

## АНОТАЦІЯ

Присяжнюк Л.О. Вдосконалення методів та засобів вимірювання енергетичних характеристик природного газу – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 152 – Метрологія та інформаційно-вимірвальна техніка. Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Міністерство освіти і науки України, Івано-Франківськ, 2021.

Дисертація присвячена вирішенню актуального науково-прикладного завдання у галузі вимірювання і контролю якісних характеристик природного газу – удосконалення методів і технічних засобів для вимірювання теплоти згоряння та числа Воббе природного газу із застосуванням розробленого приладу – аналізатора енергетичних характеристик газу.

**Об’єкт дослідження:** процес вимірювання вищої теплоти згоряння та числа Воббе природного газу.

**Предмет дослідження:** методи та засоби вимірювання вищої теплоти згоряння та числа Воббе природного газу.

В роботі виконаний аналіз сучасного стану наукового, нормативного і технічного забезпечення вимірювання енергетичних характеристик природного газу. Проаналізовано фактори, які впливають на кількісну оцінку енергетичних характеристик природного газу. Розглянуто прямі і опосередковані методи визначення енергетичних характеристик природного газу і технічні засоби для реалізації цих методів в лабораторних, промислових та польових умовах. Оцінено сучасну вітчизняну і закордонну нормативну базу щодо визначення енергетичних характеристик природного газу.

За результатами аналізу визначено показники кращих зразків техніки щодо вимірюваних параметрів, точності та експлуатаційних характеристик, встановлено шляхи можливого розвитку засобів вимірювання енергетичних характеристик природного газу, від високоточних калориметрів до засобів

експрес-контролю теплоти згоряння природного газу за місцем його споживання.

Показано, що внаслідок особливостей газотранспортної системи України теплота згоряння (енергетична цінність газу) може суттєво відрізнятися навіть в межах одного району області. Враховуючи нові вимоги щодо вказування кількості спожитого газу в одиницях енергії, продемонстровано важливість експрес-контролю його енергетичних характеристик за місцем його споживання з використанням портативного обладнання для споживачів газу. Проаналізовано методи, які забезпечують вимірювання теплоти згоряння з максимальною точністю та визначено шляхи досягнення таких характеристик. Проаналізовано методи та засоби, які використовуються для контролю енергетичних характеристик в роботі газопостачальних організацій України та визначено шляхи створення портативних приладів для експрес-контролю характеристик газу з високими метрологічними характеристиками.

На основі проведеного аналізу обґрунтовано шляхи вдосконалення методів і створення нових засобів для вимірювання теплоти згоряння природного газу та числа Воббе. Сформульовано проблеми, які потребують вирішення, і визначено напрямки дисертаційних досліджень.

Розроблено теоретичну основу створення газового калориметра. Проаналізовано кінетику реакцій горіння вуглеводнів. Досліджено методи та засоби контролю якісних показників продуктів згоряння. Проведено теоретичне обґрунтування параметрів та режиму роботи газового калориметра.

Виконано аналіз методів відтворення калориметричних одиниць вимірювання за кордоном. Обґрунтовано необхідність визначення числа Воббе та проаналізовано існуючі засоби визначення густини газу. Розроблено концепцію створення лабораторного газового густиноміра та калібратора об'ємної витрати газу. Проаналізовано типові значення числа Воббе в різних країнах та методи його прямого та опосередкованого обчислення.

Проведено теоретичні дослідження процесу вимірювання теплоти згоряння природного газу в ізоперіболічному калориметрі. Досліджено фактори, які найбільше впливають на точність вимірювання, та визначено їх числове значення для прототипу приладу. Найбільш впливовим визначеним фактором є діапазон зміни температури в калориметричній ємності. Визначено обмеження, які не дозволяють збільшувати верхню температуру в ємності вище 30°C. Запропоновано дві структурні схеми інформаційно-вимірювальних систем визначення числа Воббе.

Отримано математичну модель залежності похибки визначення теплотворної здатності від діапазону зміни температури калориметричної ємності ізоперіболічного калориметра з активним керуванням теплообміном калориметричної ємності. Запропоновано метод підвищення точності калориметра шляхом збільшення діапазону зміни температури через введення в конструкцію засобів переохолодження калориметричної рідини до значення, нижчого від температури навколишнього середовища.

Сформульовано недоліки, які перешкоджають використанню ізоперіболічних калориметрів як приладів найвищої точності для експрес-контролю енергетичних характеристик газу. Найбільшою перешкодою для створення портативних ізоперіболічних калориметрів є значна теплова інерційність, внаслідок якої наступне вимірювання можна проводити лише через 20-24 години від попереднього. Запропоновано та проаналізовано два методи усунення цього недоліку. Для скорочення часу між послідовними вимірюваннями запропоновано ввести в конструкцію засоби керування теплопровідністю між калориметричною ємністю та термостатованою оболонкою, які забезпечують низьку теплопровідність в процесі вимірювання та високу теплопровідність під час підготовки. Перший метод передбачає зміну положення калориметричної ємності, при якому в положенні підготовки до наступного вимірювання калориметрична рідина омиває вмонтований елемент Пельтьє, що забезпечує її охолодження. Другий метод передбачає пропускання через калориметричну ємність трубки, яка в процесі

вимірювання заповнена повітрям, а під час підготовки пропускає струмінь охолоджуючої рідини від інтегрованого термостата на елементах Пельтьє. Модифікований прилад названо калориметром з активним керуванням теплообміном. Визначено переваги і недоліки кожного з запропонованих методів та обрано більш технологічний метод удосконалення ізоперіболічного калориметра.

Розроблено конструктив калориметра прямого згоряння, який забезпечує можливість створення технологічних у виготовленні приладів.

Розроблено та виготовлено мікропроцесорний блок керування термостатом на елементах Пельтьє та сам модуль елементів Пельтьє і випробувано їх у складі прототипу калориметра.

Проаналізовано хімічний склад та шляхи контролю продуктів згоряння і запропонована система регулювання стехіометричного складу паливо-повітряної суміші з давачем залишкового кисню на основі  $ZrO_2$  та давачем вмісту CO. Додатковий давач вмісту CO дозволяє контролювати повноту згоряння і отримувати цінні дані щодо рівня токсичності продуктів згоряння в оптимальному режимі горіння, який встановлюється за показами давача залишкового кисню. Висока токсичність продуктів згоряння виникає при суттєвому вмісті важких вуглеводнів та сірковмісних сполук.

Проаналізовано фізичні ефекти, які безпосередньо корелюють з густиною газу та запропоновано проводити вимірювання густини з застосуванням явища резонансу газового середовища в замкненому об'ємі. Практичною реалізацією цього явища є застосування резонатора Гельмгольца, принцип якого полягає у виникненні резонансних коливань газу з частотою, яка залежить від геометричних параметрів заповненої газом ємності, та його густини. Розроблено скануючий метод визначення резонансної частоти з використанням генератора синусоїдального сигналу стабільної амплітуди і керованої частоти (свіп-генератора). Знайдено залежність числа Воббе від резонансної частоти резонатора Гельмгольца, заповненого газом, та теплоти згоряння газу. Виконано оцінку точності

методу визначення густини газу та числа Воббе з використанням резонатора Гельмгольца та застосовності його до вимірювання густини природного газу, склад якого визначається Кодексом газотранспортної системи. Знайдено залежності показника адіабати природного газу від вмісту окремих його компонентів як основного джерела методичної похибки.

Проаналізовано шляхи підвищення точності вимірювання температури калориметричної рідини, як основного інформаційного параметра калориметра. Розроблений метод прямого перетворення сигналу напруги з виходу нормуючого підсилювача в температуру з використанням знайденої залежності температури від напруги для запропонованої схеми. Залежність знайдена шляхом розв'язку показникового рівняння функції опору термістора від температури з використанням рівняння напруги на термісторі та передаточного коефіцієнта інструментального підсилювача. Це дозволило отримувати точні результати без розділення нелінійної залежності на інтервали та інтерполяції значень в їх межах.

Враховуючи невелику кількість газу, яка витрачається на цикл вимірювання, для підвищення точності вимірювання об'єму газу запропоновано використовувати врахування частин імпульсу.

Виконано метрологічний аналіз розробленого аналізатора та густиноміра.

Сформульовано алгоритм роботи інформаційно-вимірювальної системи. Розроблено та виготовлено інформаційно-вимірювальну систему визначення енергетичних характеристик газу на основі мікроконтролера Atmel, обладнану текстовим дисплеєм для відображення результатів вимірювання. Система забезпечує повне керування приладом за допомогою внутрішнього програмного забезпечення.

Всі окремо розроблені елементи інтегровано в комплексний прилад – аналізатор енергетичних характеристик газу.

Розроблено комплект технічних засобів для відбору та зберігання проб газу, який складається з циліндра-дозатора з пневматичним приводом, блока

керування з автономним живленням та балонів середнього тиску з наскрізним продуванням. Виготовлено прототип пробовідбірника на основі такого балона. Розроблено алгоритм проведення відбору проби газу з використанням запропонованого комплекту технічних засобів та алгоритм регулювання числа Воббе.

**Ключові слова:** природний газ, теплота згоряння, якість природного газу, енергія, якісні показники, засоби вимірювальної техніки, енергетична цінність газу, вимірювання витрати газу, моделювання потоків в трубопроводі, теплотворна здатність, контроль якості, насосний агрегат, дискретність вимірювань, рівень якості газу, метрологічна модель, стандартна невизначеність, характеристики природного газу, похибка визначення теплоти згоряння.

## ABSTRACT

Prysyazhnyuk L.O. Improvement of methods and means of energy characteristics of natural gas measuring. - Qualification Scientific Paper with the Manuscript Copyright. .

Thesis for the PhD Degree in Specialty 152 – Metrology and Information-Measuring Technology. Ivano-Frankivsk National Technical University of Oil and Gas, Ministry of Education and Science of Ukraine, Ivano-Frankivsk, 2021.

The thesis is devoted to solving of the actual scientific and applied task in the branch of natural gas measurement and qualitative characteristics testing - improvement of methods and technical means for calorific value and Wobbe number of natural gas measurement.

**Object of research:** the process of measuring the higher heat of combustion and the Wobbe number of natural gas.

**Subject of research:** methods and means of measuring higher heat of combustion and Wobbe number of natural gas.

The analysis of the current state of scientific, normative and technical support for measuring the energy characteristics of natural gas is performed in the work. Factors influencing the quantitative assessment of energy characteristics of natural gas are analyzed. Direct and indirect methods for determining the energy characteristics of natural gas and technical means for the implementation of these methods in laboratory, industrial and field conditions are considered. The modern domestic and foreign regulatory framework for determining the energy performance of natural gas is assessed. According to the results of the analysis, the indicators of the best samples of equipment in terms of measured parameters, accuracy and performance characteristics, ways of possible development of means of measuring energy performance of natural gas, from high-precision calorimeters to means of express control of natural gas combustion at the place of consumption. It is shown that due to the peculiarities of the gas transportation system of Ukraine, the heat of combustion (energy value) of natural gas can differ significantly even within one district of the region. Given the new requirements for indicating the

amount of gas consumed in units of energy, the importance of rapid control of its energy characteristics at the place of its consumption using portable equipment for gas consumers has been demonstrated. Methods that provide measurement of heat of combustion with maximum accuracy are analyzed and ways to achieve such characteristics are identified. The methods and means used for control of energy characteristics in the work of gas supply organizations of Ukraine are analyzed and the ways of creation of portable devices for express control of gas characteristics with high metrological characteristics are determined. On the basis of the conducted analysis the ways of improvement of methods and creation of new means for measurement of heat of combustion of natural gas are substantiated. The problems that need to be solved are formulated and the directions of dissertation research are determined. The theoretical basis of gas calorimeter creation is developed. The kinetics of hydrocarbon combustion reactions are analyzed. Methods and means of quality control of combustion products are investigated. Theoretical substantiation of parameters and mode of operation of gas calorimeter is carried out. The analysis of methods of reproduction of calorimetric units of measurement abroad is carried out. The necessity of determining the Wobbe number is substantiated and the existing means of determining the gas density are analyzed. The concept of creating a laboratory gas densitometer and a calibrator of volumetric gas flow has been developed. Typical values of the Wobbe number in different countries and methods of its direct and indirect calculation are analyzed. Theoretical studies of the process of measuring the heat of combustion of natural gas in an isoperibolic calorimeter have been carried out. The factors that most affect the accuracy of measurement are investigated, and their numerical value for the prototype of the device is determined. The most influential determinant is the range of temperature changes in the calorimetric tank. Restrictions are determined that do not allow to increase the upper temperature in the tank above 30 ° C. Two structural schemes of information-measuring systems for determining the Wobbe number are proposed. A mathematical model of the dependence of the error of determining the calorific value on the range of temperature change of the



calorimetric capacity of an isoperibolic calorimeter with active control of heat exchange of the calorimetric tank is obtained. A method of increasing the accuracy of the calorimeter by increasing the range of temperature change due to the introduction into the design of means for supercooling the calorimetric liquid to a value lower than the ambient temperature.

Disadvantages have been formulated that prevent the use of isoperibolic calorimeters as devices of the highest accuracy for rapid control of the energy characteristics of the gas. The biggest obstacle to the creation of portable isoperibolic calorimeters is the significant thermal inertia, as a result of which the next measurement can be performed only tens of hours from the previous one. Two methods of eliminating this shortcoming have been proposed and analyzed. To reduce the time between successive measurements, it is proposed to introduce into the design means for controlling the thermal conductivity between the calorimetric tank and the thermostated shell, which provide low thermal conductivity during the measurement and high thermal conductivity during preparation. The first method involves changing the position of the calorimetric tank, in which the position of preparation for the next measurement, the calorimetric liquid washes the built-in Peltier element, which provides its cooling. The second method involves passing through a calorimetric tank, which in the measurement process is filled with air, and during preparation passes a stream of coolant from the integrated thermostat on the Peltier elements. The modified device is called a calorimeter with active control of heat transfer. The advantages and disadvantages of each of the proposed methods are determined and a more technological method of improving the isoperibolic calorimeter is chosen. The design of a direct combustion calorimeter has been developed, which provides the possibility of creating technological devices in the manufacture. A microprocessor thermostat control unit on Peltier elements and a module of Peltier elements were developed and tested and tested as part of a calorimeter prototype. The chemical composition and ways of control of combustion products are analyzed and the system of regulation of the stoichiometric composition of the fuel-air mixture with the residual oxygen sensor

based on  $ZrO_2$  and the CO content sensor is proposed. The additional CO content sensor allows to control the completeness of combustion and to obtain valuable data on the level of toxicity of combustion products in the optimal combustion mode, which is set according to the readings of the residual oxygen sensor. High toxicity of combustion products occurs with a significant content of heavy hydrocarbons and sulfur-containing compounds. The physical effects that directly correlate with the density of the gas are analyzed and it is proposed to measure the density using the phenomenon of resonance of the gaseous medium in a closed volume. A practical implementation of this phenomenon is the use of the Helmholtz resonator, the principle of which is the occurrence of resonant oscillations of the gas with a frequency that depends on the geometric parameters of the gas-filled container and its density. A scanning method for determining the resonant frequency using a sinusoidal signal generator of stable amplitude and controlled frequency (sweep generator) has been developed. The dependence of the Wobbe number on the resonant frequency of the Helmholtz resonator filled with gas and the heat of combustion of the gas was found. The accuracy of the method of determining the density of gas and Wobbe number using the Helmholtz resonator and its applicability to the measurement of the density of natural gas, the composition of which is determined by the Code of the gas transmission system. The dependences of the natural gas adiabatic index on the content of its individual components as the main source of methodological error are found. A prototype of a resonant gas density meter is made. Ways to increase the accuracy of measuring the temperature of the calorimetric liquid as the main information parameter of the calorimeter are analyzed. A method for direct conversion of a voltage signal from the output of a normalizing amplifier into a temperature using the found dependence of temperature on voltage for the proposed circuit is developed. The dependence is found by solving the exponential equation of the thermistor resistance function from the temperature using the equation of the voltage on the thermistor and the transfer coefficient of the instrument amplifier. This allowed to obtain accurate results without dividing the nonlinear dependence into intervals

and interpolating the values within them. Due to the small amount of gas consumed per measurement cycle, it is proposed to use pulse fraction to increase the accuracy of gas volume measurement. Metrological analysis of the developed analyzer and densitometer was performed.

The algorithm of operation of the information-measuring system is formulated. An information and measurement system for determining the energy characteristics of gas based on the Atmel microcontroller, equipped with a text display to display the measurement results, has been developed and manufactured. The system provides complete control of the device by means of the internal software.

All separately developed elements are integrated into a complex device - an analyzer of energy characteristics of gas.

A set of technical means for gas sampling and storage has been developed, which consists of a pneumatically driven dosing cylinder, a control unit with autonomous power supply and medium-pressure cylinders with through purge. A prototype of a sampler based on such a cylinder was made. A method of gas sampling using the proposed set of technical means and a method of measuring the Wobbe number have been developed.

**Keywords:** natural gas, heat of combustion, natural gas quality, energy, quality indicators, measuring equipment, energy value of gas, gas flow measurement, modeling of flows in the pipeline, calorific value, quality control, pump unit, discreteness of measurements, gas quality level, metrological model, standard uncertainty, characteristics of natural gas, error of determining the heat of combustion.