

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
«Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева»**

Кафедра химической технологии твердого топлива

Составители  
Е. С. Ушакова,  
А. Г. Ушаков

## **МЕТРОЛОГИЯ, СТАНДАРТИЗАЦИЯ, СЕРТИФИКАЦИЯ В ТЕХНОЛОГИИ УГЛЕЙ**

### **Методические материалы**

Рекомендованы учебной методической комиссией  
направления 18.03.01 Химическая технология  
в качестве электронного издания  
для использования в образовательном процессе

Кемерово 2019

Рецензент

Папин А. В. – кандидат технических наук, доцент кафедры химической технологии твердого топлива.

**Ушакова Елена Сергеевна**

**Ушаков Андрей Геннадьевич**

**Метрология, стандартизация, сертификация в технологии углей:** методические материалы [Электронный ресурс] для обучающихся направления подготовки 18.03.01 Химическая технология, профиль 03 Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов, всех форм обучения / сост.: Е.°С. Ушакова, А. Г. Ушаков; КузГТУ. – Электрон. издан. – Кемерово, 2019.

Приведено содержание практических занятий и самостоятельных работ, материал, необходимый для успешного изучения дисциплины.

Назначение издания – помощь студентам в получении знаний по дисциплине «Метрология, стандартизация, сертификация в технологии углей» и организация практических занятий и самостоятельных работ.

© КузГТУ, 2019,  
© Е.°С. Ушакова,  
А. Г. Ушаков,  
составление, 2019

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие.....	3
1. Методические указания к практическим занятиям.....	4
Практическая работа №1. Проверка соответствия характеристик технического анализа углей стандартам.....	4
Практическая работа №2. Проверка соответствия характеристик калориметрических испытаний углей стандартам.....	11
Практическая работа №3. Проверка соответствия эксплуатационных характеристик углеродных сорбентов техническим условиям.....	26
Практическая работа №4. Проверка соответствия потребительских свойств углеродных сорбентов техническим условиям.....	42
Техника безопасности при выполнении работ	48
2. Самостоятельная работа.....	48
Список рекомендуемой литературы.....	49

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Стандартизация, метрология и сертификация являются инструментами обеспечения безопасности и качества продукции, работ и услуг и, следовательно, являются важнейшими инструментами конкурентоспособности продукции.

Основными характеристиками углей являются насыпная плотность, зольность, влажность, выход летучих, теплота сгорания, элементный состав.

Основные свойства, которые необходимо оценивать при определении качества нефтесорбентов (потребительские свойства) – нефтеемкость, влагоемкость, плавучесть. К эксплуатационным свойствам условно относятся прочность (в случае применения гранулированного сорбента), фракционный состав и плотность гранул, пористость, размер пор.

Менее значимыми техническими характеристиками являются влажность, насыпная плотность, зольность, выход летучих веществ, теплота сгорания и другие.

Методические указания ставят своей целью познакомить студентов с основными методиками определения свойств угля и углеродных сорбентов, необходимыми для проверки соответствия нормативным требованиям, техническим условиям и их дальнейшей сертификации.

# **1. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ**

## **Практическая работа №1. ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕХНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА УГЛЕЙ СТАНДАРТАМ**

Цель задания: определение основных технических характеристик углей и сравнение их со значениями, указанными в ГОСТ «Угли бурые, каменные и антрациты. Классификация по генетическим и технологическим параметрам».

### **1. Теоретические положения**

К основным техническим характеристикам углей относится насыпная плотность, влажность, зольность и выход летучих.

Насыпная плотность – это плотность свободно насыпанного вещества, зависящая от гранулометрического состава и формы частиц. Указанный параметр оказывает влияние на условия транспортировки продукта. Насыпная плотность измеряется в килограммах на кубический метр ( $\text{кг/м}^3$ ) и определяется расчетным методом посредством измерения массы и объема насыпи образца.

Влажность – это показатель содержания молекулярной влаги в объекте. Влага, содержащаяся в угле, имеет свою массу, следовательно, утяжеляет продукт, что становится критичным при транспортировке продукции на большие расстояния. Влажность измеряется в процентах по массе, согласно ГОСТ 11014-81 «Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренный метод определения влаги».

Зольность – массовая доля золы (негорючего остатка), который образуется из минеральных примесей материала при его полном сгорании. Параметр зольности необходим для организации процесса сжигания угля. Зольность измеряется в процентах по массе ( % мас.) согласно ГОСТ 11022-95 «Топливо твердое минеральное».

Выход летучих веществ – потеря массы образца при нагревании без доступа воздуха в стандартных условиях. Эта характе-

ристика важна для оценки термической устойчивости структур, составляющих органическую массу, в частности при использовании угля в технологии коксования, газификации и т. п. Выход летучих веществ измеряется в процентах по массе, согласно ГОСТ 6382-2001 «Топливо твердое минеральное. Методы определения выхода летучих веществ».

## 2. Экспериментальная часть

### 2.1. Насыпная плотность

Принцип определения насыпной плотности образца основан на точном определении массы навески, заполняющего мерную емкость, без уплотнения.

#### *Материалы и оборудование:*

- образцы угля;
- весы технические с погрешностью взвешивания 0,1 г;
- цилиндр мерный вместимостью 100 мл.

#### *Ход выполнения работы:*

В заранее взвешенный цилиндр засыпают образцы угля, определяют массу и объем цилиндра с насыпью.

#### *Обработка результатов:*

Результаты измерений вносят в таблицу 1.

*Таблица 1*

Для расчета насыпной плотности

№ п/п	Масса цилиндра ( $m_1$ ), г	Объем насыпи об- разца (V), мл	Масса цилиндра и образца ( $m_2$ ), г	Насыпная плот- ность ( $\rho_{\text{нас}}$ ), кг/м <sup>3</sup>
1				
2				
3				
Среднее значение				

Насыпную плотность ( $\rho_{\text{нас}}$ , кг/м<sup>3</sup>) определяют по формуле

$$\rho_{\text{нас}} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{V},$$

где  $m_2$  – масса цилиндра и насыпи образца, г;

$m_1$  – масса пустого цилиндра, г;

$V$  – объем насыпи образца; мл.

Проводят три параллельных измерения. Усредненный результат анализа округляют до целого значения и отмечают его в протоколе испытаний (приложение 1).

## 2.2. Влажность

Сущность применяемого метода определения влажности заключается в высушивании навески угля в сушильном шкафу до постоянной массы и определении уменьшения массы образца.

### ***Материалы и оборудование:***

- образцы угля;
- шкаф сушильный с электрическим обогревом;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- ступка с пестиком для измельчения проб;
- чашка выпарительная;
- эксикатор с гранулированным хлористым кальцием.

### ***Ход выполнения работы:***

Около 5 г пробы угля помещают в ступку и измельчают пестиком до порошкообразного состояния. В предварительно высушенную и взвешенную выпарительную чашку берут навеску около 1 г измельченного образца. Чашку с углем помещают в предварительно нагретый до 105–110 °С сушильный шкаф и высушивают при этой температуре в течение 1 ч. Затем чашку с образцом вынимают из шкафа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицу 2.

Таблица 2

Для расчета влажности

№ п/п	Масса чашки ( $m$ ), г	Масса чашки и навески до высушивания ( $m_2$ ), г	Масса чашки и навески после высушивания ( $m_1$ ), г	Влажность ( $W^a$ ), %
1				
2				
Среднее значение				

Массовую долю воды ( $W^a$ ) в процентах вычисляют

$$W^a = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m} \cdot 100,$$

где  $m_2$  – масса чашки и навески до высушивания, г;

$m_1$  – масса чашки и навески после высушивания, г;

$m$  – масса чашки, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений влаги, округленных до 0,1 %. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 1).

### 2.3. Зольность

#### **Материалы и оборудование:**

- измельченные образцы угля по п. 2.2;
- муфельная печь с электрическим обогревом;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- тигли низкие;
- эксикатор с гранулированным хлористым кальцием;
- щипцы тигельные.

#### **Ход выполнения работы:**

В предварительно прокаленный и взвешенный тигель помещают около 1 г измельченного образца. Тигли с образцами ставят с помощью щипцов в нагретую до 300 °С муфельную печь и в течении 3 ч прокаливают навеску образца при (850±25) °С.



Вынутые из муфельной печи с помощью щипцов тигли с зольным остатком охлаждают сначала на воздухе в течение 5 мин, а затем в эксикаторе и взвешивают. Результаты взвешивания с точностью до третьего десятичного знака.

**Обработка результатов:**

Результаты измерений вносят в таблицу 3.

*Таблица 3*

Для расчета зольности

№ п/п	Масса тигля ( $m_T$ ), г	Масса образца ( $m_1$ ), г	Масса остатка после прокаливания ( $m$ ), г	Зольность ( $X^d$ ), %
1				
2				
Среднее значение				

Массовую долю золы на сухую массу угля ( $X^d$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X^d = \frac{m \cdot 10000}{m_1 \cdot (100 - W^a)},$$

где  $m$  – масса остатка после прокаливания, г;

$m_1$  – масса навески образца, взятого для испытания, г;

$W^a$  – содержание влаги в испытуемом образце, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений зольности, округленных до 0,1 %. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 1).

## **2.4. Выход летучих веществ**

Выход летучих веществ определяют, как потерю массы навески угля за вычетом влаги при нагреве без доступа воздуха в стандартных условиях.

### ***Материалы и оборудование:***

- измельченные угли по п. 2.2;
- муфельная печь с электрическим обогревом;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- тигли фарфоровые №3 с крышками;
- секундомер;
- подставка, на которой тигли помещают в муфельную печь;
- щипцы тигельные;
- асбестовая пластина;
- эксикатор с гранулированным хлористым кальцием.

### ***Ход выполнения работы:***

В заранее прокаленный и взвешенный (с крышками) тигель помещают  $(1 \pm 0,01)$  г пробы, закрывают крышками и взвешивают с точностью до 0,2 мг.

Тигли с навесками, закрытые крышками, помещают в гнезда холодной подставки, переносят в муфельную печь с помощью щипцов, закрывают дверцу печи и оставляют на 7 мин  $\pm 5$  с.

Вынимают подставку с тиглями из печи и охлаждают на асбестовой пластине в течение 5 мин. После этого тигли, закрытые крышками, помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. После охлаждения тигли с нелетучим остатком взвешивают.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицу 4.

Выход летучих веществ из пробы на сухую массу ( $V^d$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$V^d = \frac{100 \cdot (m_2 - m_3)}{m_2 - m_1},$$

где  $m_1$  – масса пустого тигля с крышкой, г;

$m_2$  – масса тигля с крышкой и пробой до испытания, г;

$m_3$  – масса тигля с крышкой и нелетучим остатком после испытания, г.

Таблица 4

Для расчета выхода летучих веществ

№ п/п	Масса тигля с крышкой ( $m_1$ ), г	Масса тигля с крышкой и пробой ( $m_2$ ), г	Масса тигля с крышкой и нелетучим остатком ( $m_3$ ), г	Выход летучих веществ ( $V^d$ ), %
1				
2				
Среднее значение				

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений зольности, округленных до 0,1 %. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 1).

Нелетучие остатки, полученные после определения выхода летучих веществ, характеризуют в зависимости от внешнего вида следующим образом:

- порошкообразный;
- слипшийся – при легком нажиме пальцем рассыпается в порошок;
- слабоспекшийся – при легком нажиме пальцем раскалывается на отдельные кусочки.

Характеристику остатка отражают в протоколе испытаний (приложение 1).

### 3. Оформление отчета

1. Указать цель и привести краткое описание хода работы.
2. Результаты опыта представить в виде таблиц 1–4.
3. Конечные результаты занести в итоговый протокол испытаний (приложение 1).
4. Составить вывод соответствия определенных параметров угля нормативным характеристикам по виду использования: энергетические, для коксования.

#### **4. Контрольные вопросы**

1. Что понимают под насыпной плотностью, влажностью, зольностью и выходом летучих угля?
2. С какой целью определяют насыпную плотность, влажность, зольность и выход летучих угля?
3. Каким образом определяют насыпную плотность, влажность, зольность и выход летучих угля?
4. По каким критериям можно охарактеризовать нелетучий остаток угля?
5. Какими характеристиками должны обладать энергетические виды углей?
6. Какими характеристиками должны обладать угли для коксования?
7. В каких направлениях еще применяется углеродистые сорбенты?

#### **Практическая работа №2.**

#### **ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ХАРАКТЕРИСТИК КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ УГЛЯ ТЕХНИЧЕСКИМ УСЛОВИЯМ**

Цель задания: проверка соответствия теплоты сгорания образца угля и элементного состава утвержденным характеристикам.

#### **1. Теоретические положения**

При сгорании угля выделяется тепловая энергия. Количество теплоты, которая выделяется при полном сгорании единицы количества образца называется теплотой сгорания.

Теплота сгорания ( $Q$ ) имеет размерность килоджоуль на килограмм (кДж/кг) (или ее производные).

Теплота сгорания топлива является характеристикой, непосредственно связанной с его химическим составом.

Сгорание может быть полным или неполным. Полное сгорание предполагает окисление горючих компонентов до конеч-

ных продуктов, т. е. в продуктах сгорания не должно быть горючих компонентов.

При сгорании углеродных материалов образующаяся вода может находиться в парообразном или в конденсированном состоянии, это сказывается на величине получившейся теплоты. Поэтому различают высшую  $Q_v$  и низшую  $Q_n$  теплоту сгорания. Высшей теплотой сгорания называется то количество теплоты, которое выделяется при сжигании единицы образца до продуктов полного сгорания при условии, что вся влага, образовавшаяся при сгорании, находится в конденсированном состоянии (и охлаждена до 273 К).

В действительности пары воды в газообразном состоянии уносятся с продуктами сгорания и конденсируются за пределами системы, поэтому понятие высшей теплоты сгорания имеет теоретическое значение.

Если влага продуктов сгорания находится в парообразном состоянии, то выделившаяся теплота будет называться низшей теплотой сгорания. Низшая теплота сгорания отличается от высшей количеством теплоты, расходуемой на испарение влаги, содержащейся в угле, и образующейся при сгорании водородосодержащих компонентов. Низшая теплота сгорания  $Q_n$  соответствует условию, что содержащийся в продуктах сгорания водяной пар охлажден до 293 К.

В реальных условиях температура в камерах сгорания (в рабочем пространстве печей) значительно превышает температуру конденсации, поэтому влага находится в газообразном состоянии, что соответствует выделению низшей теплоты сгорания.

Количественная разница между высшей и низшей теплотой сгорания при образовании 1 кг воды в продуктах сгорания равна:

$$Q_v - Q_n = 2516 \text{ кДж/кг},$$

если образуется  $m$  килограммов водяных паров, то эта разница будет равна:

$$Q_v - Q_n = 2516 m, \text{ кДж/кг}.$$

Теплота сгорания может быть определена расчетным или экспериментальным методом.

В инженерной практике теплоту сгорания угля расчетным путем можно определить на основании данных химического анализа. Расчетный метод основан на суммировании теплоты сгорания отдельных составляющих, т. е. исходит из значения точного состава угля и тепловых эффектов сгорания горючих составляющих образцов.

Экспериментальное определение теплоты сгорания осуществляют на быстродействующем калориметре сжигания согласно ГОСТ 147-95 «Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания». При определении теплоты сгорания получают величину высшей теплоты сгорания анализируемой пробы при постоянном объеме.

Элементный состав угля дает представление о соотношении основных элементов (С, Н, О, N, S), необходимый для составления материального баланса, расчета теоретической теплоты сгорания и т. п.

## **2. Экспериментальная часть**

### **2.1. Калориметрическое определение теплоты сгорания**

#### ***Материалы и оборудование:***

- образцы угля;
- калориметр сжигания с бомбой БКС-2х;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г.;
- ступка и пестик для измельчения
- ПК;
- баллон кислорода.

#### ***Описание установки:***

Принцип измерения количества теплоты, выделяющейся при сжигании вещества в бомбе на калориметре БКС-2х (рис. 1), основан на предварительном нагреве калориметрической бомбы с исследуемым веществом в печи, находящейся в блоке управле-

ния, до температуры на 2–3 °С выше рабочей температуры калориметра, внесении нагретой бомбы в измерительную ячейку калориметра, далее, при спаде величины теплового потока до регулярного уровня, производится «поджог» вещества и начинается интегрирование электрического сигнала пропорционального тепловому потоку, идущему от измерительной ячейки с размещенной в ней бомбой к массивному блоку. Интегрирование заканчивается в момент времени, когда спад теплового потока от выделившейся энергии при сгорании вещества, вновь достигает регулярного уровня сигнала. Величина измеренного «интеграла» теплового потока является мерой количества теплоты сгорания вещества.



Рис. 1. Калориметр БКС-2х: 1 – калориметрический блок;  
2 – блок управления

Калориметрический блок (рис. 2) состоит из внешнего кожуха 9 и внутренней оболочки 4. Во внутренней оболочке установлены: наружный нагреватель и термометр сопротивления, массивный теплообменный блок 5, измерительная ячейка с датчиком теплового потока 6 (в измерительную ячейку вставлена калориметрическая бомба 7), внутренний нагреватель 1, термометр сопротивления 2, вентилятор 3. Канал ввода бомбы в калориметрическую измерительную ячейку закрыт теплоизолирующей пробкой 8.

В калориметрическом блоке применена система двойного термостатирования.

Внутренний термостат работает следующим образом: нагретый внутренним нагревателем 1 воздух при помощи вентилятора 3 нагнетается в промежуток между массивным блоком 5 и оболочкой 4, омывает термометр сопротивления 2, который, по достижении заданной температуры, при помощи усилителя терморегулятора и силового ключа (расположены в блоке управления) управляет включением и выключением нагревателя 1, поддерживая рабочую температуру блока калориметра.

Наружный термостат поддерживает постоянство температуры оболочки 4.

Блок управления содержит: усилители с силовыми ключами для внутреннего и наружного терморегуляторов; печь предварительного подогрева калориметрической бомбы с терморегулятором; измерительный усилитель; стабилизатор тока, который используется для поджига исследуемого вещества, а также для электрического тестирования калориметра; источник питания.

Корпус 3 калориметрической бомбы (рис. 3) изготовлен из нержавеющей стали. Бомба закрывается нижней крышкой 5, которая уплотняется резиновой прокладкой 6 с кольцом 7 при помощи гайки 9. На крышке имеется коаксиальный разъем 8, через который подводится к электродам 4 ток поджига проволоки 1. На электроде 4 закреплен тигель для сжигаемого вещества 10. Спираль поджига фиксируется гайками 2.

В верхней части бомбы имеются два клапана, состоящих из болтов с отверстиями и резиновых шайб. При заполнении бомбы кислородом или сжигаемым газом иглу трубопровода вводят в бомбу через отверстие болта, прокалывая резиновую шайбу. Благодаря усилию затяжки болта при вынимании иглы прокол в шайбе смыкается, сохраняя герметичность бомбы при внутреннем давлении до 40 атм.



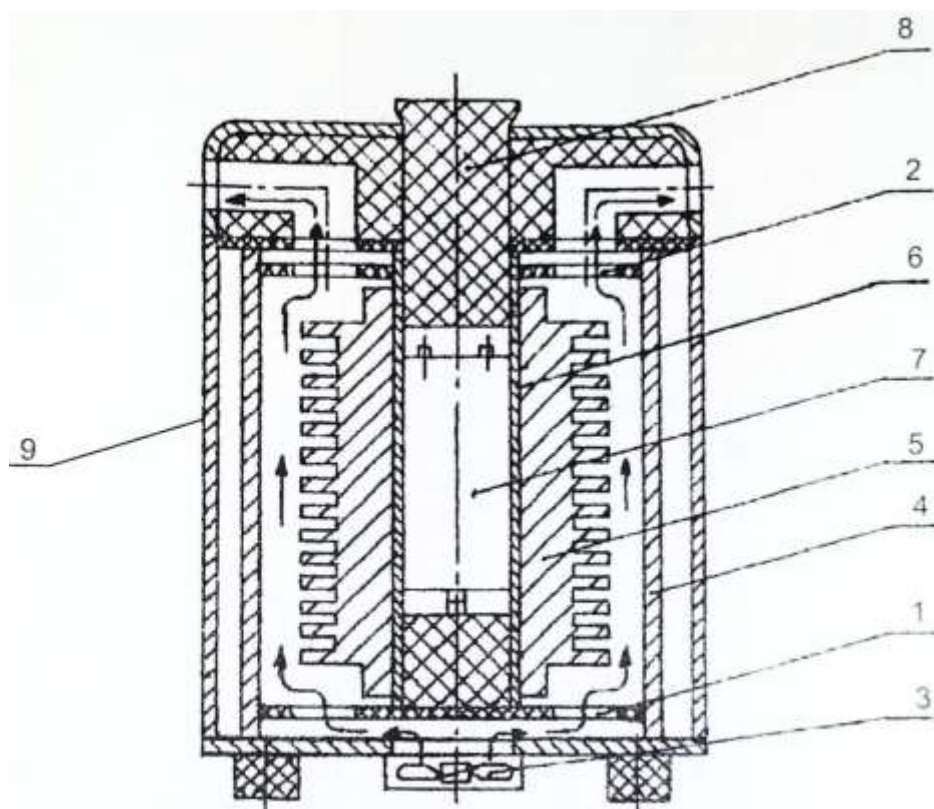


Рис. 2. Калориметрический блок: 1 – внутренний нагреватель; 2 – термометр сопротивления; 3 – вентилятор; 4 – внутренняя оболочка; 5 – массивный теплообменный блок; 6 – измерительная ячейка с датчиком теплового потока; 7 – калориметрическая бомба; 8 – теплоизолирующая пробка; 9 – внешний кожух

### ***Ход выполнения работы:***

Включают тумблер «сеть» на блоке управления. Выжидают 1,5 часа для вывода калориметра на рабочий температурный уровень.

На компьютере в папке «BKS2x» запускают «Calorimeter.exe» для вывода системы координат и меню программы измерения.

Между креплениями натягивают хромоникелевую проволоку, на чашу помещают образец угля массой около 0,6 г, с помощью преподавателя собирают бомбу, заправляют кислородом давлением 30 атм., собирая установку согласно рис. 4.

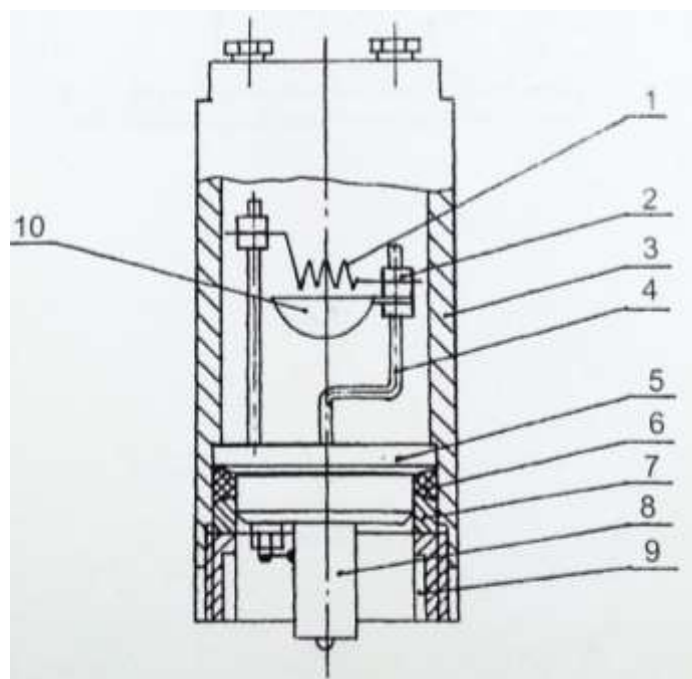


Рис. 3. Калориметрическая бомба: 1 – проволока;  
2 – гайка для фиксации проволоки; 3 – корпус; 4 – электрод;  
5 – нижняя крышка; 6 – резиновая прокладка; 7 – кольцо;  
8 – коаксиальный разъем; 9 – гайка;  
10 – тигель для сжигаемого вещества

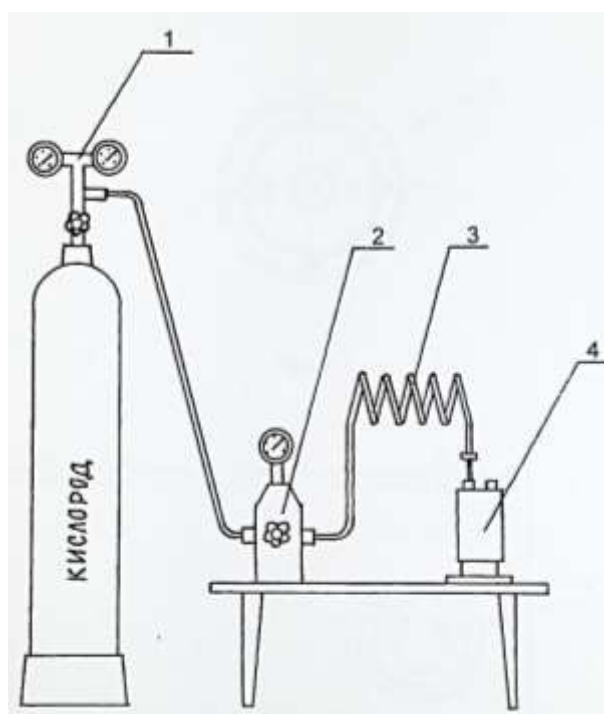


Рис. 4. Схема сбора установки для заполнения бомбы кислородом: 1 – кислородный редуктор; 2 – отсекающий вентиль;  
3 – трубопровод; 4 – калориметрическая бомба

После выхода аппарата на рабочий уровень вставляют заряженную бомбу в печь предварительного подогрева, находящуюся в блоке управления и выдерживают ее в течение 15 минут.

В меню программы устанавливают (сверху вниз):

1. «Старт (В) – 0,15;
2. «Длит. (сек.)» – длительность импульса поджига – от 3 до 10;
3. «Энергия (Дж.)» – энергия поджига – 7,6 Дж.
4. «Калибр. коэф.» – не меняю.
5. «Сигнал (В)» – максимальное значение по оси ординат – 10.
6. «Время (мин.)» – длительность регистрации по оси абсцисс – 20.

В программе кликают кнопку «Старт». При этом по оси абсцисс (красным цветом) начнется регистрация «нулевого сигнала».

Нагретую бомбу переносят быстро в ячейку калориметрического блока и закрывают пробкой. Бомбу следует ориентировать по стрелкам, нанесенным на верхнем торце бомбы и на внутренней поверхности измерительной ячейки.

После возвращения графика на «нулевой» уровень, в программе кликают на кнопку «Стоп», полученный результат отображается в графе «Результат – энергия (Дж)».

После окончания работы бомбу вынимают из калориметрической ячейки, закрывают программу и выключают тумблер «сеть».

### **Обработка результатов:**

Результаты измерений вносят в таблицу 5.

*Таблица 5*

Для расчета теплоты сгорания

№ п/п	Масса образца ( <b>m</b> ), г	Измеренное количество энергии сгорания ( $Q_{\text{изм}}$ ), Дж	Теплота сгорания ( $Q_{\text{уд}}$ ), кДж/кг
1			
2			
Среднее значение			

Удельную энергию сгорания ( $Q_{уд}$ ), кДж/кг, угля определяют по формуле

$$Q_{уд} = \frac{Q_{изм}}{m},$$

где  $Q_{изм}$  – измеренное количество энергии сгорания, Дж;  
 $m$  – масса образца угля, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений теплоты сгорания, округленных целого значения. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 2).

## **2.2. Определение элементного состава**

Определение элементного состава угля (содержание водорода и углерода) проводят согласно ГОСТ 2408.1-95 «Топливо твердое. Методы определения углерода и водорода» с той лишь разницей, что в качестве газа после сжигания используется газовая смесь, полученная в калориметрической бомбе после определения теплоты сгорания угля (п. 2.1). Образующиеся в бомбе газы поглощают соответствующими реагентами и определяют содержание гравиметрически. Продукты сгорания находятся в газообразном состоянии, за исключением воды, образующейся при сгорании и конденсирующейся в жидкость, а также части соединений азота и серы, которые при контакте с водой образуют кислоты.

Раствор кислот смывают со стенок калориметрической бомбы дистиллированной водой и анализируют на содержание азота, серы.

### ***Материалы и оборудование:***

- газовая смесь, полученная в п. 2.1.
- сушильный шкаф;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- эл. плитка;

- баллон с кислородом;
- эксикатор с гранулированным хлористым кальцием;
- U-образная трубка;
- поглотительная колба вместимостью 250 мл;
- термостойкий стакан вместимостью 100 мл;
- стеклянная палочка;
- плотный бумажный беззольный фильтр (с синей лентой);
- воронка стеклянная;
- поглотительный сосуд с аскаритом, частицы с размером от 1,5 до 3,0 мм, но не менее 1,2 мм. По мере отработки цвет аскарита изменяется от светло-коричневого до белого;
- градуированный мерный цилиндр 25 мл;
- мерная пипетка вместимостью 30 мл;
- бюретка для титрования;
- дистиллированная вода;
- индикатор фенолфталеин;
- раствор гидроксида натрия (NaOH) 0,01 н;
- раствор хлористого бария ( $\text{BaCl}_2$ ) 10 %;
- раствор соляной кислоты (HCl) 0,01 н.

### ***Ход выполнения работы:***

Готовят поглотительную систему. Для этого в поглотительную колбу 3 (рис. 6) наливают пипеткой 30 мл дистиллированной воды – служит для поглощения оксидов азота и серы. Поглотительную колбу 4, предназначенную для поглощения диоксида углерода, заполняют аскаритом и взвешивают ее.

Соединяют поглотительную систему с выпускным штуцером остывшей до комнатной температуры калориметрической бомбы посредством иглы. После установления атмосферного давления в системе, через второй выпускной штуцер бомбы вводится кислород, объемом не менее 0,5 л.

Поглотительный сосуд с аскаритом вместе с поглощенным диоксидом углерода взвешивают.

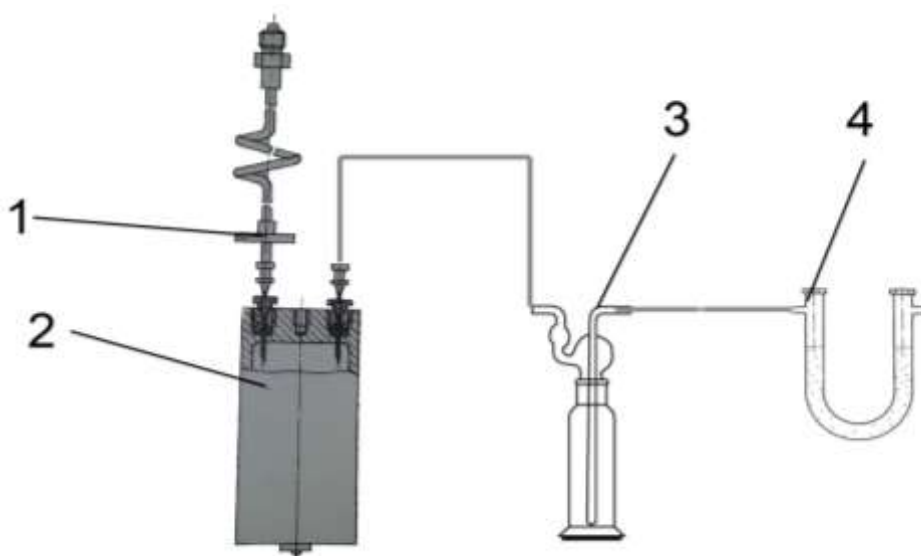


Рис. 5. Поглотительная система для определения элементного состава образца после калориметрии: 1 – газопровод от баллона с кислородом; 2 – калориметрическая бомба; 3 – поглотительная колба с дистиллированной водой; 4 – U-образная трубка с аскаритом

Внутренние стенки калориметрической бомбы обмывают промывным раствором из поглотительной колбы 3. Полученный раствор количественно переливают в коническую колбу и титруют 0,01 н раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина до появления малиновой окраски. Титрование ведут медленно, тщательно перемешивая раствор в колбе.

Раствор после титрования переносят в термостойкий стакан и подкисляют 10%-м раствором соляной кислоты до появления ярко-розовой окраски. Подкисленный раствор нагревают до кипения и осаждают сульфат-ион-раствором хлористого бария, прибавляя по каплям из пипетки, пока осадок не перестанет образовываться, и тщательно перемешивая стеклянной палочкой, не касаясь стенок и дна стакана (осадок может плотно прилипнуть к стеклу). После осаждения раствор кипятят еще 2–3 минуты, после чего не вынимая палочку из раствора, стакан плотно закрывают бумагой для защиты от пыли и оставляют для осаждения на 30 минут.

Перед фильтрованием необходимо проверить полноту осаждения сульфат иона, для этого из пипетки осторожно по стенке стакана приливают 2–3 капли раствора хлористого бария. Если

раствор останется прозрачным, полнота осаждения достигнута. Если отмечено помутнение, то к раствору приливают еще 10 мл раствора хлористого бария, хорошо перемешивают, дают осадку осесть и еще раз проверяют полноту осаждения.

После полного осаждения осадок отфильтровывают через заранее взвешенный плотный беззольный фильтр (с синей лентой). Сначала раствор отделяют декантацией, т. е. осторожно, не взмучивая осадка, сливают раствор через фильтр. После декантации в стакан приливают 20 мл дистиллированной воды, осадок взмучивают стеклянной палочкой, хорошо перемешивают, дают осесть, после чего жидкость декантируют. Промывание повторяют 2–3 раза. После того как дольют последнюю порцию воды, осадок взмучивают и количественно переносят на фильтр. Стакан и палочку промывают водой, стараясь смыть остатки осадка на фильтр.

Осадок на воронке подсушивают в сушильном шкафу при температуре  $105 \pm 5$  °С в течение 15–20 минут, после чего извлекают фильтр с осадком из воронки и досушивают до постоянной массы. После высыхания определяют массу сухого осадка.

Рабочим раствором в лабораторной работе является раствор 0,01 н. гидроксида натрия. Данный раствор является нестойким из-за поглощения им углекислого газа, находящегося в воздухе. В связи с этим необходимо установить нормальность рабочего раствора. Поправочный коэффициент для рабочего раствора устанавливается по фиксаналу соляной кислоты 0,01 н. Пипеткой в колбу на 250 мл отбирается 10 мл рабочего раствора, добавляется 1–2 капли индикатора фенолфталеина. Содержимое колбы оттитровывается из бюретки 0,01 н. раствором соляной кислоты до появления малиновой окраски. Используя закон эквивалентов, рассчитывается нормальность рабочего раствора и устанавливается поправочный коэффициент.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицы 6, 7.

Таблица 6

## Для расчета содержания углерода

№ п/п	Масса образца ( $m$ ), г	Масса сосуда с аскаритом ( $m_1$ ), г	Масса сосуда с аскаритом после поглощения $\text{CO}_2$ ( $m_2$ ), г	Содержание углерода ( $C^a$ ), %
1				
2				
Среднее значение				

Массовую долю общего углерода в аналитической пробе углерода ( $C^a$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$C^a = \frac{0,2729 \cdot (m_2 - m_1)}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  – масса навески (из п. 2.5), г;

$m_2$  – масса сосуда с аскаритом после поглощения диоксида углерода, г;

$m_1$  – масса сосуда с аскаритом до поглощения диоксида углерода, г;

0,2729 – коэффициент пересчета массы  $\text{CO}_2$  на С.

Массовую долю общей серы в аналитической пробе ( $S^a$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$S^a = \frac{0,2729 \cdot m_{\text{ос}}}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  – масса навески (из п. 2.5), г;

$m_{\text{ос}}$  – масса осадка  $\text{BaSO}_4$ , г;

0,1373 – коэффициент пересчета массы  $\text{BaSO}_4$  на S.

Таблица 7

## Для расчета содержания серы

№ п/п	Масса образца ( $m$ ), г	Масса фильтровальной бумаги, г	Масса фильтровальной бумаги с сухим осадком, г	Масса сухого осадка ( $m_{\text{ос}}$ ), г	Содержание серы ( $S^a$ ), %
1					
2					
Среднее значение					



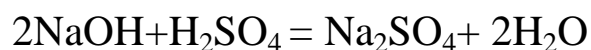
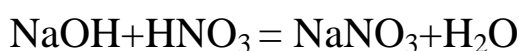
Масса серной кислоты в промывном растворе ( $m_{H_2SO_4}$ ) в граммах:

$$m_{H_2SO_4} = 0,4206 \cdot m_{oc},$$

где  $m_{oc}$  – масса осадка  $BaSO_4$ , г;

0,4206 – коэффициент пересчета массы  $BaSO_4$  на  $H_2SO_4$ .

Массу азотной кислоты ( $m_{HNO_3}$ ) в граммах в промывном растворе рассчитывают согласно уравнениям реакций:



Количество гидроксида натрия в молях ( $U_{NaOH}$ ), пошедшего на титрование промывного раствора, содержащего кислоты, определяют по формуле

$$U_{NaOH} = C_H \cdot V \cdot 10^{-3},$$

где  $C_H$  – нормальность раствора  $NaOH$ , н;

$V$  – объем  $NaOH$ , пошедшего на титрование г;

$10^{-3}$  – коэффициент перевода концентрации  $NaOH$  из н в моль/мл.

Количество серной кислоты в молях ( $U_{H_2SO_4}$ ), содержащейся в промывном растворе определяют по формуле

$$U_{H_2SO_4} = \frac{m_{H_2SO_4}}{\mu_{H_2SO_4}}$$

где  $m_{H_2SO_4}$  – рассчитанная масса  $H_2SO_4$ , г;

$\mu_{H_2SO_4}$  – молярная масса  $H_2SO_4$  г/моль.

Тогда количество азотной кислоты в молях ( $U_{H_2SO_4}$ ), содержащейся в промывном растворе определяют по формуле

$$U_{HNO_3} = U_{NaOH} - 2U_{H_2SO_4},$$

Тогда масса азотной кислоты ( $m_{HNO_3}$ ) в граммах в промывном растворе:

$$m_{HNO_3} = U_{HNO_3} \cdot \mu_{H_2SO_4},$$

где  $\mu_{HNO_3}$  – молярная масса  $HNO_3$ , г/моль.

Массовую долю азота в аналитической пробе ( $N^a$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$N^a = \frac{0,2729 \cdot m_{HNO_3}}{m} \cdot 100,$$

где  $m$  – масса навески (из п. 2.5), г;

$m_{HNO_3}$  – масса азотной кислоты в промывном растворе, г;

0,2222 – коэффициент пересчета массы  $HNO_3$  на N.

Массовые доли кислорода и водорода в процентах определяют суммарно:

$$\Sigma(O^a, H^a) = 100 - (C^a + S^a + N^a).$$

Измерения и расчеты проводят с точностью до 0,001 г. Усредненные результаты анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 2).

### 3. Оформление отчета

1. Указать цель и привести краткое описание хода работы.
2. Результаты опыта представить в виде таблиц 5–7.
3. Конечные результаты занести в итоговый протокол испытаний (приложение).
4. Составить вывод соответствия определенных параметров угля характеристикам приведенных в сертификате качества угля.

#### **4. Контрольные вопросы**

1. На чем основан метод определения теплоты сгорания?
2. Опишите принцип работы калориметра БКС-2х.
3. Какие факторы оказывают влияние на значение теплоты сжигания углеродного сорбента?
4. Каков принцип метода определения элементного анализа сорбента?

#### **Практическая работа №3.**

### **ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ ТЕХНИЧЕСКИМ УСЛОВИЯМ**

Цель задания: определение основных эксплуатационных характеристик углеродных сорбентов и сравнение их с нормированными значениями в технических условиях.

#### **1. Теоретические положения**

К эксплуатационным характеристикам углеродных сорбентов отнесены такие показатели, как фракционный состав, плотность частиц, прочность на истирание и сжатие, размер пор и пористость.

Фракционный состав сорбента дает понятие о размерном составе насыпи массы сорбента. В частности, этот параметр важен при нанесении сорбента на нефтепродукт и при сборе отработанного нефтесорбента с поверхности воды сетчатыми или перфорированными устройствами.

В случае присутствия на месте разлива сильных ветров, предпочтительным становится использование гранулированных сорбентов. В связи с этим возникает необходимость определения прочности гранул продукта на сдавливание (прочность на сжатие) и динамическое разрушение (прочность на истирание), ведь при перевозке часть нефтесорбента может разрушиться. Чем больше прочность, тем целее останется материал после транспортировки. Прочность на сжатие измеряется кг нагрузки на грану-

лу. Прочность на истирание измеряется в процентах по массе (% мас.).

Разрушающую нагрузку при сдавливании (прочность на сжатие) определяют, как суммарную массу груза, который выдержит гранула без разрушения. При анализе руководствуются ГОСТ 21289-75 «Брикеты угольные. Методы определения механической прочности».

При определении механической прочности на истирание в барабане придерживаются ГОСТ 16188-70 «Сорбенты. Метод определения прочности при истирании». Сущность метода заключается в механическом истирании навески сорбента во вращающемся с определенной скоростью стальном барабане.

Прочность сорбента характеризуется отношением массы отсеянного нераспыленного сорбента (надрешетный продукт), полученного после истирания, к первоначальной массе сорбента.

Показатели прочности на истирание и сжатие являются определяющими при выборе способа транспортировки, метода нанесения сорбента на нефтяное пятно и дальнейшей его переработки.

Важное значение в адсорбции любых веществ имеет размер пор. Слишком большие поры, по сравнению с размером сорбируемой молекулы, не способны удержать адсорбат, а слишком маленькие – не позволят проникнуть ей в пору, следовательно, не произойдет сам процесс сорбции. По классификации Дубинина Н. П. поры в сорбентах по размеру подразделяются: микропоры – менее 1,6 нм, мезопоры – 1,6–10 нм, макропоры – более 10 нм.

Микропоры – наиболее мелкие поры, соизмеримые с размерами адсорбируемых молекул. Удельная поверхность микропор достигает 800–1000 м<sup>2</sup>/г.

Мезопоры – поры, соизмеримые для проникновения молекул органических соединений. Удельная поверхность мезопор – порядка 100–200 м<sup>2</sup>/г.

Макропоры – самые крупные поры, их удельная поверхность обычно не превышает 0,5–0,2 м<sup>2</sup>/г. Последние в процессе адсорбции не заполняются, но выполняют роль транспортных каналов для доставки адсорбата к поверхности более мелких пор. Как показывают множество исследований, большая доля мезо- и макропор характерна именно для нефтесорбентов.

Пористость – характеристика сорбента, совокупная мера размеров и количества пор в грануле. Является безразмерной величиной от 0 до 100 %. 0 соответствует материалу без пор; 100 %-я пористость недостижима, но возможны приближения к ней. Поры, как правило, заполнены вакуумом или газом с плотностью, значительно меньшей, чем истинная плотность материала образца.

## 2. Экспериментальная часть

### 2.1. Определение фракционного состава

#### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- сита с размерами ячеек 5, 10, 20, 25 мм.

#### *Ход выполнения работы:*

Пробу сорбента объемом 250 мл, предварительно взвешенную с точностью до 0,01 г, просеивают поочередно через сита с ячейками 25, 20, 15, 10 и 5 мм (рис. 6).

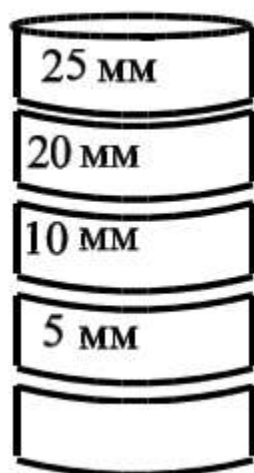


Рис. 6. Установка ситового анализа

Надрешетные продукты взвешивают с точностью до 0,01 г.

### **Обработка результатов:**

Фракция сорбента более 25 мм составляет надрешетный продукт сита с ячейками 25 мм; фракция 20–25 мм – надрешетный продукт сита с ячейками 20 мм; фракция 10–20 мм – надрешетный продукт сита с ячейками 10 мм; фракция 5–10 мм – надрешетный продукт сита с ячейками 5 мм.

Результаты измерений вносят в таблицу 8.

*Таблица 8*

Для расчета фракционного состава

№ п/п	Фракция, мм	Масса фракции ( $m$ ), г			Доля фракции ( $F_i$ ), % мас
		1 опыт	2 опыт	средняя	
1.	менее 5				
2.	5–10				
3.	10–20				
4.	20–25				
5.	более 25				
Всего					100

Долю каждой фракции в процентах определяют согласно формуле

$$F_i = \frac{M_i}{M} \cdot 100,$$

где  $M_i$  – масса  $i$ -й фракции, г;

$M$  – масса пробы сорбента, взятого для анализа, г.

Долю фракции менее 5 мм рассчитываем по формуле

$$F_{-5} = 100 - F_{+25} - F_{20-25} - F_{10-20} - F_{5-10}.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленных до 0,01 %. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

## 2.2. Плотность гранул

Плотность гранул определяют расчетным методом, после определения геометрических размеров и массы гранул отдельно по каждой фракции.

### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты, разделенные на фракции, по п. 2.1;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- штангенциркуль.

### *Ход выполнения работы:*

Для определения средней плотности гранул сорбента из каждой фракции, отбирают по две гранулы и взвешивают их. С помощью штангенциркуля определяют 3 диаметра каждой гранулы тангенциально.

### *Обработка результатов:*

Полученные данные измерений вносят в таблицу 9.

Плотность гранул, кг/м<sup>3</sup>, рассчитываем по формуле

$$\rho = \frac{6m}{\pi d^3} \cdot 10^{-6},$$

где  $m$  – масса гранулы, г;

$\pi$  – число пи (3,14);

$d$  – средний диаметр гранулы, мм;

$10^{-6}$  – коэффициент для перевода г/мм<sup>3</sup> в кг/м<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое десяти параллельных определений плотности (по две пробы пяти различных фракций), округленных до целого значения. Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

Таблица 9

Для расчета плотности гранул сорбента

Фракция сорбента, мм	№ образца	Размеры гранулы ( $d$ ), мм				Масса гранулы ( $m$ ), г	Плотность ( $\rho$ ), кг/м <sup>3</sup>	Средняя плотность, кг/м <sup>3</sup>
		1	2	3	средний			
менее 5	1							
	2							
5–10	1							
	2							
10–20	1							
	2							
20–25	1							
	2							
более 25	1							
	2							
Усредненная плотность, кг/м <sup>3</sup>								

### 2.3. Прочность на сжатие

#### **Материалы и оборудование:**

- гранулированные углеродные сорбенты, исследуемые в п. 2.2;
- установка для определения разрушающей нагрузки;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- набор гирь.

#### **Описание установки:**

Установка для определения разрушающей нагрузки (рис. 7) представляет собой модифицированные лабораторные двучашечные весы.



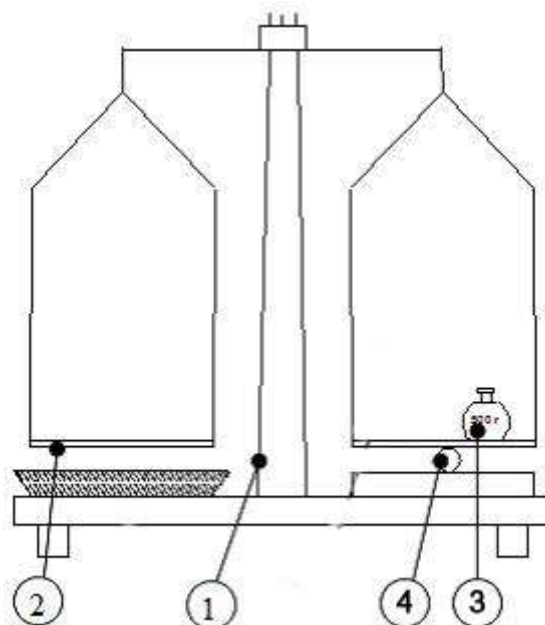


Рис. 7. Схема гравиметрической установки для определения величины разрушающей нагрузки на гранулы сорбента:  
 1 – лабораторные двучашечные весы; 2 – платформа весов;  
 3 – груз известной массы; 4 – исследуемый образец

***Ход выполнения работы:***

Для определения средней прочности на сжатие используют гранулы сорбента, известной массы и плотности (п. 2.2).

Под центр правой чаши весов помещают исследуемый образец гранулы. Приводят в соприкосновение чашу с образцом, аккуратно помещают на чашу гири известной массы. При этом первоначальная нагрузка на образец равна 100 г, в последующем нагрузку повышают по 50 г до значения нагрузки, когда образец треснет или расколется.

***Обработка результатов:***

Общая масса гирь на чаше соответствует значению разрушающей нагрузки на образец.

Полученные данные измерений вносят в таблицу 10.

Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

Таблица 10

Для расчета прочности на сжатие

Фракция сорбента, мм	№ образца	Разрушающая нагрузка, кг
менее 5	1	
	2	
5–10	1	
	2	
10–20	1	
	2	
20–25	1	
	2	
более 25	1	
	2	
Усредненная разрушающая нагрузка, кг		

## 2.4. Прочность на истирание

### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты, применяемые в п. 2.1;
- установка для определения прочности на истирание;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- сито с диаметром ячеек 5 мм.

### *Описание установки:*

Установка для определения прочности на истирание (рис. 8) представляет собой два уравновешенных на одном валу барабана.

Внутренний диаметр стальных барабанов составляет 200 мм, высота – 70 мм. По периметру барабана приварено две симметрично расположенные стальные полосы шириной 30 мм, длиной 70 мм. Скорость вращения составляет 50 об/мин.



Рис. 8. Установка для определения прочности гранул на истирание: 1 – левый барабан; 2 – правый барабан; 3 – крышки для барабанов; 4 – панель управления

### ***Ход выполнения работы:***

В правый и левый барабаны помещают 0,3–0,4 кг предварительно взвешенного образца сорбента (диаметром более 20 мм), закрывают крышки и притягивают болтами. Нажатием на красную кнопку панели управления включают барабан. Истирание проводят в течение 5 мин, после чего вращение барабана останавливают нажатием на черную кнопку панели управления. Содержимое барабанов высыпают на сито с диаметром ячейки 5 мм. Оставшийся после просеивания надрешетный продукт взвешивают, определяя его процентное соотношение к общей массе загруженного материала.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицу 11.

*Таблица 11*

Для расчета прочности на истирание гранул сорбента

№	Масса образца ( $M$ ), г	Масса надрешетного продукта ( $m_{\text{над}}$ ), г	Прочность на истирание, %
1			
2			
Средняя прочность, %			

Прочность на истирание определяют по формуле

$$P_{\text{ист}} = \frac{m_{\text{над}}}{M} \cdot 100,$$

где  $m_{\text{над}}$  – масса надрешетного продукта, г;  
 $M$  – масса образца, взятого для анализа, г.

Среднее значение прочности определяют по результатам 2 определений и отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

## **2.5. Размер пор**

Размер пор определяют в ходе микроскопического структурного анализа с применением растрового микроскопа.

### ***Материалы и оборудование:***

- гранулированные углеродные сорбенты, применяемые в п. 2.1;
- канцелярский нож;
- шлифовальная бумага;
- растровый электронный Микроскоп LCD MICRO PCE BM 200;
- ПК;
- линейка.

### ***Описание установки:***

Микроскоп для измерения размеров пор приведен на рисунках 9, 10.

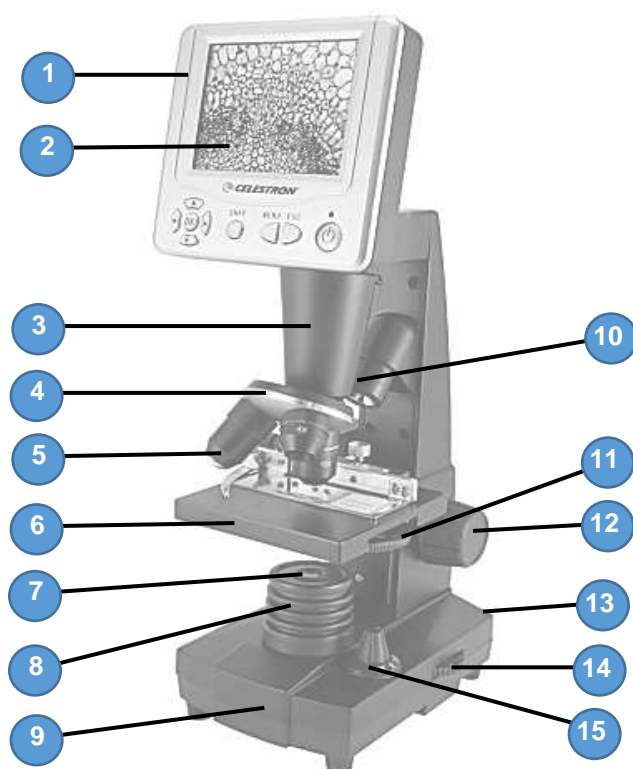


Рис. 9. Микроскоп LCD MICRO PCE BM 200: 1 – видеомодуль; 2 – дисплей LCD; 3 – опора; 4 – револьвер объективов; 5 – объективы; 6 – предметный стол; 7 – собирающая линза; 8 – подсветка объектива (на просвет); 9 – опора прибора; 10 – подсветка объектива (внешняя); 11 – светофильтр; 12 – фокусирующее колесо; 13 – слот подключения кабеля питания; 13 – регулятор яркости подсветки; 14 – селектор типа подсветки

Прибор оснащен двумя видами подсветки. Она может работать на просвет при работе с прозрачными объектами (позиция «I»). При работе с непрозрачными объектами используется внешняя подсветка рабочей зоны (позиция «II»). Для сложных биологических объектов рекомендуется использовать комбинированную подсветку (позиция «III»), а также ее рекомендуется использовать при работе с объективом 4×.

Электронное увеличение микроскопа равняется 10×. В комбинации с 4× объективом возможно получать суммарное увеличение 40×, т. е. 1 мм реального объекта на дисплее будет выглядеть как 40 мм. Соответственно при использовании объектива 10× суммарное увеличение будет равно 100×, а с объективом 40× оно достигнет 400×.

При включенном мониторе LCD вверху справа указано время; внизу справа показан объем доступной памяти на диске; по центру, рядом с символом «лупа», указан выбранный коэффициент цифрового увеличения. При нажатии кнопки управления «влево» или «вправо» (рис. 10) можно увеличить или уменьшить цифровой зум в диапазоне от 1 до 4. Максимально возможное увеличение цифрового микроскопа таким образом составит 1600х.

В левом углу экрана показан символ режима фотографирования («фотокамера») и выбранное разрешение снимка. В верхнем левом углу расположено символ яркости изображения. При нажатии кнопок меню «вверх» или «вниз» возможно корректировать яркость изображения в диапазоне от -1.5 (темно) до +1.5 (светло).

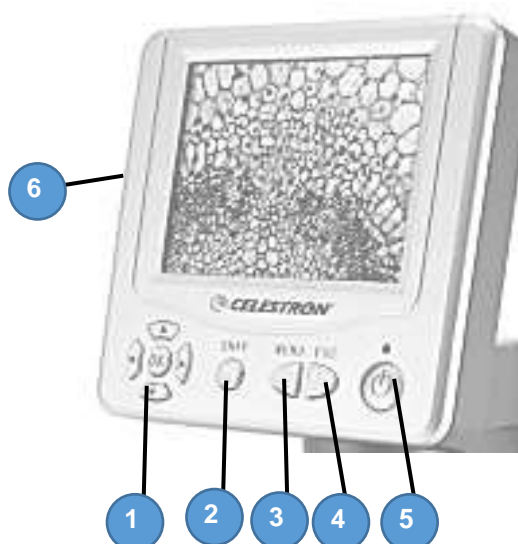


Рис. 10. Видеомодуль Микроскопа LCD MICRO PCE BM 200:  
1 — кнопки ввода; 2 — кнопка производства фотоснимка «SNAP»;  
3 — кнопка меню «MENU»; 4 — кнопка перехода «ESC»;  
5 — кнопка включения питания; 6 — слот для подключения  
к компьютеру через кабель USB

### ***Ход выполнения работы:***

Из гранулы сорбента изготавливают шлиф: с помощью канцелярского ножа делают срез и отшлифовывают поверхность на шлифовальной бумаге.

Шлиф сорбента с помощью клея приклеивают на предметное стекло, которое помещают на столик микроскопа непосредственно под объектив, зажав его с помощью фиксатора. Для этого нужно отвести рычаг фиксатора в сторону, поместить предметное стекло и аккуратно вернуть пластину установки зажима на место.

Включить монитор нажатием кнопки включения питания (рис. 10); При этом на передней панели видеоблока загорится красный индикатор включения. Теперь, внимательно глядя на монитор сфокусировать изображение с помощью винта фокусировки (рис. 9). С помощью регулировочных винтов предметного стола вы можете оптимальным образом расположить изучаемый объект под объективом.

Начинать изучать объект нужно при минимальном увеличении. Максимальное увеличение достигается с помощью подбора соответствующего объектива. Прежде чем сменить объектив, обязательно нужно отвести предметный стол максимально вниз, чтобы избежать столкновения объектива с предметным столом и изучаемым объектом. При этом чем выше увеличение, тем больше света необходимо для изучения объекта и тем выше должна быть яркость подсветки.

На микроскопе делают снимки всех видимых пор шлифа, для этого необходимо выбрать необходимый обзор и нажать кнопку производства фотоснимка «SNAP».

Для просмотра кадра достаточно нажать кнопку перехода «ESC», а в появившемся списке выбрать необходимое изображение, используя кнопки управления перемещением курсора. При этом выбранные изображения будут выделены желтым ободком. Для отображения снимков нужно нажать кнопку ввода «OK». Повторное нажатие кнопки «ESC» вернет список, повторное нажатие кнопки «ESC» позволит вернуться к живому изображению.

Опции кнопки «MENU» позволят управлять выбранными изображениями, в частности

- Защита (**не изменять настройки**)
- Delete (удаление файла): Exit (выход из меню), Current (удаление выбранного файла), All (удаление всех файлов).
- Info (информация об изображении). Для просмотра нажать кнопку «OK».
- Cancel (сброс).

Все снимки могут быть просмотрены и обработаны на компьютере. Для подключения прибора к компьютеру используется порт и кабель USB (рис. 10). Инициализация нового оборудования выполняется автоматически.

На компьютере с использованием линейки измеряют ширину и длину пор с учетом значения увеличения.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицу 12.

Итоговый результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

*Таблица 12*

Для расчет размера пор сорбента

№ п/п	Измеренные значения, мм		Увеличение	Истинные размеры, мкм	
	Ширина поры	Длина поры		Ширина поры	Длина поры
1					
2					
3					
...					
Среднее					

## **2.6. Пористость**

Пористость, определяют косвенным методом – адсорбцией йода, согласно п. 4.4 ГОСТ 6217-74 «Уголь активный древесный дробленый. Технические условия».

### ***Материалы и оборудование:***

- остатки углеродного сорбента при изготовлении шлифа по п. 2.5;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- бюретка для титрования;
- цилиндр вместимостью 1 мл;
- пипетки вместимостью 10 мл;
- колба мерная вместимостью 1000 мл;



- колбы конические вместимостью 50 и 250 мл;
- натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) 5-водный, раствор 0,1 н;
- крахмал растворимый, раствор 0,5 % мас.
- вода дистиллированная;
- раствор йода в йодистом калии, 0,1 н.

### ***Приготовление растворов:***

Раствор йода 0,1 н в йодистом калии готовят следующим образом: в мерной колбе 25 г йодистого калия растворяют в 50–100 мл дистиллированной воды, добавляют 12,7 г йода и перемешивают содержимое колбы до полного растворения йода. Затем объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

### ***Ход выполнения работы:***

Пробу сорбента (порошкообразную) высушивают при температуре 100–105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Гранулу высушенного сорбента взвешивают, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляют 100 мл раствора йода в йодистом калии, закрывают пробкой и в ручную взбалтывают в течение 15 минут. Затем из колбы пипеткой отбирают 10 мл раствора, помещают в коническую колбу вместимостью 50 мл и титруют раствором тиосульфата натрия до обесцвечивания раствора. В конце титрования добавляют цилиндром 1 мл крахмала и титруют до исчезновения синей окраски. Титрование проводят в 2 параллельных пробах.

Одновременно проводят определение начального содержания йода в исходном растворе. Для этого отбирают 10 мл раствора йода в йодистом калии и титруют раствором тиосульфата натрия, добавив в конце титрования 1 мл раствора крахмала.

### ***Обработка результатов:***

Результаты измерений вносят в таблицу 13.

Таблица 13

Для расчета пористости сорбента

Масса образца ( $m$ ), г	Объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, мл	
	в исходном растворе	после обработки сорбентом
Среднее значение		

Адсорбционную активность сорбента по йоду в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0127 \cdot 100}{10 \cdot m} \cdot 100,$$

где  $V_1$  – объем раствора тиосульфата натрия 0,1 н, израсходованный на титрование раствора йода, мл;

$V_2$  – объем раствора тиосульфата натрия 0,1 н, израсходованный на титрование раствора йода, после обработки сорбентом, мл;

0,0127 – масса йода, соответствующая 1 мл раствора тиосульфата натрия 0,1 н, г;

100 – объем раствора йода, взятый для осветления сорбентом, мл;

$m$  – масса навески сорбента, г.

Результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 3).

### 3. Оформление отчета

1. Указать цель и привести краткое описание хода работы.
2. Результаты опыта представить в виде таблиц 8–13.
3. Составить вывод.
4. Конечные результаты занести в итоговый протокол испытаний (приложение).

#### **4. Контрольные вопросы**

1. Определение каких свойств входит в анализ эксплуатационных свойств?
2. Опишите принцип определения размера пор с помощью микроскопа.
3. Методы определения прочности гранулированных сорбентов.
4. В чем принципиальная разница понятий «плотность гранул» и «насыпная плотность гранул»?

#### **Практическая работа №4.**

### **ПРОВЕРКА СООТВЕТСТВИЯ ПОТРЕБИТЕЛЬСКИХ СВОЙСТВ УГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ ТЕХНИЧЕСКИМ УСЛОВИЯМ**

Цель задания: сравнение измеренных и нормируемых значений потребительских свойств углеродных сорбентов.

#### **1. Теоретические положения**

Влагоемкость (водопоглощение) – способность сорбента поглощать и удерживать определенное количество влаги. Различают гигроскопическую, максимальную молекулярную, капиллярную и полную влагоемкость.

Гигроскопическая влагоемкость – максимальное количество воды, которое может сорбировать гранула из воздуха при полном насыщении последнего водяными парами.

Максимальная молекулярная влагоемкость – наибольшее содержание в сорбенте влаги, удерживаемой силами притяжения на поверхности твердых гранул.

Капиллярная влагоемкость – влажность гранулы, соответствующая заполнению капиллярных пустот водой.

Полная влагоемкость – содержание влаги в сорбенте при условии полного заполнения всех пор водой.

При использовании нефтесорбентов на водных средах параметр влагоемкость становится необычайно значимым, так как

сорбент помимо нефти поглощает воду. Чем больше влагоемкость материала, тем меньше нефтеемкость, хотя зависимость не пропорциональна.

Определение значения влагоемкости (водопоглощения) гранул нефтесорбента проводят согласно ГОСТ 21290-75 «Брикеты угольные. Метод определения водопоглощения» в течение 24 часов. Метод основан на погружении гранул сорбента в воду и определении изменения массы образцов по истечению 24 часов. Влагоемкость измеряется в кг/кг сорбента.

Нефтеемкость – основное свойство всех сорбентов, используемых для очистки сред от нефтепродуктов. Чем большей нефтеемкостью обладает сорбент, тем быстрее он поглотит нефть, и тем меньший ущерб будет причинен окружающей среде. Она может быть выражена различными способами – как отношение массы поглощенной нефти к массе сорбента, как соответствующее отношение объемов или как смешанное отношение.

Определение нефтеемкости проводят аналогично методике определения водопоглощения, с той лишь разницей, что в качестве среды применяют нефтепродукт. Нефтеемкость измеряется в кг/кг сорбента.

Время, в течение которого не будет нанесен ощутимый ущерб окружающей среде, зависит от погодных условий и в среднем принимается не более 24–72 ч с момента разлива. Отсюда видна роль использования при ликвидации нефтяного загрязнения сорбентов, сохраняющих плавучесть в течение длительного периода времени. Это позволяет значительно увеличить резервы времени для проведения подготовительных мероприятий и сбора нефти. Плавучесть зависит, как правило, от наличия в сорбенте закрытых пор с замкнутым воздухом и не всегда коррелирует с гидрофобностью, но зависит от способности сорбента поглощать воду, то есть от влагоемкости. Плавучесть гранул определяется способностью отработанных гранул не оседать на дно сосуда, заполненного водой. Плавучесть измеряется в сутках.

## 2. Экспериментальная часть

### 2.1. Определение влагоемкости

#### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты различных фракций, полученные в п. 2.1 Задания № 3;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- прозрачные емкости объемом 100 мл;
- пинцет большой металлический;
- дистиллированная вода.

#### *Ход выполнения работы:*

В 5 прозрачных емкостей приливают по 50 мл дистиллированной воды. Из каждой фракции сорбента отбирают по одной грануле, взвешивают и помещают в емкости. По истечении 24 часов гранулы вынимают из емкостей с помощью пинцетов и взвешивают.

#### *Обработка результатов:*

Полученные данные вносят в таблицу 14.

Таблица 14

Для расчета влагоемкости

Фракция сорбента	Масса гранулы исходная, г	Масса гранулы после поглощения, г	Влагоемкость, %
более 25 мм			
20–25 мм			
10–20 мм			
5–10 мм			
менее 5 мм			
Средняя			

Влагоемкость гранул в процентах определяют по формуле

$$B = \frac{(m_1 - m)}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  – масса гранулы, после эксперимента, г;

$m$  – масса гранулы до эксперимента, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений влагоемкости, округленных до 0,1 %.

Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 4).

## 2.2. Нефтеемкость

### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты различных фракций, полученные в п. 2.1 Задания № 3;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- прозрачные емкости объемом 100 мл;
- пинцет большой металлический;
- нефть или нефтепродукт.

### *Ход выполнения работы:*

В 5 прозрачных емкостей приливают по 50 мл нефтепродукта. Из каждой фракции сорбента отбирают по одной грануле, взвешивают и помещают в емкости. По истечении 24 часов гранулы вынимают из емкостей с помощью пинцетов и взвешивают.

### *Обработка результатов:*

Полученные данные вносят в таблицу 15.

Нефтеемкость гранул в процентах определяют по формуле

$$H = \frac{(m_1 - m)}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  – масса гранулы, после эксперимента, г;

$m$  – масса гранулы до эксперимента, г.

Таблица 15

Для расчета нефтеемкости

Фракция сорбента	Масса гранулы исходная, г	Масса гранулы после поглощения, г	Нефтеемкость, %
более 25 мм			
20–25 мм			
10–20 мм			
5–10 мм			
менее 5 мм			
Среднее			

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений влагоемкости, округленных до 0,1 %.

Усредненный результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 4).

### 2.3. Определение плавучести

#### *Материалы и оборудование:*

- гранулированные углеродные сорбенты различных фракций, полученные в п. 2.1 Задания № 3;
- весы аналитические лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г;
- прозрачные емкости объемом 100 мл;
- пинцет большой металлический;
- дистиллированная вода.

#### *Ход выполнения работы:*

В 5 прозрачных емкостей приливают по 80 мл дистиллированной воды. Образцы сорбентов по п. 2.2 после поглощения нефтепродукта помещают аккуратно на поверхность воды. В течение 7 дней ежедневно отмечают расположение гранулы в толще воды (поверхность, объем, дно).

#### *Обработка результатов:*

Полученные данные вносят в таблицу 16.

*Таблица 16*

Расчет плавучести сорбента

Фракция сорбента	Дни						
	1	2	3	4	5	6	7
более 25 мм							
20–25 мм							
10–20 мм							
5–10 мм							
менее 5 мм							

В зависимости от преобладания расположения гранул делают вывод о плавучести гранул (отличная, удовлетворительная, неудовлетворительная, плавучесть отсутствует).

Результат анализа отмечают в протоколе испытаний (приложение 4).

### **3. Оформление отчета**

1. Указать цель и привести краткое описание хода работы.
2. Результаты опыта представить в виде таблиц 14–16.
3. Конечные результаты занести в итоговый протокол испытаний (приложение 4).
4. Составить вывод о соответствии образца Техническим условиям.

### **4. Контрольные вопросы**

1. Какие свойства относятся к потребительским.
2. Виды влагоемкости, метод определения полной влагоемкости.
3. Метод определения нефтеемкости.
4. Что означает понятие «плавучесть», как измеряется?
5. Можно ли зная полную влагоемкость и нефтеемкость, предположить удельную сорбцию нефтесорбентом воды и нефти в трехфазной системе вода–нефть–сорбент.

## **ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТ**

К выполнению работы допускаются студенты, прошедшие инструктаж по правилам техники безопасности в химических лабораториях.

Для подключения установок необходимо использовать розетки, имеющие заземляющий контакт.

В процессе работы студент обязан:

- работать в чистом халате;
- соблюдать чистоту;
- соблюдать правила обращения с электроприборами;



- не отлучаться от установки, находящейся под напряжением, во время проведения работы;
- бережно обращаться с оборудованием;
- выполнить работу в описанной последовательности.

## **2. САМОСТОЯТЕЛЬНАЯ РАБОТА**

1. Повторение изученного материала. Углубленное изучение тем 1–4.
2. Повторение изученного материала. Углубленное изучение тем 5–6.
3. Повторение изученного материала. Углубленное изучение тем 7–8.
4. Повторение изученного материала. Углубленное изучение тем 9–10.
5. Подготовка к практическим занятиям по темам 1–10.
6. Подготовка к экзамену

## **СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Иголинская, Н. М. Метрология, стандартизация, сертификация [Электронный ресурс]: учебное пособие для студентов очной и заочной формы обучения специальностей: 240301 «Химическая технология неорганических веществ», 240401 «Химическая технология органических веществ», 240403 «Химическая технология природных энергоресурсов и углеродных материалов», 240502 «Технология переработки пластических масс и эластомеров» и направлений подготовки 240100.62 «Химическая технология», 280700.62 «Техносферная безопасность» / Н. М. Иголинская; ФГБОУ ВПО Кузбас. гос. техн.ун-т им. Т. Ф. Горбачева, Каф. технологии перераб. пластмасс. – Кемерово, 2011. – 94 с. 1 электрон. опт. диск (CD-ROM) – Доступна электронная версия:

<http://library.kuzstu.ru/meto.php?n=90528&type=utchposob:common>

2. Стандартизация продукции, процессов и услуг [Электронный ресурс]. – Москва: АСМС, 2012. – 297 с. – Режим досту-

па: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_red&id=136767](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=136767). – Загл. с экрана.

3. Метрология, стандартизация и сертификация [Текст]: учебник для студентов вузов, обучающихся по направлениям подготовки «Приборостроение», «Оптотехника» / под ред. В. В. Алексеева. – Москва: Академия, 2007. – 384 с.

4. Сергеев, А. Г. Метрология, стандартизация, сертификация [Текст]: учебное пособие для вузов / А. Г. Сергеев, М. В. Латышев, В. В. Терегеря. – Москва: Логос, 2001. – 525 с.

5. Сергеев, А. Г. Метрология, стандартизация, сертификация [Текст]: учеб. пособие для вузов / А. Г. Сергеев, М. В. Латышев, В. В. Терегеря. – Москва: Логос, 2003. – 525 с.

6. Дерюшева, Т. В. Стандартизация, метрология и подтверждение соответствия [Электронный ресурс]. – Новосибирск: НГТУ, 2011. – 228 с. – Режим доступа: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_red&id=228956](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=228956). – Загл. с экрана.

Группа \_\_\_\_\_

Подгруппа \_\_\_\_\_

## ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № \_\_\_\_\_

1. Наименование испытываемого объекта \_\_\_\_\_

2. Условия проведения испытаний \_\_\_\_\_

3. Результаты испытаний:

№ п/п	Параметр	Единицы измерения	Количество испытаний	Результаты испытаний	Примечание
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Насыпная плотность	кг/м <sup>3</sup>	3		
2.	Влажность	% мас.	2		По ГОСТ 11014-81
3.	Зольность	% мас.	2		На сухую массу По ГОСТ 11022-95
4.	Выход летучих веществ	% мас.	2		На сухую массу по ГОСТ 6382-2001
5.	Характеристика нелетучего остатка	-	2		После определения выхода летучих веществ

4. Выводы по результатам испытаний \_\_\_\_\_

---

---

5. Испытания проводили: \_\_\_\_\_

---

---

---

Группа \_\_\_\_\_

Подгруппа \_\_\_\_\_

## ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № \_\_\_\_\_

1. Наименование испытываемого объекта \_\_\_\_\_

2. Условия проведения испытаний \_\_\_\_\_

3. Результаты испытаний:

№ п/п	Параметр	Единицы измере- ния	Количес- тво испытаний	Результаты испы- таний	Примеча- ние
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Теплота сгорания	кДж/кг	3		Высшая по ГОСТ 147-95
2.	Элемент- ный состав:	% мас.	2		
	$C^a$				По ГОСТ 2408.1-95
	$S^a$				
	$N^a$				
	$\Sigma(O^a, H^a)$				

4. Выводы по результатам испытания\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

5. Испытания проводили:\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Группа \_\_\_\_\_

Подгруппа \_\_\_\_\_

**ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № \_\_\_\_\_**

1. Наименование испытываемого объекта \_\_\_\_\_

2. Условия проведения испытаний \_\_\_\_\_

3. Результаты испытаний:

№ п/п	Параметр	Единицы измерения	Количество испытаний	Результаты испытаний	Примечание
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Содержание фракций:	% мас.	1		
	менее 5 мм				
	5–10 мм				
	10–20 мм				
	20–25 мм				
	более 25 мм				
2.	Плотность гранул	кг/м <sup>3</sup>	10		
3.	Прочность на сжатие	кг	5		По ГОСТ 21289-75
4.	Прочность на истирание	%	2		По ГОСТ 16188-70
5.	Размер пор	-	1		
6.	Пористость	%	2		По ГОСТ 6217-74

4. Выводы по результатам испытаний\_\_\_\_\_

---

---

---

5. Испытания проводили:\_\_\_\_\_

---



Группа \_\_\_\_\_

Подгруппа \_\_\_\_\_

### ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № \_\_\_\_\_

1. Наименование испытываемого объекта \_\_\_\_\_

2. Условия проведения испытаний \_\_\_\_\_

3. Результаты испытаний:

№ п/ п	Параметр	Единицы измере- ния	Количе- ство испыта- ний	Результаты испы- таний	Примеча- ние
1.	2.	3.	4.	5.	6.
1.	Влагоем- кость	% мас.	10		По ГОСТ 21290-75
2.	Нефтеем- кость	% мас.	10		
3.	Плавучесть	-	5		

4. Выводы по результатам испытаний \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

5. Испытания проводили: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_