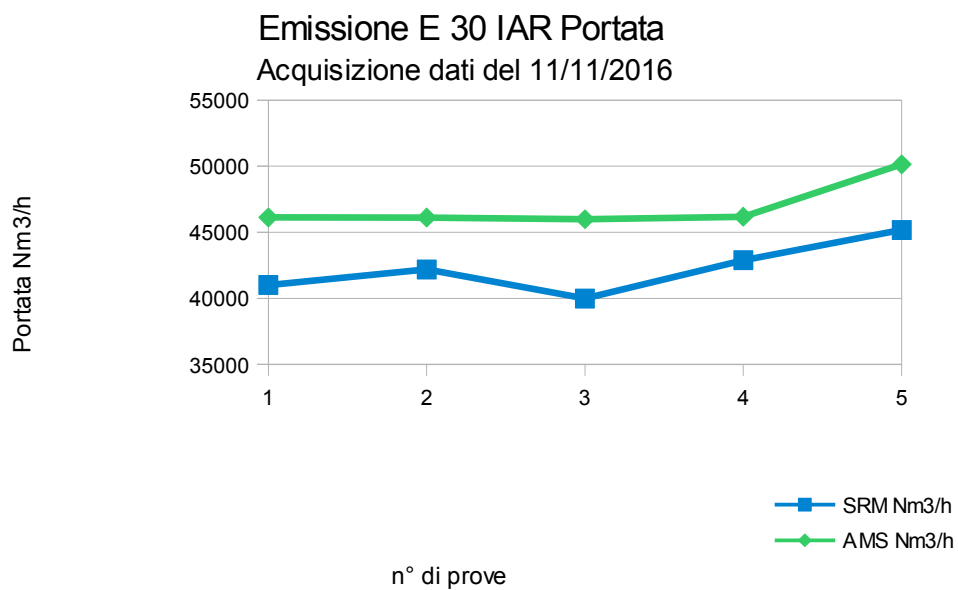


SRM (Sistema di misura di riferimento)

AMS (Sistema di misura automatico)

Portata emissione E 30

| N° prove | Data | Orario inizio | Orario fine | SRM Nm³/h | AMS Nm³/h | Differenza Xi | I.A.R. | |
|----------|----------|---------------|-------------|-----------|-----------|---------------|--------|-----------|
| 1 | 11/11/16 | 10:00 | 11:00 | 41006 | 46117 | 5111 | 83,7 | IAR > 80% |
| 2 | 11/11/16 | 11:00 | 12:00 | 42187 | 46110 | 3923 | | |
| 3 | 11/11/16 | 12:00 | 13:00 | 39988 | 45985 | 5997 | | |
| 4 | 11/11/16 | 13:00 | 14:00 | 42883 | 46177 | 3294 | | |
| 5 | 11/11/16 | 14:00 | 15:00 | 45173 | 50139 | 4966 | | |



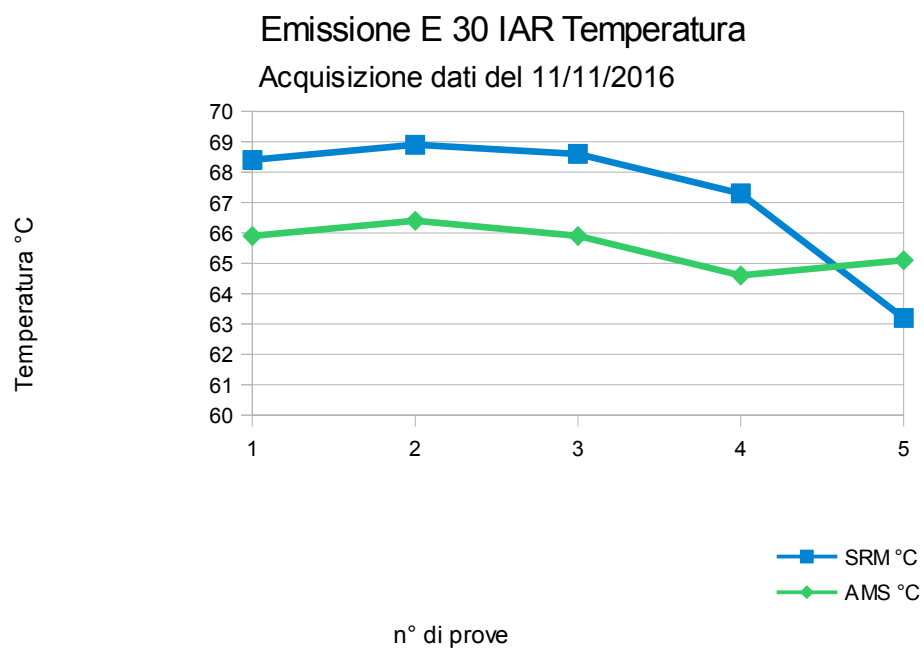
SRM (Sistema di misura di riferimento)

AMS (Sistema di misura automatico)

Temperatura emissione E 30

| N° prove | Data | Orario inizio | Orario fine | SRM °C | AMS °C | Differenza Xi | I.A.R. |
|----------|------|---------------|-------------|--------|--------|---------------|--------|
|----------|------|---------------|-------------|--------|--------|---------------|--------|

| | | | | | | | | |
|---|----------|-------|-------|------|------|-----|-------|-----------|
| 1 | 11/11/16 | 10:00 | 11:00 | 68,4 | 65,9 | 2,5 | 95,02 | IAR > 80% |
| 2 | 11/11/16 | 11:00 | 12:00 | 68,9 | 66,4 | 2,5 | | |
| 3 | 11/11/16 | 12:00 | 13:00 | 68,6 | 65,9 | 2,7 | | |
| 4 | 11/11/16 | 13:00 | 14:00 | 67,3 | 64,6 | 2,7 | | |
| 5 | 11/11/16 | 14:00 | 15:00 | 63,2 | 65,1 | 1,9 | | |



SRM (Sistema di misura di riferimento)

AMS (Sistema di misura automatico)

6. Conclusioni.

A seguito delle prove effettuate presso il punto di emissione E 30 sito presso lo stabilimento della Fluorsid S.p.a. si evince che lo I.A.R. (indice di accuratezza relativo) riscontrato sugli AMS verificati, è superiore all' 80% (valore indicato dal D. Lgs. 152/06 Parte V, All. VI comma 4, come indice di sufficiente grado di accuratezza relativo).

Il Direttore del Laboratorio

Dott. Chimico Alfio Nicolosi
(Firmato digitalmente)