

M E T A N

MIESIĘCZNIK DLA SPRAW PRZEMYSŁU GAZU ZIEMNEGO,
WYDAWANY STARANIEM „METANU“, SP. Z. O. O. WE LWOWIE

NR. 4.

LWÓW, KWIECIEŃ 1917.

ROCZNIK I.

REDAKTOR: DR KAZIMIERZ KLING

TREŚĆ: Nr. 4.: Dr. K. Kling i L. Suchowiak: O nowym piknometrze gazowym, str. 37. — Inż. Władysław Szaynok: Ujęcie gazu z szybów w pompowaniu, str. 42. — Statystyka gazu ziemnego okręgu borysławsko-tustanowickiego za rok 1916, str. 44. — Produkcya gazu ziemnego w okręgu borysławsko-tustanowickim za miesiąc styczeń i luty 1917, str. 47. — Wiadomości bieżące, str. 48.

DR. K. KLING I L. SUCHOWIAK.

O NOWYM PIKNOMETRZE GAZOWYM.

(Ein neues Gaspyknometer. — A new gas-pycnometer.)

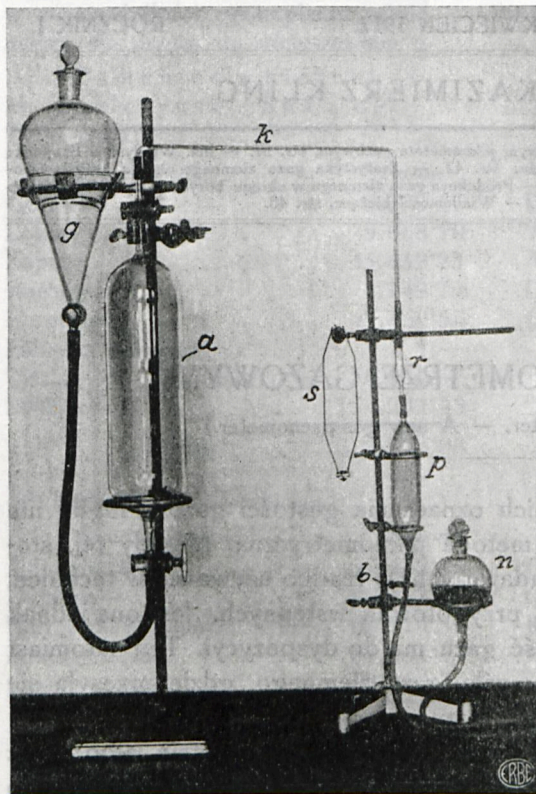
Mimo licznych metod pośrednich oznaczania gęstości gazów, nigdy nie zostanie wyrugowaną bezpośrednia metoda piknometryczna. Metody tej, stosowanej w ścisłych oznaczeniach badawczych¹⁾, rzadko używa się w technice, jako żmudnej i wymagającej długich przygotowań wstępnych. Jest ona jednak jedyną, gdy analityk tylko małą ilość gazu ma do dyspozycji. Ten natomiast wypadek zdarza się często w przemyśle gazu ziemnego, gdzie przesyła się do badanie ograniczone ilości gazu.

Napełnianie zwykłych piknometrów gazowych odbywa się albo przez przepłukiwanie piknometru gazem, co wymaga znacznych jego ilości, albo przez 2-, 3-krotne wypróżnienie ich pompą olejową lub rtęciową i każdorazowe napełnienie badanym gazem. Użycie pompy, konieczność absolutnie szczelnych łączy kauczkowych, szlifów i smarów uszczelniających, są to momenty, które niejednokrotnie odwodzą analityka od stosowania metody piknometrycznej. Ponieważ pozatem pospolicie używane piknometry gazowe posiadają objętość około 300 cm³ a i więcej, przeto potrzeba do pomiaru gęstości gazu przy ich pomocy co najmniej 900 cm³ gazu do jednego oznaczenia, przy użyciu pompy próżniowej.

¹⁾ Por. A. Stähler, Handbuch d. Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie Bd. III, 1. — M. W. Travers, Experimentelle Untersuchungen von Gasen.

Mając na oku przede wszystkim wymogi szybkiego, technicznego oznaczania gęstości gazów z małej ich objętości, mianowicie 100, a nawet 30 cm^3 zbudowaliśmy piknometr, który takie oznaczanie umożliwia bez wydmuchiwania i bez użycia pompy.

Zasada tego przyrządu, który stosujemy często, zwłaszcza do oznaczania gęstości gazów ziemnych, polega na tej eksperymentalnej obserwacji, że należyce oczyszczona i osuszona rtęć wypływa z naczynia również starannie



Ryc. 1.

oczyszczonego w sposób analitycznie ilościowy. Można zatem przez jednokrotne wessanie próbki badanego gazu przy pomocy czystej rtęci (Ryc. 1.) ilościowo wypełnić nim piknometr. Sedno konstrukcji przyrządu leży jednak w tem, aby nie używać do zamknięcia kurków, które w swoich zaułkach, a zwłaszcza na ich smarze uszczelniającym, zawsze pozostawiają mniejsze lub większe kuleczki rtęci, tudzież zanieczyszczają naczynie tłuszczem, natomiast zamknąć gaz bez użycia jakiegokolwiek smaru i kurka prostymi zatyczkami uciskającymi (patrz niżej).

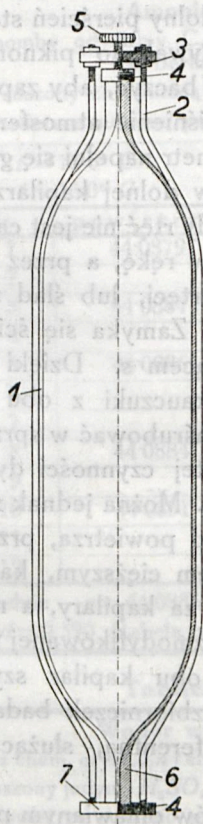
Konstrukcję i działanie przyrządu zrozumieć można najlepiej z rycin samego naczynia piknometrycznego (Ryc. 2. i 3.), jakoteż z rysunku przeglądowego (Ryc. 1.). Ryc. 2. przedstawia pierwotną formę piknometru, Ryc. 3. późniejszą ulepszoną.

Piknometr (Ryc. 2.) kształtu cylindrycznego 1, o pojemności 100 cm^3 , zakończony jest z obu stron kawałkami kapilar 6 o 1 mm średnicy w świetle, o płasko oszlifowanych brzegach. Zamknięcia gazu po napełnieniu piknometru dokonuje się przy pomocy sprężęła z drutu metalowego 2, utrzymującego dwa krążki uszczelniające 4 z płytki kauczukowej, wścielone w metalowe części 7. Nacisk, potrzebny do uszczelnienia, uzyskuje się przy pomocy śrubki 5.

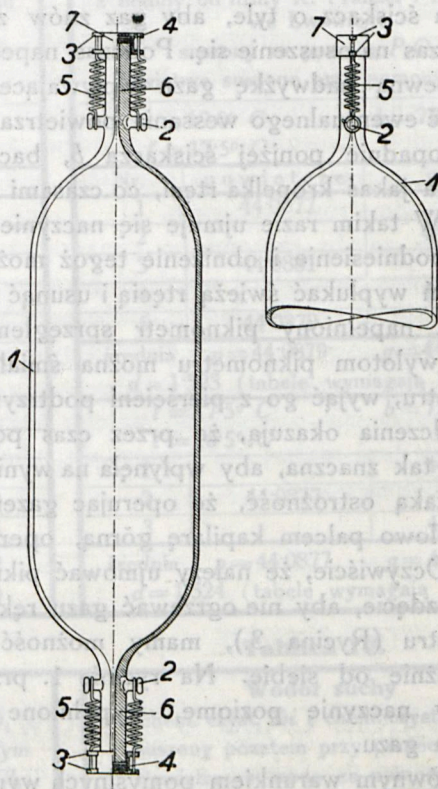
Doświadczenie okazało, że dyfuzya gazu przez obie kapilary w ciągu paru sekund, potrzebnego do ujęcia otwartego piknometru po jego napeł-

nieniu w sprzęgło nie powoduje różnic, wpływających na wyniki technicznego oznaczenia gęstości.

Chcąc jednak i ową przyczynę ewentualnych błędów wyeliminować, zmodyfikowaliśmy piknometr o tyle, że zatyczki uciskowe rozdzieliliśmy (Ryc. 3), co umożliwi szybsze, osobne, a tem samem sprawniejsze zamykanie kapilar. Sprzęgła wcale tutaj nie ma, a ucisk uzyskuje się sprężynami 5,



Ryc. 2.



Ryc. 3.

zaczepionemi o wyrostki szklane 2. Uszczelnienia kauczukowe 4 znajdują się w czepkach metalowych 7, złączonych ze sprężynami przy pomocy uszek z otworkami 3.

Następstwo czynności przy pomiarze jest następujące: Przez podniesienie naczynia poziomego z rtęcią n (Ryc. 1.) i zawieszenie go na widelkach r , napełnia się piknometr p z wolną rtęcią, przyczem szybkość napływu tak się reguluje ściskaczem śrubowym b , aby nie tworzyły się bańki na ścianach wewnętrznych piknometru, ale rtęć ilościowo wypchnęła zeń powietrze. Widelki

służące do podtrzymania naczynia z rtęcią n powinny być umieszczone na takiej wysokości statywu, aby rtęć całkowicie napełniła górną kapilarę piknometru. Pod koniec napływu należy ucisnąć ściskacz tak, aby rtęć całkiem z wolna napełniała kapilarę, w przeciwnym bowiem razie wybiegną krople rtęci na podstawie swej bezwładności. Teraz łączy się górną kapilarę ze źródłem gazu przy pomocy kapilary k — włączając ewentualnie wedle potrzeby małe rurki osuszające z CaCl_2 , P_2O_5 , NaOH itp., zależnie od natury gazu — zamyka się ściskacz b , obniża naczynie poziome n na dolny pierścień statywu i zluźnia ściskacz o tyle, aby gaz znów z wolna napływał do piknometru, mając czas na osuszenie się. Podczas napełniania należy baczyć, aby zapewnić sobie pewną nadwyżkę gazu wpływającego ponad ciśnienie atmosferyczne i uniknąć ewentualnego wessania powietrza. Gdy piknometr napełni się gazem, a rtęć opadnie poniżej ściskacza b , baczy się, czy w dolnej kapilarze nie pozostała jakaś kropelka rtęci, co czasami zdarza się, gdy rtęć nie jest całkiem czysta. W takim razie ujmuje się naczynie poziome n w rękę, a przez parokrotne podniesienie i obniżenie tegoż można kropelkę rtęci, lub ślad zanieczyszczeń wypłukać świeżą rtęcią i usunąć z piknometru. Zamyka się ściskacz i ujmuje napełniony piknometr sprzęgłem uszczelniającem s . Dzięki kapilarnym wylotom piknometru można śmiało odłączyć kauczuki z obu stron piknometru, wyjąć go z pierścieni podtrzymujących i zaśrubować w sprzęgło. Doświadczenia okazują, że przez czas potrzebny do tej czynności dyfuzja nie jest tak znaczna, aby wpłynęła na wyniki oznaczenia. Można jednak zastosować taką ostrożność, że operując gazem lżejszym od powietrza, przytyka się chwilowo palcem kapilarę górną, operując zaś gazem cięższym, kapilarę dolną. Oczywiście, że należy ujmować piknometr tylko za kapilary, a nie za samo rozděcie, aby nie ogrzewać gazu ręką. Używając zmodyfikowanej formy piknometru (Rycina 3.), mamy możność zamykania obu kapilar szybciej i niezależnie od siebie. Na rycinie 1. przedstawia a zbiorniczek badanego gazu, g naczynie poziome, wypełnione cieczą indyferentną, służącą do wyparcia gazu.

Głównym warunkiem pomyślnych wyników pomiarów omawianym piknometrem jest należycie oczyszczona rtęć. Rtęć oczyszczoną zwykłymi metodami chemicznymi, jak kwasem azotowym, chromowym itp. należy należycie przemyć, osuszyć kilkakrotnie, sącząc ją przez bibułę perforowaną, a na koniec precyzyjnie przycisnąć przez irchę, umocowaną na końcu długiego lejka. Najlepiej używa się rtęci przedestyłowanej. Oczyszczanie rtęci od czasu do czasu przez irchę jest nieodzowne.

Użyteczność metody i jej granice dokładności uwidoczniają najlepiej wykonane pomiary, które podajemy poniżej:

Ciężary piknometru ze sprzęgłem, odważone po kolejnym wypełnianiu powietrzem, przy powolnem wypływie rtęci, zestawiają się w następujący szereg cyfr: 44, 1186, 44, 1180, 44, 1182, 44, 1181 gr.

Ponieważ objętość piknometru wynosiła $V_{18^{\circ}C} = 102,46 \text{ cm}^3$, przeto wahania dochodzące do 0,0006 gr odpowiadają 0,5% ciężaru zawartego powietrza, taka też jest wielkość możliwego błędu.

Jakie metoda nasza w zastosowaniu do pospolitszych gazów daje wyniki, wyczytać można z poniżej zamieszczonych tabel I.—IV.

Tablica I.

Amoniak z bomby od firmy C. A. F. Kahlbaum w Berlinie suszony za pomocą stałego KOH. Powietrze suszono przy pomocy P_2O_5		
$t = 13^{\circ}0' C$ $b = 729,3$		
$t' = 15^{\circ}0' C$		
Nr.	powietrze	g a z
1	44·0879	
2		44·0391
3	44·0884	
4		44·0392
5	44·0886	
6		44·0392
7		44·0395
8	44·0884	
9		44·0393
10	44·0891	
11		44·0390
12		44·0394
średnia $p = 44·0885$ $g = 44·0392$ $d = 0·590$ (tabele wymagają 0·590)		

Tablica II.

Bezwodnik węglowy z bomby od firmy K. Franzel i Synowie we Lwowie suszony za pomocą P_2O_5 Powietrze suszono przy pomocy P_2O_5		
$t = 19^{\circ}0' C$ $b = 723,4$		
$t' = 17^{\circ}5' C$		
Nr.	powietrze	g a z
1	44·0877	
2		44·1491
3	44·0881	
4		44·1489
5	44·0879	
średnia $p = 44·0879$ $g = 44·1490$ $d = 1·523$ (tabele wymagają 1·520)		
$t = 17^{\circ}5' C$ $b = 725,4$		
$t' = 16^{\circ}5' C$		
1		44·1496
2	44·0877	
3		44·1496
średnia $p = 44·0877$ $g = 44·1496$ $d = 1·524$ (tabele wymagają 1·520)		

Tablica III.

Wodór wilgotny z chem. czyst. Zn i chem. czyst. H_2SO_4 suszony jedynie H_2SO_4 , stęż. i KOH stałym Powietrze suszono przy pomocy $CaCl_2$		
$t = 16^{\circ}5' C$ $b = 724,0$		
$t' = 16^{\circ}5' C$		
Nr.	powietrze	g a z
1		43·9777
2	44·0865	
3		43·9775
4	44·0866	
5		43·9776
6	44·0871	
7		43·9777
8		43·9775
średnia $p = 44·0867$ $g = 43·9776$ $d = 0·083$		

Tablica IV.

Wodór suchy z chem. czyst. Zn i chem. czyst. H_2SO_4 suszony pozatem przy pomocy P_2O_5 Powietrze suszono za pomocą P_2O_5		
$t = 20^{\circ}0' C$ $b = 739,0$		
$t' = 18^{\circ}0' C$		
Nr.	powietrze	g a z
1	44·0875	
2		43·9753
3	44·0871	
4		43·9754
średnia $p = 44·0873$ $g = 43·9753$ $d = 0·067$ (tabele wymagają 0·069)		

Do przeliczania wyników pomiarów użyto skróconego wzoru:

$$d = \left(\frac{g-p}{V \cdot s} + 1 \right) \cdot \frac{1 + 0.00367 t}{1 + 0.00367 t'}$$

gdzie oznaczono przez:

g — ciężar piknomtru + gaz,

p — ciężar piknomtru + powietrze,

V — objętość piknomtru,

t — temperaturę przy napełnianiu,

t' — temperaturę przy ważeniu,

s — ciężar właściwy powietrza w t i b ,

d — gęstość względna gazu (powietrze = 1).

Ciśnienie barometryczne b w poszczególnych seryach pomiarów było stałe.

Różnicę spowodowaną „wypędem archimedesowym“ kompensuje się, tarując piknometr naczyniem szklanem podobnej objętości, jak to bywa przy użyciu piknometrów gazowych.

O ile zależy czasami na oznaczaniu gęstości wyjątkowo małych ilości gazów, można zmniejszyć objętość piknomtru do 30 cm^3 , przy czym jednak zmniejsza się w tym stosunku dokładność pomiaru.

Metoda opisana nadaje się wymiennie do oznaczania różnicy gęstości gazu ziemnego przed i po odgazolinowaniu laboratoryjnym¹⁾ małej jego objętości w mieszaninie oziębiającej stałego bezwodnika węglowego i eteru. Wówczas przepędzać można gaz wprost do piknomtru, używając go jako gazometru odbiorczego.

INŻ. WŁADYSŁAW SZAYNOK.

UJĘCIE GAZU Z SZYBÓW W POMPOWANIU.

(Die Fassung des Erdgases aus Schächten im Pumpen. — The capture of natural gas from oil-wells in pumping.)

Gaz zawierający prawie czysty metan o ciężarze gatunkowym około 0·55 (powietrze = 1), występuje zazwyczaj w szybach nie produkujących ropy. W szybach produkujących ropę ciężar gazu jest wyższy. Wynosi on w Borysławiu, w szybach produkujących ropę wybuchową, około 0·70. W szybach w tłokowaniu oraz w tych, gdzie produkcyja ropy ustała, wynosi 0·80—0·90. Wydobywa się on zazwyczaj ze szybu pod własnym ciśnieniem. Stosowanie w tych szybach ekshaustorów ma na celu zwiększenie produkcyi gazowej

¹⁾ K. Kling, O ilościowem oznaczaniu gazoliny w gazach ziemnych. „Metan“ 1917, str. 3.