

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЕКОНОМІКИ І ТЕХНОЛОГІЙ  
НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ТЕХНОЛОГІЧНИЙ ІНСТИТУТ  
Кафедра хімічних технологій та інженерії

**ГАЗИФІКАЦІЯ ТА ГІДРОГЕНІЗАЦІЯ  
ТВЕРДИХ ГОРЮЧИХ КОПАЛИН**

методичні вказівки для виконання  
лабораторних робіт

для здобувачів спеціальності G1 Хімічні технології та інженерія на  
першому (бакалаврському) рівні  
очної (денної) та заочної форми здобуття вищої освіти

**РЕКОМЕНДОВАНО**

на засіданні кафедри хімічних технологій  
та інженерії  
(протокол № 12 від 24 березня 2025 р.)

**ПОГОДЖЕНО**

Науково-методичною радою Державного  
університету економіки і технологій  
(протокол № 10 від «15» квітня 2025 р.)

м. Кривий Ріг  
2025 р.



## ЗМІСТ

	стор
ВСТУП	4
ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ	5
Лабораторна робота № 1. Визначення швидкості газифікації різноманітних твердих горючих копалин	7
Лабораторна робота № 2. Визначення теплоти згорання газів отриманих з твердих горючих копалин	10
Лабораторна робота № 3. Визначення щільності газу	18
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	22

## ВСТУП

За наявних виробничих потужностей українська вугільна промисловість може ефективно працювати близько 200 років. На жаль, 80 % усіх запасів вугілля знаходяться у пластах, потужність яких не перевищує 1,0 м. Так, на десяти шахтах Західного Донбасу середня динамічна потужність пластів, що знаходяться у розробці, у 2012 році склала 0,92 м. Існує стабільна тенденція до зниження цього показника. Слід зазначити, що незважаючи на це, збільшується інтенсифікація і концентрація очисних і підготовчих робіт, поліпшуються техніко — економічні показники роботи шахт.

Обґрунтування і впровадження новітніх технологій видобутку вугілля з тонких та надтонких пластів у слабометаморфізованих вміщуючих породах високопродуктивними механізованими комплексами та технологіями підземної газифікації вугілля на базі вивчення геомеханічних особливостей їх синтезу є актуальною науково-технічною проблемою, яка має важливе значення для вугільної промисловості України. Її вирішення дозволить залучити до виробництва балансові запаси із потужністю пластів 0,6—0,8 м, які донині не відпрацьовувалися. Виробництво висококалорійного, енергетичного і технологічного газів можна здійснити методами газифікації вугілля. Виробництво синтетичного рідкого палива пов'язане з споживанням технічного водню і синтез-газу, які також можуть бути отримані газифікацією палива. Газифікація палива частково вирішує задачу боротьби із забрудненням атмосфери при використанні сірчистих палив на електростанціях [1].

Газифікація — високотемпературний процес взаємодії вуглецю палива з окиснювачами, що проводиться з метою отримання суміші горючих газів ( $H_2$ ,  $CO$ ,  $CH_4$ ). Як окиснювачі або газифікуючі агенти застосовують кисень, водяну пару, двоокис вуглецю або суміш цих речовин. У залежності від складу, співвідношення початкових речовин, температури, тривалості взаємодії можна отримати газові суміші різного складу.

Ці методичні вказівки допоможуть ознайомитися з основними засадами проведення досліджень складу і властивостей продукті газифікації вугілля. Освоїти методи дослідження газоподібних і рідких продуктів газифікації та навчитися аналізувати отримані значення для правильного їх тлумачення та використання.

Мета – набуття компетентостей щодо аналізу продуктів виробництва газоподібних та рідких продуктів з твердих горючих копалин.

Завдання - знати основні принципи аналізу газу, рідких продуктів газифікації, гідрогенізації та переробки твердих горючих копалин до рідких палив; вміти оцінити результати досліджень газоподібних і рідких продуктів.

## **ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ**

### **Основні правила безпеки під час роботи в лабораторії**

Лабораторні роботи проводяться за наявності захисних засобів (окуляри, рукавички), при строгому дотриманні правил охорони праці. У випадку пошкодження лабораторного устаткування і приладдя з вини здобувача вищої освіти, він несе повну матеріальну відповідальність.

1. Робота в лабораторії проводиться тільки за наявності справної витяжної вентиляції, витяжних шаф з хорошою тягою, нейтралізуючих розчинів, засобів пожежогасіння і аптечки першої допомоги.

2. Всі операції, пов'язані із застосуванням або виділенням отруйних, вогне- або вибухонебезпечних речовин необхідно проводити тільки у витяжній шафі при працюючій вентиляції.

3. Перегонку і нагрівання вогнебезпечних, низькокиплячих речовин необхідно проводити в круглодонних колбах, виготовлених зі спеціального скла і встановлених в лазнях, заповнених відповідними теплоносіями (пісок, вода, масло). Нагрівання посудин з вогнебезпечними рідинами на відкритому вогні або азбестовій сітці не допускається. Строго забороняється запалювати вогонь, якщо поблизу є посудини з горючими розчинниками (бензин, гас, бензол).

4. При проливанні вогнебезпечної низькокиплячої рідини необхідно погасити всі пальники і вимкнути електронагрівальні прилади за допомогою загального рубильника, а потім відключити електроприлади на робочому місці, пролитий продукт засипати піском або зібрати ганчірками, потім пісок або ганчірки видалити, а місце, де була пролита рідина, добре промити водою.

5. Щоб уникнути опіків та уражень від бризок і викидів не можна нахилитися над посудиною, в якій кипить або налита рідина.

6. Луги, кислоти і інші їдкі або отруйні речовини необхідно набирати в піпетку за допомогою гумової груші, засмоктувати їдкі або отруйні рідини в піпетку ротом забороняється.

7. Всі роботи з концентрованими кислотами і лугами проводити в гумових рукавичках і захисних окулярах. При проливанні концентрованої кислоти або лугу та інших їдких речовин необхідно пролитий продукт засипати піском, а мокрий пісок видалити і залишок змити водою.

8. Роботу з небезпечними і хімічними речовинами необхідно проводити в присутності викладача, лаборанта або учбового майстра.

9. Наливати воду в посудину з концентрованою сірчаною кислотою забороняється, так як при цьому відбувається випліскування вмісту посудини.

10. Електропроводи і нагрівальні прилади не повинні мати пошкодженого ізоляційного шару.

11. Забороняється торкатися пальцями або металевими предметами до оголених контактів нагрівальних приладів. Щоб підтиснути контакт на клемі необхідно відключити прилад.

12. Без заземлення металевих частин електроустановки працювати на ній категорично забороняється.

13. Строго забороняється залишати робочу обстановку без нагляду.

14. Після закінчення роботи здобувач вищої освіти зобов'язаний ретельно перевірити своє робоче місце, прибрати його, вимкнути всі електроприлади, погасити пальники, відключити воду, скориставшись допомогою лаборанта.

15. Щоб уникнути отруєнь, категорично забороняється приймати їжу в лабораторії і пити воду з хімічних стаканів.

#### **Загальні протипожежні заходи безпеки в лабораторії:**

1. В лабораторії повинні знаходитись справні вогнегасники, пісок, ковдра.  
2. При виникненні в приміщенні вогню необхідно негайно загасити його вогнегасником. При виникненні вогню в муфельній печі необхідно вимкнути рубильник, а потім загасити вогонь вогнегасником.

3. При загоранні електропроводів необхідно вимкнути рубильник, потім загасити.

4. При загоранні бензину, бензолу, масла гасити їх потрібно піском або землею. Гасіння цих горючих речовин водою не допускається.

5. При загоранні на людині одягу необхідно її рясно обливати водою, або накрити і загорнути в ковдру. Користуватися вогнегасником заборонено.

#### **Надання першої допомоги:**

1. При опіках, отруєннях, порізах, забиттях, отриманих під час роботи в лабораторії необхідно звернутися до лікаря.

2. При пораненнях краї рани обережно змазати йодом або замінником (зеленка, марганцівка) і накласти стерильну пов'язку, у випадку необхідності заздалегідь промити рану дистильованою водою.

3. При забиттях до приходу лікаря прикласти холод, примочки або пузир з льодом.

4. При термічних опіках обпечену частину змастити вазеліном, рослинним маслом або присипати питною содою. При більш сильних опіках (поява пухирів) на-класти марлю, змочену 5%-им розчином марганцівки і зверху покласти пов'язку.

5. При хімічних опіках необхідно ретельно промити уражене місце рясним струменем води, потім обробити:

а) при опіках кислотами – слабким розчином питної соди (можна присипати уражене місце чистою крейдою або оксидом магнію);

б) при опіках лугами – слабким розчином оцтової або лимонної кислоти.

6. При хімічному опіку очей речовинами, розчинними у воді (кислоти, луги) потрібно негайно промити очі струменем води.

7. При отруєнні хімічними речовинами постраждалого необхідно вивести на свіже повітря, звільнити від здавлюючого одягу. При зупинці дихання негайно зробити штучне дихання.

8. При отриманні різних травм необхідно негайно приступити до виконання вказаних правил і відразу ж викликати швидку допомогу.

9. Під час проведення лабораторних робіт здобувачі вищої освіти зобов'язані дотримуватись правил охорони праці і підпорядковуватись встановленому в лабораторії порядку.

Лабораторна робота № 1  
**Визначення швидкості газифікації різноманітних  
твердих горючих копалин**

Теоретичні положення

Газифікація твердих горючих копалин є термічний процес, при якому органічна маса палива під впливом окиснювачів або відновників чи їх сумішей переходить до хімічної енергії газоподібних продуктів реакцій з додатковим утворенням твердого та рідинного залишків. Твердий залишок складається з мінеральної частини - золи і має назву шлак, а рідинний - уявляє собою суміш продуктів (смола, оцтова кислота, метиловий спирт та ін.), які виділяються з отриманого газу.

Хімічні реакції проходять за складним механізмом, що включає утворення та розпад поверхневих комплексів, радикалів, утворення активних атомів і їх дезактивацію. Прийнято вважати, що хімічні реакції йдуть за інтервалом температур від декілька сотень до двох тисяч градусів Цельсія. На проходження газифікації твердих горючих копалин значний вплив мають природа палива, швидкість газоподібного потоку, тепловий режим у шарі палива, технологічне та апаратне оформлення процесу.

На даний час основним напрямком газифікації твердих горючих копалин є наземна. Наземну газифікацію, яка відбувається у газогенераторах підрозділяють на повну та часткову відповідно до технології процесів газифікації твердих горючих копалин. Ще існує підземна газифікація, яка спрямована на метанізацію органічної маси вугільного пласта, що знаходиться під землею. Перший проект підземної газифікації вугільного пласта було запропоновано робітниками Донецького вуглехімічного інституту. Автори проекту показали, що метан, який утворюється штучно під землею з вугільних пластів, відповідає формам метану процесу вуглеутворення. Такий прорив у технології газифікації твердих горючих копалин надав новий розвиток цього процесу, який розвивається та удосконалюється і на сьогоднішній час.

Швидкість газифікації ТГК залежить від виду палива, крупності та апаратного оформлення процесу.

Для того щоб охарактеризувати швидкість газифікації палива, його активної поверхні визначення слід вести в умовах наближених до промислових, тобто оптимальна крупність вугілля для дослідження є 6 – 3 мм або 3 – 0 мм.

### **1. Сутність методу**

Оцінка швидкості газифікації вугілля полягає в спалюванні наважки в вертикальній циліндричній печі при постійній температурі в середовищі кисню повітря і реєстрації втрати маси наважки за певний проміжок часу.

### **2. Обладнання для випробування**

Схема приладу для визначення швидкості газифікації палива наведена на рис. 1.1.

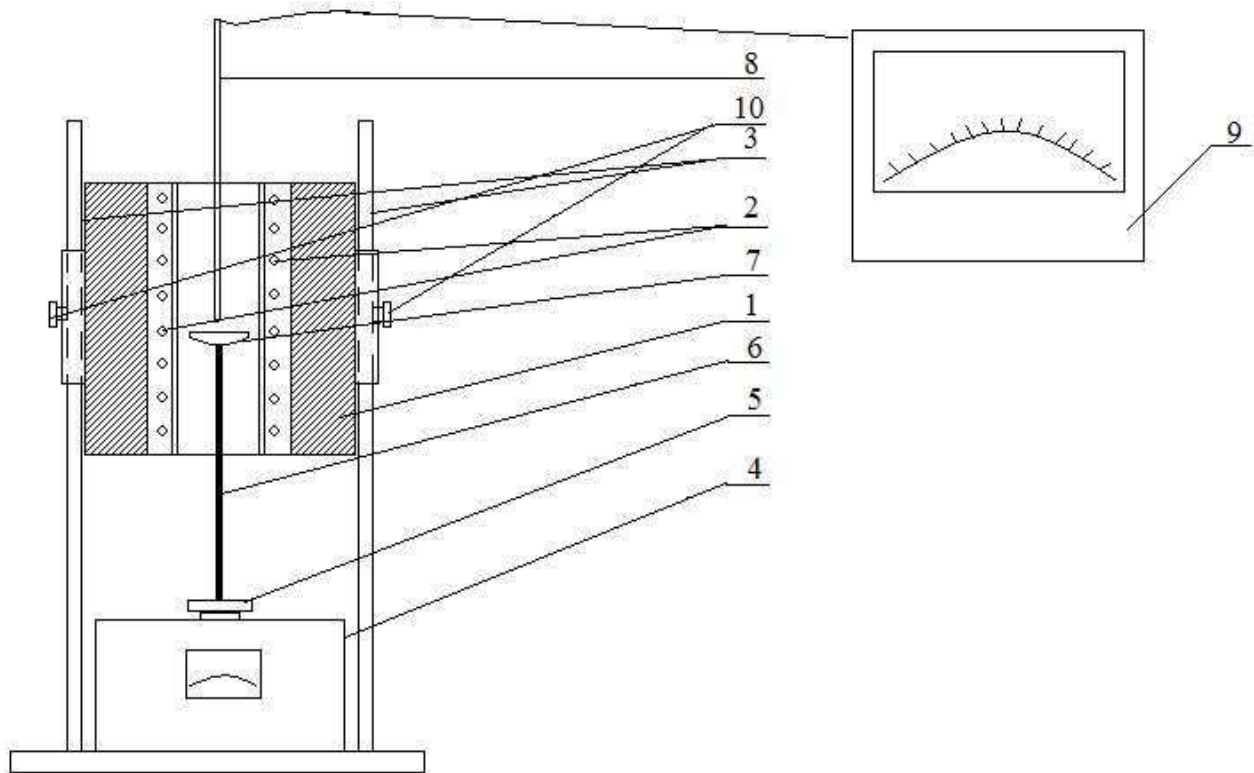


Рис. 1.1 – Прилад для визначення швидкості газифікації палива:

1 – корпус нагрівальної печі; 2 – нагрівальна обмотка; 3 – кріпильні тяги; 4 – ваги; 5 – головка вагів; 6 – опорна тяга завантаження проби (штанга); 7 – чашечка для завантаження проби; 8 – термопара; 9 – потенціометр; 10 – кронштейни кріплення нагрівального блоку.

### 3. Проведення випробування

Попередньо піч нагрівається до необхідної температури дослідження (як правило, дослідження проводять при температурі  $500^{\circ}\text{C}$  або  $800^{\circ}\text{C}$ ), яка фіксується потенціометром (9). Готується наважка вугілля масою  $5 \pm 0,1$  г і крупністю 6-3 мм. Яке завантажується в чашечку (7) і рівномірно розподіляється в ній.

Після того як температура печі досягла необхідної величини, на штангу (6), яка знаходиться в печі, акуратно встановлюється чашечка з наважкою вугілля. Після її встановлення вмикають ваги і фіксують час початку дослідження та масу наважки коксу разом з чашечкою і штангою (початкова вага). Термопару (8) слід встановлювати в печі на відстані 15-20 мм від поверхні досліджуваного палива.

Під час проведення дослідження необхідно підтримувати постійну температуру, регулюючи її лабораторним трансформатором, так як температура може коливатися внаслідок впливу різних побічних факторів.

Підведення повітря для горіння відбувається за рахунок природної тяги знизу печі. Заміри втрати маси вугілля при проведенні випробування здійснюють через кожні 10 хвилин. Випробування закінчується, коли протягом 30 хвилин втрата маси вугілля залишається незмінною.

Після закінчення випробування не можна відразу доставати наважку вугілля, так як це призводить до різкого охолодження печі, що є неприпустимим.

#### 4. Обробка результатів дослідження

Методика дозволяє оцінити швидкість газифікації вугілля по графіку, який будується в координатах: вісь абсцис – час дослідження ( $\tau$ , хв.), вісь ординат – спад маси ( $\Delta m$ , г). Крім цього можна розрахувати швидкість газифікації вугілля за будь-який період досліду (у г/хв. або %/хв.):

$$W_{\tau} = \frac{\Delta m}{\tau} \quad (1.1)$$

де  $\Delta m$  – втрата маси наважки, г, %;

$\tau$  – час дослідження, хв.

Лабораторна робота № 2  
**Визначення теплоти згорання газів отриманих з твердих горючих  
копалин**

Теоретичні положення

Вихід газу та його склад і теплота згорання змінюються в залежності від того, що використовується в якості дуття. Вибір типу дуття перш за все визначається призначенням газу. Якщо метою є приготування водяного газу для органічного синтезу або газу з високою теплотою згорання для транспортування, то слід використовувати парокисневе дуття, так як в цьому випадку в газі відсутній баласт.

Гази з низькою теплотою згорання (повітряний, пароповітряний) непридатні для транспортування на значні відстані також як і водневий газ, це пов'язано зі значними енергозатратами.

Гази, одержані при застосуванні повітряного і пароповітряного дуття використовуються в якості паливо для теплових електростанцій. Водяний газ – безбаластна сировина для виробництва і приготування різноманітних рідинних і газоподібних палив і хімічних продуктів.

В якості сировини для газифікації в принципі може бути використано будь яке тверде паливо – від деревинної щепи і торфу до антрациту і коксу.

Та все ж при застосуванні будь якого дуття і різних технологій необхідно контролювати склад газу і його теплоту згорання, для того щоб можна було оцінити правильність ведення процесу та його ефективність.

Пробу коксового газу відбирають за допомогою аспіратора - приладу, що складається з двох склянок, що повідомляються, одна з яких служить приймачем газу, інша приймачем рідини, що витісняється газом з першої склянки. Регулюючи затиском або краном випуск води з верхньої склянки аспіратора, відбирають пробу протягом певного проміжку часу (від декількох хвилин до діб). Вода в аспіраторі має бути насичена сульфатом натрію або хлористим натрієм і газом, тому протягом ряду випробувань користуються однією і тією ж водою, лише міняючи місцями склянки аспіратора. Об'єм кожної склянки має бути близько 15 дм<sup>3</sup>.

### **1. Суть методу**

Суть методу полягає у визначенні:

- суми кислото утворюючих газів ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  і ін.);
- неграничних вуглеводнів ( $\text{C}_n\text{H}_{2n}$ ),  $\text{O}_2$  и  $\text{CO}$  – вибіркоким поглинанням абсорбції поглинальними розчинами;
- $\text{H}_2$  і  $\text{CH}_4$  - спалюванням з використанням як каталізатор окислу міді гранульованого.

### **2. Засоби вимірювальної техніки, реактиви матеріали**

- комплект для газових аналізів типу КГА 2;

- термопара по ГОСТ 3044 і мілівольтметр з градуванням шкали до 1000°C;
- розчин калію гідроокису ( $d = 1,32 \text{ г/см}^3$ ) для поглинання кислотоутворюючих газів ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  і ін.) по ГОСТ 6709;
- бром по ГОСТ 4109 хч;
- калій бромистий по ГОСТ 4160, чда 20% розчин; пірогалол А по ГОСТ 6408;
- суспензія закису міді для поглинання окислу вуглецю або аміачний розчин міді одноклористої;
- окисел міді гранульований по ГОСТ 16539-79, фракція 1,0-2,5 мм;
- рідина замикає (насичений розчин  $\text{NaCl}$ );
- кислота сірчана по ГОСТ 4204, 10 % розчин;
- спирт етиловий ректифікований;
- гас;
- натронне вапно – осушуюча речовина;
- кислота сірчана по ГОСТ 4204, 84% розчин.

Допускається вживання інших засобів вимірювальної техніки, реактивів і матеріалів, відмінних від вказаних, але з метрологічними і технічними характеристиками, які не поступаються вказаним, а також реактивів вищої кваліфікації.

### **3. Підготовка до випробування**

*Приготування реактивів для визначення окремих компонентів газу*

*Поглинач для вуглекислоти і сірководню:* одну частину твердого гідроксиду калію розчиняють в двох частинах води (33 % розчин);

*Поглинач для важких вуглеводнів (ненасичені вуглеводні):* 41 г оксиду ртуті розчиняють в 200 см<sup>3</sup> 20 % розчину сірчаної кислоти. Враховуючи, малу розчинність оксиду ртуті її вносять в розчин злегка нагріваючи. Після повного розчинення оксиду ртуті в розчин додають до насиченості сірчаноокислий магній. Прозорий розчин, що відстоявся від осаду обережно зливають.

У випадку відсутності оксиду ртуті можна застосовувати розчин броду в бромистому калію: 1 см<sup>3</sup> броду розчиняють в 100 см<sup>3</sup> 20 % розчину бромистого калію.

*Поглинач для кисню:* а) окремо готують два розчини: 100 г гідроксиду калію в 100 см<sup>3</sup> води і 10 г пірогалолу в 30 см<sup>3</sup> води. Щоб запобігти окиснення пірогалолу повітрям, розчин змішують в самій посудині для поглинання кисню;

б) при застосуванні Пірогалолу А 44 г його розчиняють при збовтуванні в 132 см<sup>3</sup> 37 % розчину гідроксиду калію. Розчиняється дуже повільно (10-15 хв.) з сильним виділенням тепла. Після охолодження до кімнатної температури розчин готовий до використання. Розчин зберігають в склянці з темного скла при щільно закритій кришці.

*Поглинач для оксиду вуглецю:* Поглиначем слугує суспензія оксиду міді і β-нафтолу в сірчаній кислоті. 100 г ацетату міді розчиняють при нагріванні в 1 л води по повного розчинення.

60 г глюкози розчиняють в 400 см<sup>3</sup> води, нагрівають до розчинення і повільно доливають до киплячого розчину ацетату міді. Отриманий розчин окису міді відсмоктують на порцеляновій воронці промивають спочатку водою потім спиртом і сушать між листами фільтрувального паперу при кімнатній температурі.

20 г приготованого таким чином оксиду міді перетирають в порцеляновій ступці з 5-10 см<sup>3</sup> дистильованої води і додають 5-10 см<sup>3</sup> концентрованої сірчаної кислоти. Отриманий таким чином масу змивають сірчаною кислотою в склянку куди постійно перемішуючи поступово додають 12-15 г β-нафтолу. Потім отриману суспензію переносять в колбу доводять кількість сірчаної кислоти до 200 см<sup>3</sup>, закорковують колбу резиновим або пришліфованим скляним корком і збовтують протягом 1-1,5 годин і дають відстоятися 1-2 доби. Після цього суспензію декантують з осаду безпосередньо в поглинальну склянку і закорковують, щоб запобігти контакту з повітрям.

У разі відсутності реагентів для приготування суспензії β-нафтолу використовують аміачний розчин хлористої міді, який готують наступним чином.

250 г хлористого амонію розчиняють в 750 см<sup>3</sup> води і додають 200 г хлористої міді (Cu<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>). Розчин переливають в склянку, наповнюючи її по вінця, занурюють в неї декілька спіралей з червоної міді і щільно закорковують склянку резиновим корком. Розчин готовий до використання після того як він стає прозорим. Розчин наливають в поглинальну склянку приладу для поглинання СО і додають біля однієї третини (за об'ємом) концентрованого розчину аміаку.

*Окиснювач для визначення водню і метану:* 99 вагових частин тонкодисперсної міді змішують з 1 частиною оксиду заліза (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). До 80 частин цієї суміші додати 20 частин чистого каоліну, який вміщує не менше 50 % SiO<sub>2</sub>. Суміш розмішують з водою до отримання маси що подібна на тісто і формують продавлюючи крізь сито з отворами 2,5-3 мм. Окиснювач висушують і прокалюють при температурі 600 °С і завантажують в кварцову трубку приладу.

*Запірна рідина:* В якості запірної рідини використовують насичений розчин хлористого натрію або сірчаноокислого натрію, що підкислений сірчаною кислотою і зафарбований індикатором метиловим оранжевим.

*Будова апарату ВТІ (рис. 2.1) основними частинами апарату є:*

1. Подвійна вимірювальна бюретка 1, яка складається з двох з'єднаних між собою вгорі частин у водяній сорочці. Лівий бік бюретки має по висоті чотири розширення, що вміщують по 20 см<sup>3</sup> кожний. На звуженнях між цими розширеннями циліндричних частинах бюретки нанесені поділки, які дають можливість відраховувати об'єм 20, 40, 60 і 80 см<sup>3</sup> газу з точністю до 0,05 см<sup>3</sup>. Зверху і знизу від цих відміток, не виходячи за межі циліндричних звужень, нанесені ще по чотири поділки на об'єми 0,05 см<sup>3</sup>.

Права частина бюретки ємністю 21-22 см<sup>3</sup> градуйована по всій висоті через 0,05 см<sup>3</sup>.

Нижні кінці обох частин подвійної бюретки за допомогою трійника 21 з двома кранами 15 і 16 приєднані довгою резиноюю трубкою до напірної склянки

11. Маніпуляція кранами на трійнику розподіляє газ між двома частинами бюретки таким чином, щоб можна було проводити відлік з точністю до  $0,05 \text{ см}^3$ .

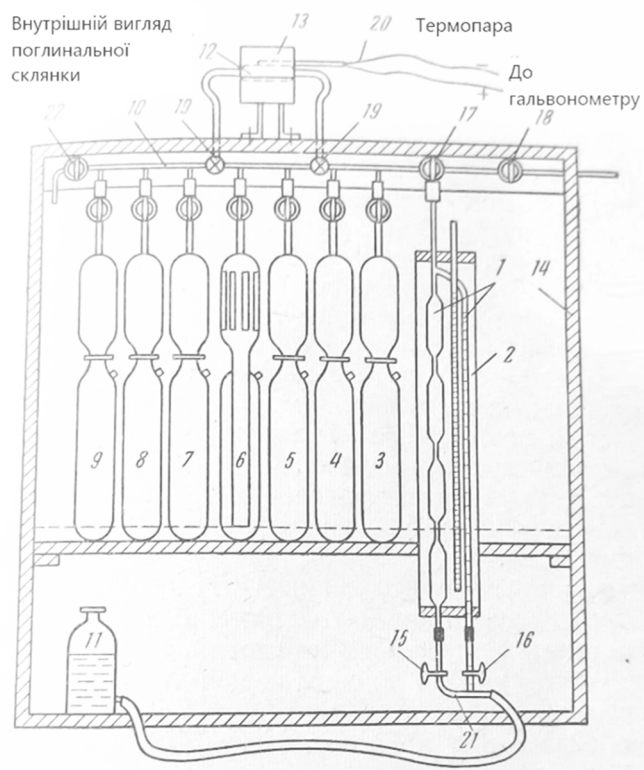


Рис. 2.1 – Газоаналізатор ВТІ

Бюретка щільно вставлена на резинових корках в скляний широкий циліндр 2, крізь який безперервно протікає вода кімнатної температури, завдяки чому газ в вимірних бюретках швидко набирає порівняно постійну температуру при всіх його змінах. Це спрощує подальші розрахунки і підвищує точність аналізу. Для контролю температури води, яка знаходиться в циліндрі вставлений термометр з поділками  $0,1$  або  $0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

2. Сім поглинальних склянок (3-9) слугують для абсорбції окремих складових частин газу: склянка 3 з розчином гідроксиду калію для поглинання діоксиду вуглецю ( $\text{CO}_2$ ) і сірководню ( $\text{H}_2\text{S}$ ); склянка 4 з розчином сірчанокислої ртуті в сірчаній кислоті для поглинання важких ненасичених вуглеводнів; склянка 5 з лужним розчином пірогалолу або пірогалолу А для поглинання кисню; склянка 6 з суспензією окислу міді з  $\beta$ -нафтолом в сірчаній кислоті для поглинання оксиду вуглецю ( $\text{CO}$ ), у випадку використання аміачного розчину напівхлористої міді – цим розчином заповнюють дві склянки 6 і 7; склянка 8 з 10% розчином сірчаної кислоти для поглинання з газу парів аміаку (при поглинанні оксиду вуглецю аміачним розчином міді); склянка 9 – приймач для газу при спалюванні водню, який вміщує розчин хлористого натрію або сульфату натрію, що слугує затвором для газу.

У випадку застосування для поглинання окису вуглецю окису міді з  $\beta$ -нафтолом в сірчаній кислоті залишаються вільними склянки, при цьому одну з крайніх склянок (7 або 8) заповнюють 33 % розчином гідроксиду калію, який

служує приймачем для газу і для поглинання вуглекислого газу, що утворюється при спалюванні метану.

3. Гребінка 10, яка поєднує всі вище вказані частини апарату, товстостінна скляна трубка з майже капілярним внутрішнім отвором. Внутрішній об'єм капілярного отвору в гребінці являє собою так званий «шкідливий об'єм» апарату, у випадку великого об'єму точність аналізу знижується, тому слід прагнути зменшення вільного простору в гребінці.

По довжині гребінки розміщені ряд трійників для приєднання до поглинальних склянок, вимірювальної бюретки і трубки для спалювання газу.

Всі частини апарату приєднуються до гребінки за допомогою невеликий відрізків еластичних товстостінних резинових трубок, які щільно облягають скляні капіляри, що поєднують. Всі скляні частини повинні приєднуватися в притик, щоб запобігти утворенню «шкідливого об'єму». На гребінці розташовано 5 кранів: з лівого кінця кран 22 для продувки гребінки газом, по середині два крана 19 для вмикання і вимикання кварцової трубки для спалювання водню і метану, кран 17 над вимірювальною бюреткою і кран 18 для відбору газу що досліджується.

4. Напірна склянка 11, приєднується резиновою трубкою до нижніх кінців вимірювальної бюретки крізь трійник з двома кранами.

5. Кварцова трубка 12, заповнена окиснювачем, що слугує для спалювання водню і метану.

6. Роз'ємна електропіч, 13, що використовується для нагрівання кварцової трубки.

7. Термопара з гальванометром 20, що використовується для виміру температури.

8. Дерев'яний штатив 14.

#### *Підготовка приладу*

Скляний циліндр заповнюють запірною рідиною через отвір в кришці. При цьому щоб уникнути утворення бульбашок повітря на стінках бюретки вода через гумову трубку повинна потрапляти на дно циліндра. Після заповнення циліндра отвір закривають корком або скляною заглушкою.

Бюретку заповнюють замикаючою рідиною. Для цього запірну рідину наливають в зрівняльну склянку і, перекинувши кран на сполучення бюретки з атмосферою, через праву трубку гребінки, при відкритих кранах гребінки, піднімають зрівняльну склянку і витісняють з бюретки повітря, наповнюючи її запірною рідиною до мітки «0». Услід за цим крани гребінки закривають, кран бюретки перемикають на сполучення з лівою частиною бюретки.

Після цього приступають до заповнення склянок поглинальними розчинами: калію гідроокисом, бромистою водою, пірогалолом,  $\beta$ -нафтолом, сірчаною кислотою. При заповненні склянки з пірогалолом необхідно виключити попадання в нього кисню повітря. Для цього пірогалол згоризаливають тонким шаром (5 -10 мм) гасу.

Всі поглинальні склянки, окрім склянки для броду, заповнюють, не знімаючи з приладу, через воронку, вставлену в отвір пробки.

Склянку для броду знімають з приладу і заповнюють його у витяжній шафі. Отвір склянки закривають запобіжною трубкою з розширенням у вигляді кульки, заповненою осушуючою речовиною і закритим з обох боків пробками з вати.

Трубку для спалювання в тій частині, яка занурюється в піч, заповнюють гранульованимокислом міді. Завантаження ведуть в обидва кінця трубки, злегка трамбуєючи постукуванням. Глибину завантаження контролюють введенням гнучкої сталевий проволоки. Аби окисел міді не висипався при перевертанні трубки, в обидва кінця вкладають нещільні азбестові пробки або пробки із скловати.

Після цього трубку для спалювання приєднують до приладу за допомогою гумових трубок. Зміну окислу міді проводять у міру зниження швидкості поглинання або швидкості горіння компонентів газу. Загальний вигляд приладу з заповненими поглинальними склянками представлений на рисунку 2.2.



Рис. 2.2 – Загальний вигляд апарату ВТІ підготовленого до роботи

*Герметичність приладу перевіряють таким чином:*

Необхідно впевнитися в надійності верхнього крану 17 над вимірювальною бюреткою. Для цього піднімають напірну склянку 11, рідину в бюретці доводять до поділки «0» потім повертають кран 17, до положення при якому бюретка замкнена, і опустивши напірну склянку вниз, залишають прилад

стояти близько пів години при відкритих кранах 15 і 16. Якщо кран 17 герметичний, рівень рідини при цьому не зміниться.

Якщо рівень рідини в бюретці, дещо знизившись при опусканні склянки, залишиться потім нерухомим і рівні в поглинальних склянках також залишаться нерухомими на протязі 5-8 хвилин, прилад герметичний. Якщо ж існує будь-яка не щільність, рівень в бюретці поступово знижуватиметься. Для встановлення причини не щільності прилад випробовують по частинах.

#### *Заповнення приладу газом*

Відкривають крани так, щоб бюретка з'єдналася з правою частиною гребінки і, піднявши напірну склянку, заповнюють бюретку і праву частину гребінки запірною рідиною.

Правий кінець гребінки сполучають з газовою піпеткою і, опускаючи напірну склянку біля газоаналізатора при відкритих кранах вилки, набирають газ в бюретку.

Засмоктавши в бюретку газ об'ємом 50-60 см<sup>3</sup>, замикають кран газової піпетки, а набраний в бюретку газ витісняють в атмосферу через праву частину гребінки. Після цього з газової піпетки у вимірювальну бюретку забирають дещо більше 100см<sup>3</sup> випробовуваного газу. Вимір об'єму газу, взятого для випробування, по бюретці газоаналізатора проводять після того, як рідина повністю стече по стінках бюретки (близько 2 хвилин). Аби виміряти узятий для випробувань об'єм газу, рівень рідини в лівій частині бюретки встановлюють на нижньому діленні (80 см<sup>3</sup>) і замикають лівий кран вилки. Надлишок газу (понад 80 см<sup>3</sup>) при цьому розміщується в правій частині бюретки, де його вимірюють звичайним способом – підведенням до одного рівня рідини в напірній склянці і правій частині бюретки. Надлишковий об'єм газу (понад 100 см<sup>3</sup>) випускають шляхом короткочасного відкриття крану.

#### **4. Визначення компонентного складу коксового газу методом вибіркового поглинання**

Перекивши кран на сполучення поглинальної судини з бюреткою, прокачують випробовуваний газ через розчин їдкого калію. Для цього коксовий газ переводять при відкритих кранах гребінки з бюретки в поглинальну склянку. Перекачування газу може здійснюватися підніманням напірної склянки. Проводять безперервно 3-4 прокачування газу, залишок якого потім переводять в бюретку, закривають кран над поглинальною склянкою, а потім кран гребінки. Встановлюють рівень рідини на рівень 80 см<sup>3</sup>, а останній газ забирають в праву частину бюретки, наводять запірну рідину і рідину в запірній склянці до одного рівня. Після стікання рідини із стінок склянки (1 хв.), проводять вимір газу. Повторюють 2-3 прокачування газу через розчин їдкого калію. Якщо об'єм газу не змінюється, поглинання вважають закінченим. Об'єм поглиненого газу приймають за об'єм кислотних газів (H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub>).

Для визначення ненасичених вуглеводнів газ переводять в поглинальну склянку з бромом, залишають в парах бромом на 1-2 хвилини, після чого

переводять його в бюретку і відразу прокачують через розчин їдкою калію для поглинання парів бромю. Після витримки газу в бюретці протягом 1 хвилини, проводять вимір його об'єму. Прокачування проводять до настання постійного об'єму. Об'єм поглиненого газу приймають за об'єм суми ненасичених вуглеводнів.

Для поглинання кисню випробовуваний газ переводять в поглинальну склянку з розчином пірогалолу і проводять 3-4 прокачування газу. Після витримки газу в бюретці протягом 1 хвилини, проводять вимір його об'єму. Прокачування проводять до стабілізації об'єму. Об'єм поглиненого газу приймають за об'єм кисню.

Для поглинання окислу вуглецю випробовуваний газ переводять в поглинальну склянку з розчином  $\beta$ -нафтолу і проводять 3-4 прокачування газу. Для видалення бульбашок газу, при останньому прокачуванні газ з склянки виводять повільно до повного видалення всіх бульбашок. Після витримки газу в бюретці протягом 1 хвилини, проводять вимір його об'єму. Прокачування проводять до стабілізації об'єму. Об'єм поглиненого газу приймають за об'єм оксиду вуглецю.

Водень і метан окремо спалюють над окисником. Для цього при відповідному положенні крану 19 гребінку поєднують з кварцовою трубкою 12 і піпеткою 9 для поглинання продуктів згорання водню. Кварцову трубку нагрівають електропідією 13. Температуру вимірюють термометрою 20, яка встановлюється між кварцовою трубкою і підією. Водень спалюють при температурі 260-270 °С, пропускаючи газ з бюретки крізь трубку з окиснювачем, в піпетку 9 для поглинання утворених водяних парів і в зворотному напрямі до постійного об'єму. Після спалювання водню під знімають з трубки і дають охолонути. Тільки після повного охолодження трубки вимірюють об'єм газу, та фіксують температуру в сорочці бюреток.

Метан спалюють при температурі 600-650 °С. При цьому газ перепускають з бюретки до піпетки 3 з лугом або піпетки 8 (якщо вона наповнена лугом) і в зворотному напрямку. Діоксид вуглецю який утворюється при спалюванні метану поглинають лугом.

Об'єм залишків газу, що має складатися з азоту вимірюють після охолодження трубки до кімнатної температури.

Після завершення досліду, апарат знову перевіряють на герметичність.

Розраховуємо склад газу за результатами зменшення об'єму газу в бюретці після кожного поглинача.

Наприклад:

$$\text{CO}_2 = 100 - 97,1 = 2,90 \%$$

$$\text{C}_m\text{H}_n = 97,1 - 95,0 = 2,1 \%$$

$$\text{O}_2 = 95,0 - 94,0 = 1,0 \%$$

$$\text{CO} = 94,0 - 85,7 = 8,30 \%$$

$$\text{H}_2 = 85,7 - 27,3 = 58,40 \%$$

$$\text{CH}_4 = 27,3 - 4,3 = 23,00 \%$$

$$\text{N}_2 = 4,3 \%$$

## Лабораторна робота № 3 Визначення щільності газу

### Теоретичні положення

Щільність газу – це маса одиниці об'єму газу, виражена в  $\text{кг}/\text{м}^3$  ( $\text{кг}/\text{л}$ ,  $\text{г}/\text{мл}$ ). Разом з цим для характеристики газу інколи користуються поняттям відносної щільності газу по повітрю, яка є відношенням маси газу до маси такого ж об'єму повітря за однакових умов. Відносна щільність – величина безмірна, що показує на скільки газ легше або важче за повітря, маса якого прийнята за одиницю. По відносній щільності газу легко підрахувати масу 1 л газу в грамах, помножаючи значення відносної щільності на 1,293, тобто на масу 1 л сухого повітря в грамах при  $0^\circ\text{C}$  і  $101325\text{Па}$  ( $760\text{ мм рт. ст.}$ ).

В більшості випадків аналізуючи вологий газ при кімнатній температурі і барометричному тиску, а результати аналізу виражаються в об'ємних відсотках. Оскільки газ з підвищенням температури збільшує свій об'єм, необхідно враховувати температуру довкілля і тиск і наводити газ до об'єму, який він займе, будучи в сухому стані і при температурі  $0^\circ\text{C}$  і тиску  $101325\text{Па}$ . Ці умови вважаються нормальними. Об'єм сухого газу за нормальних умов розраховують по формулі:

$$V_0 = \frac{V_p \times T_0}{P_0 \times T} \quad (3.1)$$

де  $V_p$  – об'єм газу при температурі дослідження;  $P$  – тиск сухого газу, Па;  $T_0$  –  $273\text{ K}$ ;  $P_0$  –  $101325\text{ Па}$ ;  $T$  –  $273+t$ ; де  $t$  – температура газу  $^\circ\text{C}$ .

Оскільки газ в піпетках і газометрах перебуває над водою або розчином хлориду натрію, то він містить водяні пари. Загальний тиск в цьому випадку складатиметься з тиску сухого газу і тиску водяної пари. Для визначення істинного тиску його загальний тиск має бути зменшений на тиск водяної пари. Вираз для приведення об'єму матиме вигляд:

$$V_0 = \frac{V (P-W) \times T_0}{P_0 \times T} \quad (3.2)$$

де  $W$  – тиск водяних парів при температурі дослідження, Па.

### 1. Суть методу

#### *Визначення щільності газу ефузійним методом*

Принцип роботи ефузіометра полягає в тому, що щільність двох газів рівних об'ємів, витікаючих за рівних умов з вузького отвору, пропорційна квадратам часу виділення. Одним з газів зазвичай є повітря.

$$1 \div s = \tau_1^2 \div \tau^2 \quad (3.3)$$

$$s = \frac{\tau^2}{\tau_1^2} \quad (3.4)$$

де:  $s$  – відносна щільність газу до повітря,  
 $\tau_1$  – час витікання повітря,  
 $\tau$  – час витікання дослідного газу

Тоді щільність досліджуваного газу буде рівна,  $\text{кг/м}^3$ :

$$d_{\text{газу}} = 1,293 \cdot s = 1,293 \cdot \frac{\tau^2}{\tau_1^2} \quad (3.5)$$

де:  $d$  – дійсна щільність газу.

## 2. Прилади і апаратура

*Будова апарату:*

Ефузіометр складається (рис. 3.1) з відкритого зверху і закритого знизу скляного циліндра (кожуха) 1, в який поміщений інший, вужчий і відкритий знизу циліндр 2. У верхній частині циліндру 2 знаходиться латунна нікельована кришка з прямою відвідною трубкою і триходовим краном 3, який влаштований так, що або абсолютно закриває циліндр 2, або сполучає циліндр 2 з атмосферним повітрям, або з'єднує циліндр з тією, що знаходиться над краном 3 насадкою. У останню вправлена пластинка з тонким щілиноподібним отвором.

До верхньої частини циліндра 2 приєднана трубка, що підводить газ, з одноходового крану 4. У кришці, змонтованій разом з циліндром 2, є отвір для термометра. Внутрішня ємність 2 має два звуження (внизу і вгорі); у цих місцях на циліндрі нанесені мітки, що дозволяє проводити точний відлік.

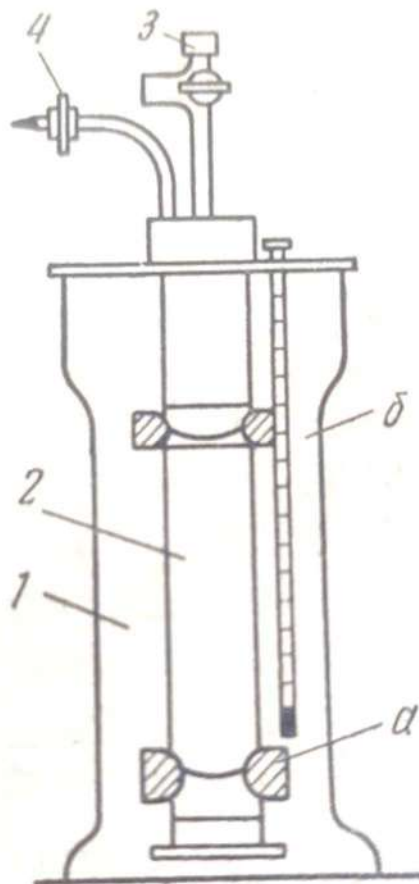


Рис. 3.1 – Прилад для визначення щільності газу (ефузіометр)

### 3. Визначення щільності газу

Визначення проводять таким чином. Перевіряють прилад на герметичність, і, переконавшись в справності приладу, відкривають крани 3 і 4, опускають внутрішній циліндр 2 до дна кожуха 1 і заповнюють циліндр 2 водою, яка насичена досліджуваним газом і має кімнатну температуру. Далі циліндр 2 піднімають вгору і заповнюють його повітрям при закритих кранах 3 і 4. Заповнений повітрям циліндр 2 опускають на дно кожуха, а потім з'єднавши циліндр 2 з атмосферою через щілину в металевій насадці, по секундоміру відлічують час, в перебігу якого вода піднімається від нижньої мітки до верхньої ( $\tau_1$ ). Постійність часу виділення повітря за інших рівних умов свідчить про справність приладу.

Після визначення часу виділення повітря визначають час виділення досліджуваного газу. Для цього кран 3 повністю закривають, відкривають кран 4, з'єднують гумовою трубкою з газопроводом або газометром, і повільно піднімають циліндр 2, який наповнюється газом. Після цього кран 4 закривають, і, з'єднавши циліндр з атмосферним повітрям через кран 3, опускають циліндр 2 в кожух 1.

Операцію наповнення циліндра газом і випуску його повторюють кілька разів для того, щоб переконається, що газ в циліндрі 2 не містить домішки повітря. Якщо циліндр 2 наповнений лише газом, визначають час його виділення так само, як це робилося для повітря ( $\tau$ ).

### 4. Обробка результатів дослідження

$$d_{0 \text{ газу}} = 1,293 \cdot s + \frac{0,804 \cdot p_s(s-1)}{B - p_s + b} \quad (3.6)$$

$$b = \frac{h_1 + h_2}{2 \cdot 13,6} \quad (3.7)$$

де  $\tau_1$  – час витікання повітря, с.;

$\tau$  – час витікання дослідного газу, с.;

$s$  – розраховують за формулою 3.4

$b$  – середній тиск при якому газ знаходиться в приладі, мм рт. ст.;

$h_1$  – тиск в приладі в перший момент витікання, мм рт. ст.;

$h_2$  – тиск в приладі в останній момент витікання, мм рт. ст.;

$B$  – барометричний тиск, мм рт. ст.;

$p_s$  – пружність водяних парів при температурі, що дорівнює температурі водяних парів в приладі;

0,804 – маса 1 м<sup>3</sup> водяного пару при 0°C і 760 мм рт. ст.

### 5. Розрахунковий метод визначення щільності газу за його складом

Щільність газу можна визначити також розрахунковим способом якщо відомий його склад, за наступним рівнянням:

$$d = (1,975 \text{ CO}_2 + 1,49 \text{ C}_m\text{H}_n + 1,420 \text{ O}_2 + 1,250 \text{ CO} + 0,717 \text{ CH}_4 + 0,0899 \text{ H}_2 + 1,251 \text{ N}_2) \times 0,01 \quad (3.8)$$

Перерахунок на задані умови тиску і температури проводять по представленій вище формулі.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Мала гірнича енциклопедія: у 3 т. / за ред. В. С. Білецького. – Д. : Донбас, 2004. – Т. 1 : А – К. – 640 с.
2. Білецький В.С. Хімія і фізика горючих копалин. – Донецьк: Східний видавничий дім, 2008. – 600 с.