

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СІРКОВОДНЮ І МЕРКАПТАНІВ У ПРИРОДНОМУ ГАЗІ

7.1 Мета роботи

Набуття навичок визначення вмісту сірководню і меркаптанів у природному газі.

7.2 Теоретична частина

Природні вуглеводневі та супутні нафтові гази складаються переважно з вуглеводнів метанового ряду (C_nH_{2n+2}). Крім цього, до складу природних газів можуть також входити інші гази: азот N_2 , вуглекислий газ CO_2 , сірководень H_2S , інертні гази (argon Ar, ксенон Xe, криpton Kr) та різні домішки.

В останні роки у нашій країні і за рубежем відкрито ряд родовищ природних газів з великим вмістом невуглеводневих компонентів: сірководню, двоокису вуглецю, азоту та інших. У світі відкрито понад 400 родовищ сірководневмісних газів.

Сірководень є вибухонебезпечним, токсичним, викликає корозійне пошкодження обладнання в результаті електрохімічної корозії і вуглеводневого розтріскування (охрупчування) металу і „отруєння” каталізаторів установок переробляння газу.

Сірководень є сильною отрутою, яка викликає смерть, подразнююче діє на дихальні шляхи та очі. Вдихання людиною повітря, яке містить 0,001 г/м³ сірководню, викликає отруєння, що проявляється в головній болі. Границя допустима концентрація сірководню в повітрі становить 0,01 г/м³.

Згідно з діючим галузевим стандартом максимальний вміст сірководню в газі, який подається в магістральний газопровід, не повинен перевищувати 0,02 г/м³ або 0,00132 % об., вміст меркаптанової сірки – 0,036 г/м³.

У зв'язку з високими корозійними і токсичними властивостями сірководневмісні гази перед подачею в магістральний газопровід очищують від сірководню на промислових установках, а при великому вмісті сірководню в газі здійснюється переробляння газу на побудованих поблизу родовищ газопереробних заводах з метою одержання сірки.

Для вибору і проектування технології вилучення з газу сірководню необхідно знати його вміст у газі.

Метод визначення вмісту сірководню і меркаптанів у газі полягає у поглинанні сірководню з газу розчином підкисленого хлористого кадмію, а меркаптанів – лужним розчином хлористого кадмію з наступним йодометричним визначенням утворених сульфіду і меркаптиду кадмію в поглинальних розчинах. Чутливість методу – 0,001 г/м³.

7.3 Обладнання і прилади

Для виконання лабораторної роботи використовується лабораторна установка, схема якої зображена на рисунку 7.1.

7.4 Методика проведення досліду

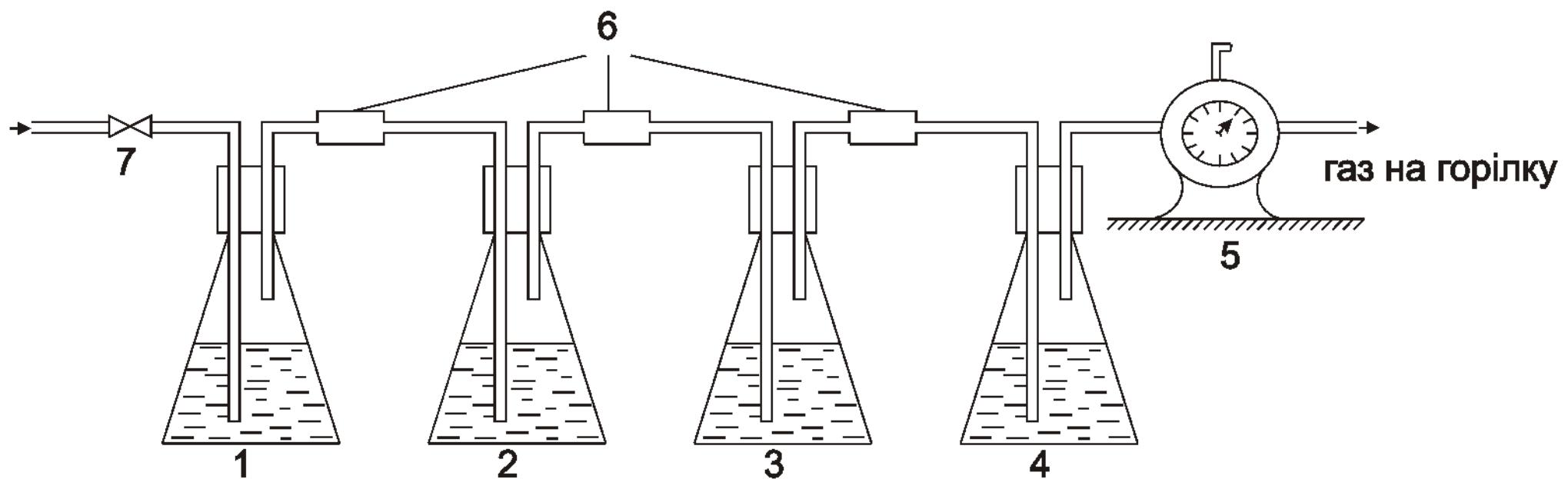
1 Перед початком досліду заливають у чотири поглинальні склянки по 50 мл розчину хлористого кадмію. У дві перші склянки, які служать для поглинання сірководню, добавляють по 15 мл 0,1Н розчину соляної кислоти, а в інші дві склянки для поглинання меркаптанів – по 15 мл розчину ідкого натрію. Склянки з'єднують послідовно гумовими муфтами 6 (рисунок 7.1).

2 Зібрану схему перевіряють на герметичність. До вихідного відводу останньої склянки під'єднують газовий лічильник 5.

3 Відкривають вентиль 7 і пропускають через поглинальні склянки досліджуваний газ. Витрату газу регулюють таким чином, щоб вона не перевищувала 20 л/год.

4 Вміст склянок 2 і 4 повинен залишатися прозорим. Під час досліду реєструють барометричний тиск, температуру і кількість пропущеного газу.

5 Після закінчення пропускання певного об'єму газу, величина якого визначається згідно з таблицею 7.1, закривають вентиль 7 і від'єднують поглинальні склянки.



*1, 2, 3, 4 – поглинальні склянки; 5 – газовий лічильник;
6 – з’єднувальні гумові муфти; 7 – затірний вентиль*

Рисунок 7.1 – Схема лабораторної установки

Таблиця 7.1 – Залежність об’єму пропущеного газу від передбачуваної концентрації сірководню в газі

Передбачувана концентрація Сірководню в газі, $\text{г}/\text{м}^3$	Об’єм газу, л
0-0,01	понад 200
0,01-0,1	200-100
0,1-0,25	100-50
0,25-0,5	50-20
0,5-2,0	20-5

1 Для визначення вмісту сірководню вміст склянки 1 виливають у конічну колбу з притертим корком, ретельно змивають склянку дистильованою водою, яку зливають у ту ж колбу. Додають 10 мл розчину йоду і, переконавшись у його надлишку, залишають колбу на 5 хвилин у темному місці. Потім, сполоснувши корок і стінки колби дистильованою водою, титрують надлишок йоду розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого кольору, доливають 1 мл розчину крохмалю і продовжують титрування до зникнення синього забарвлення.

2 Паралельно проводять контрольне титрування за описаною методикою вмісту склянки 2.

Таблиця 7.2 – Залежність концентрацій розчину йоду і тіосульфату натрію від вмісту сірководню чи меркаптанів у досліджуваному газі

Передбачувана концентрація сірководню чи меркаптанів у газі, $\text{г}/\text{м}^3$	Рекомендована нормальності реактиву
0-0,01	0,01
0,01-0,05	0,05
0,05-2,0	0,1

3 Для визначення вмісту меркаптанів з вмістом склянки 3 проводять аналогічну обробку, але додатково, додають 10 мл розчину соляної кислоти,

розведеної у співвідношенні 1:1, після додавання 10 мл розчину йоду. Паралельно проводять титрування вмісту склянки 4.

7.5 Обробка результатів досліду

Обробка результатів лабораторної роботи полягає в наступному.

1 Розраховують вміст сірководню в газі (y), у відсотках за формулою:

$$y = \frac{(V_1 - V_2) \cdot H \cdot 11,88 \cdot 100}{V \cdot 1000}.$$

2 Розраховують вміст сірководню в газі (y_1), в грамах на 100 м³ за формулою:

$$y_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot H \cdot 0,017 \cdot 1000 \cdot 100}{V}.$$

3 Розраховують вміст меркаптанів у газі (y_2), в перерахунку на сірководень в грамах на 100 м³ за формулою:

$$y_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot H \cdot 0,032 \cdot 1000 \cdot 100}{V},$$

де V – об’єм пропущеного досліджуваного газу, зведений до температури 20 °C і тиску 760 мм.рт.ст., л;

V_1 – об’єм 0,1 (0,05 або 0,01) нормального розчину тіосульфату натрію, витраченого на контрольне титрування, мл;

V_2 – об’єм 0,1 (0,05 або 0,01) нормального розчину тіосульфату натрію, витраченого на титрування досліджуваного розчину, мл;

H – нормальність розчину тіосульфату натрію;

11,88 – кількість сірководню, еквівалентна 1 мл 1 н розчину тіосульфату натрію, мл;

0,017 – кількість сірководню, еквівалентна 1 мл 1 н розчину тіосульфату натрію, г;

0,032 – кількість меркаптанової сірки, еквівалентна 1 мл 1 н розчину тіосульфату натрію, г.

4 Результати досліджень заносять у таблицю 7.3.

Таблиця 7.3 – Результати проведених досліджень

Об'єм пропущеного газу при $P = t, \text{л}$	Тиск, мм рт.ст	Темпера- тура, $^{\circ}\text{C}$	Об'єм пропущеного газу при $P=760 \text{ мм рт.ст.}, t=20^{\circ}\text{C}$	Об'єм витраченого тіосульфату натрію на титрування, мл		Нормальность розчину тіосульфату натрію	Вміст сірководню або меркаптанів в перерахунку на сірку	
				кон- троль- не	дослі- жуваного розчину		% об.	г/100 м ³

Таблиця 7.4 – Норма допустимих розходжень між паралельними визначеннями концентрацій сірководню або меркаптанів у газі

Концентрація сірководню або меркаптанів у газі, г/100 м ³	Допустиме розхождення, г/100 м ³
0,5	0,1
1,0	0,15
2,0	0,25
5,0	0,4
10,0	0,75

7.6 Контрольні питання

7.6.1 Необхідність визначення вмісту сірководню і меркаптанів у природному і супутньому нафтовому газі.

7.6.2 Норми вмісту сірководню в газі, що подається в магістральний газопровід.

7.6.3 Властивості сірководню.

7.6.4 Суть методу визначення вмісту сірководню в газі.

7.6.5 Чутливість методу визначення вмісту сірководню в газі.

7.6.6 Порядок виконання роботи.

7.6.7 Методика обробки результатів досліду.

7.6.8 Допустимі розходження при паралельних вимірюваннях вмісту сірководню і меркаптанів у газі з різною їх концентрацією.