

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРЬ ПРИ СЖИГАНИИ ГАЗА

Эргашев Ш.Х.

sheraliergashev91@gmail.com

Метод потери массы при прокаливании (ППП) можно рассматривать как один из универсальных подходов для количественного определения компонентного состава отложений из технологического оборудования установок переработки углеводородного сырья. В его основе лежит прокалывание отложений при поэтапном повышении температуры в муфельной печи в течение определенного промежутка времени.

Одновременно при прокаливании происходит ряд процессов, приводящих как к увеличению, так и к уменьшению ее веса. Увеличение вызывается окислением металлической меди, а также закиси железа до соответствующих окислов. Уменьшение веса прокаливаемого отложения происходит вследствие потери влаги, сгорания органических веществ, серы, разложения карбонатов и т. д.

Навеску отложений, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в тигель, предварительно про-каленный при температуре $800 \pm 10^\circ\text{C}$ до постоянной массы и охлажденный в эксикаторе.

Для определения вероятных составляющих (воды, углеводородов, серы, карбонатов, солей и др.) прокалывание отложений в муфельной печи проводят по следующей схеме: 100, 300, 500, 600, 700, 900 °С.

Тигель с отложениями необходимо нагревать, постепенно повышая температуру до нужной: со скоростью $\approx 25\text{--}30^\circ\text{C}$ за каждые 10 мин до 100 и 300 °С, а затем быстрее – около $35\text{--}45^\circ\text{C}$ за 10 мин до 500–900 °С. Прокалывание при каждой темпера-туре следует вести 1–2 ч, после чего тигель с навес-кой ставят в эксикатор, охлаждают в нем и взвешивают. Повторное прокалывание ведут еще около часа; масса не должна изменяться более чем на 0,5 мг.

Массовую долю ППП вычисляют по арифметическому соотношению масс навести отложения до и после каждого этапа и массы исходной навести отложения.

Количество ППП до 100 °С оценивают, как влагу и легкие углеводороды, до 300 °С – как тяжелую органику и серу, до 600 °С – как конденсированную

органику и продукты обжига сульфида железа, до 900 °С – как кокс и продукты окисления металлов до высших окислов.

Определение относительного содержания углекислого газа и сероводорода в газах разложения отложений

Минеральная часть отложения может содержать карбонаты и сульфиды металлов. Разложение этих солей соляной кислотой при нагревании дает возможность оценить их соотношение по относительному содержанию в газах разложения двуокиси углерода и сероводорода. Метод основан на разложении навески отложения под действием соляной кислоты (1:1) и хроматографическом анализе газов, выделившихся при разложении.

Заключается в том, что предварительно промытую от органических соединений навеску отложения взвешивают с точностью 0,0002 г и помещают в реакционную колбу с боковым отводом с пипеткой и с установленным холодильником. Продувают систему гелием и проверяют на герметичность. Затем по каплям подают через пипетку соляную кислоту и включают обогрев. Газ, выделившийся при разложении, собирают в газометр и анализируют на хроматографе. По соотношению содержания сероводорода и диоксида углерода в газах разложения отложения судят о соотношении сульфидов и карбонатов.

Задача определения компонентного состава отложений решается на основании полученных результатов комплексного анализа. Всесторонний подход приведенного аналитического алгоритма позволяет с использованием химических формул возможных соединений, растворимости компонентов, внешнего вида, путем пошагового пересчета различных комбинаций элементов в соединения, образование которых наиболее вероятно для испытуемого отложения с учетом технологического режима, при котором работает оборудование. Так, например, обнаруженное количество серы может быть представлено в виде серы элементной (если наблюдались желтые вкрапления), сераорганических соединений, растворимых или нерастворимых в воде сульфидов и сульфатов, и т. п.

Таким же образом железо может присутствовать в пробе в виде сульфатов или сульфида, или других солей, или оксидов, причем в последних можно количественно определить содержание магнетита (Fe_3O_4) и низших окислов железа (FeO). Соотношение карбонатов и сульфидов помогает уточнить их содержание в отложении вкупе с результатами по содержанию анионов в водной вытяжке и солянокислом растворе. Внешний вид отложения,

содержащаяся в нем кристаллическая фаза также может указывать на возможные соединения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенный алгоритм и набор методов исследования отложений из технологического оборудования дают возможность определить компонентный состав отложений. В зависимости от используемого набора аналитических методов может быть получена достаточно емкая информация по содержанию тех или иных органических или неорганических соединений. Эта информация может быть полезной для выбора методов предотвращения образования отложений или их удаления из технологического оборудования.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Алемасова А. С., Рокун А. Н., Шевчук И. А. Аналитическая атомноабсорбционная спектроскопия. Севастополь: Вебер, 2003. 327 с.
2. Кострикин Ю. М., Мещерский Н. А., Коровина О. В. Водоподготовка и водный режим энергообъектов низкого и среднего давления. Справочник. М.: Энергоатомиздат, 1990. 252 с.
3. Кунавина Е. А., Кочулева Т. Р. Анализ нефти и нефтепродуктов. Вологда: Инфра-Инженерия, 2023. 144 с.