

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

В. В. ХОДОТ и М. Ф. ЯНОВСКАЯ

**ПРИМЕНЕНИЕ КВАРЦЕВЫХ СОРБЦИОННЫХ ВЕСОВ
ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СОРБЦИОННОЙ ЕМКОСТИ ИСКОПАЕМЫХ
УГЛЕЙ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ**

(Представлено академиком А. А. Скочинским 27 V 1954)

Различные методы определения газоемкости ископаемых углей дают не очень хорошо сходящиеся между собою данные, что прежде всего зависит от неоднородности исследуемых углей. Поэтому надежными могут считаться лишь результаты большого числа измерений. Однако производительность имеющихся в настоящее время приборов для определения сорбционной способности при высоких давлениях и температуре очень мала и применяющаяся для этих целей аппаратура громоздка. Вследствие этого возникла необходимость в конструировании прибора сравнительно небольших размеров, пригодного для одновременного испытания серии образцов углей.

Для конструирования такой аппаратуры был использован принцип сорбционных весов, получивший широкое распространение для сорбционных исследований при низких давлениях.

При использовании кварцевых весов для сорбционных исследований навеска испытуемого вещества подвешивается на кварцевой пружине внутри сорбционной ампулы, емкость которой обычно около 0,25 л. Батарея таких ампул, подключенная к одной вакуумной установке и одному источнику газа, может служить для одновременного испытания 10—12 образцов угля.

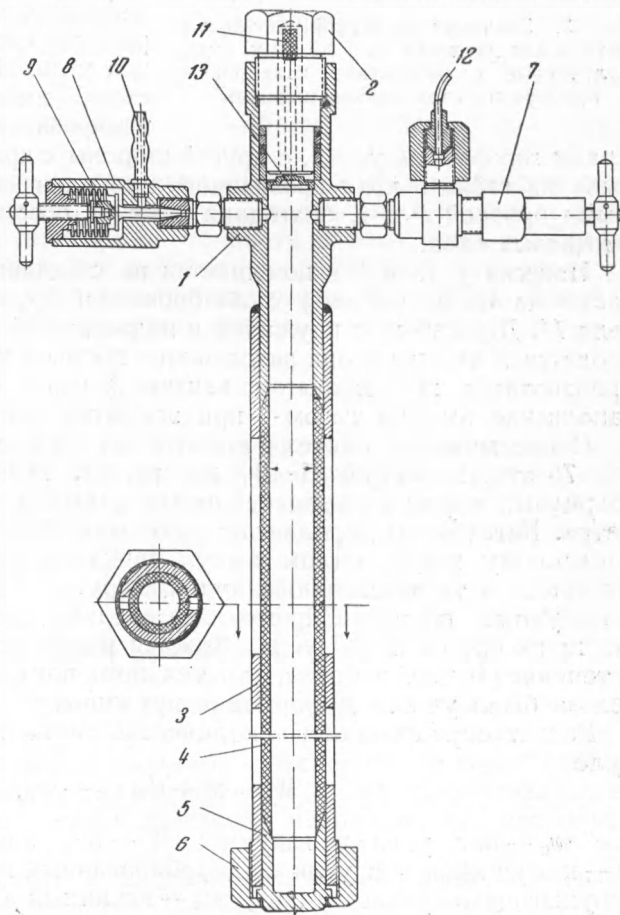


Рис. 1. Сорбционная ампула

Трудность применения этого метода к исследованиям при высоких давлениях заключается в требованиях, предъявляемых к конструкции ампулы. Ампула должна быть герметична и при вакууме и при высоком давлении (перепад давления от $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. до 50 атм.). Кроме того, в ампуле должны быть окна, позволяющие наблюдать за положением крючка кварцевой пружины, удлинение которой пропорционально весу испытуемого угля.

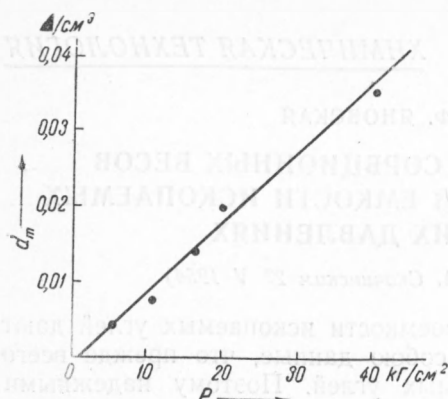


Рис. 2. Значения расчетной плотности метана для давлений от 1 до 40 кг/см², полученные в результате калибровки прибора по стеклянным шарикам

Чертеж такой сорбционной ампулы, рассчитанной на рабочее давление 50 атм. и вакуум $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст., показан на рис. 1.

Ампула состоит из стального цилиндра 3 с прорезями для смотровых окон, толстостенного цилиндра 4 из органического стекла, пробки 2 с уплотняющими металлическими прокладками (обтюратором) 11, игольчатого вентиля для впуска газа под высоким давлением 12 и вакуумного вентиля 8 с сильфоном 9 для эвакуирования системы и дегазации образцов угля. Цилиндр из органического стекла имеет скошенные края, пришлифованные с одной стороны к

краям головки ампулы 1, с другой стороны к краям пробки 5. При завертывании гайки 6 края прозрачного цилиндра зажимаются между стальными пробкой 5 и 1, благодаря чему и обеспечивается герметичность смотровых окон.

Навеска угля в 1 г помещается на стеклянную чашечку и подвешивается на предварительно откалиброванной пружине на штифт 13 держателя 11. Держатель с пружиной и подвешенной на ней чашечкой с углем вводятся в ампулу и она закрывается пробкой 2. Эвакуирование ампулы производится при закрытом вентиле 7 через сильфонный вентиль 10; заполнение ампулы газом — при закрытом вентиле 8 через вентиль 7.

После монтажа система испытывается на герметичность при давлении 75 атм. и вакууме $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. Наблюдение за удлинением кварцевых пружин в процессе опыта производится при помощи катетометра. Катетометр передвигается от одной ампулы к другой по установленному перед рядом ампул зеркальному стеклу. Вся установка помещена в термостатированную камеру. В каждом опыте дегазация испытуемых образцов производилась при давлении $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. до постоянного веса угля. Каждая равновесная точка проверялась в течение 6 час. и более, до тех пор, пока по катетометру больше нельзя было учесть деформации пружины.

Расчет сорбированного количества метана производится по формуле

$$W = w + d_m v_a - w_0, \quad (1)$$

где w_0 — вес угля в вакууме; W — вес адсорбированного метана; w — кажущийся вес угля с адсорбированным метаном; d_m — плотность окружающего уголь метана; v_a — истинный объем угля плюс объем чашечки.

Для учета ошибок, получающихся в зависимости от особенностей прибора и условий проведения опыта (погрешность при калибровке спирали, точность катетометра, чистота метана, температура опыта и т. д.), плотность метана d_m бралась не из таблицы, а подсчитывалась из холостого опыта следующим образом.

На чашечки сорбционных весов вместо угля помещались навески стеклянных шариков диаметром 2—3 мм с запаянными внутри пузырьками воздуха различной величины. Шарiki подбирались таким образом, чтобы средний удельный вес навески был близок к истинному удельному весу ископаемых углей различных марок (от 1,2 до 1,7). Объем каждой навески шариков определялся пикнометрически. В приборе шарики взвешивались в тех же условиях, что и навеска испытуемого угля. Потеря веса навески с увеличением давления замерялась катетометром. Условная плотность метана, являющаяся одновременно и постоянной прибора, рассчитывалась по формуле

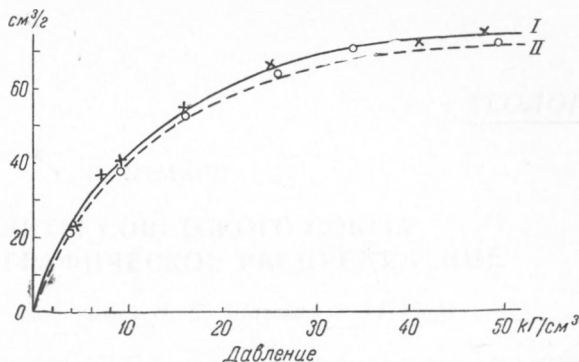


Рис. 3. Изотермы сорбции метана на активном угле АГ-40

$$\frac{\Delta g}{v_1 + v_2},$$

где Δg — потеря веса навески; v_1 — объем шариков; v_2 — объем чашечки.

Значение d_m для разных давлений наносилось на график, в координатах $d_m - P$. Сходимость величин d_m , полученных в разных ампулах прибора, служила критерием точности работы прибора. График $d_m = f(P)$ являлся основой для расчетов сорбционной емкости испытуемых углей. На рис. 2 представлен график $d_m = f(P)$. Точки на графике получены в разных ампулах прибора.

Истинный объем угля

$$v_a = \frac{1}{d},$$

где d — истинный удельный вес угля определялся гелиевым методом или подсчитывался по номограмме, опубликованной в ⁽¹⁾, в зависимости от содержания летучих и зольности навески угля.

Проверка точности работы прибора производилась по эталонному образцу активированного угля А-40.

На рис. 3 приведены изотермы сорбции метана до давления 50 кГ/см, снятые на угле АГ-40 при температуре 25° методом сорбционных весов (I) и объемным методом десорбции из автоклавов, применявшимся ранее лабораторией сорбционных процессов Института горного дела АН СССР (II). Точками на изотерме I показана адсорбция, крестиками — десорбция. Точки и крестики удовлетворительно ложатся на одну кривую, что говорит о сходимости экспериментальных данных. Изотермы I и II расположены близко друг к другу, следовательно, значения сорбции, полученные разными методами, не расходятся между собой.

В разработке методики в экспериментальной работе принимали участие Белоусов, Кузнецов, Горбатов и Рыскин, в конструировании аппаратуры — Блинчевский.

Поступило
13 II 1954

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ С. И. Смолякова, Сборн. Вопросы безопасности в горном деле, 6, 1952.