



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105973337 B

(45)授权公告日 2018.11.16

(21)申请号 201610393119.9

G01N 30/06(2006.01)

(22)申请日 2016.06.06

G01N 30/16(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

G01N 1/22(2006.01)

申请公布号 CN 105973337 A

(56)对比文件

(43)申请公布日 2016.09.28

CN 203929719 U, 2014.11.05,

(73)专利权人 中国石油天然气股份有限公司

CN 102607990 A, 2012.07.25,

地址 100007 北京市东城区东直门北大街9号

CN 203299080 U, 2013.11.20,

CN 205138931 U, 2016.04.06,

CN 102735304 A, 2012.10.17,

US 8531671 B1, 2013.09.10,

(72)发明人 陈瑞银 张水昌 王汇彤 胡国艺

张斌 苏劲 费轩冬 余小庆

审查员 孙世新

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127

代理人 姚亮 沈金辉

(51)Int. Cl.

G01F 22/00(2006.01)

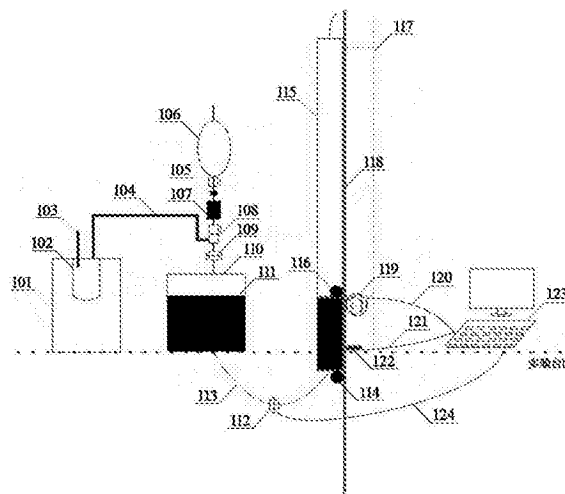
权利要求书3页 说明书10页 附图4页

(54)发明名称

一种气体产物计量与干燥取样的实验装置及实验方法

(57)摘要

本发明提供了一种气体产物计量与干燥取样的实验装置及实验方法。该气体产物计量与干燥取样的实验装置包括气液分离单元、液面追踪平衡计量单元、干燥单元和取样单元。本发明提供的实验装置可以自动且精确地对不同量的实验气体产物进行计量,特别是经过低温气液分离的气体产物,可以消除C₄以上的易挥发轻烃对气体产物定量的影响;与干燥器联用,提高了所取气样的色谱分析质量;取样器可以满足不同气体产物的收集需要,还能长期放置和方便运输,也方便后续的色谱仪进样分析,计量精度达5mL以内。从而为实验室气体产物计量、干燥和取样提供了整套解决方案。



1. 一种气体产物计量与干燥取样的实验装置,其特征在于:该实验装置包括气液分离单元、液面追踪平衡计量单元、干燥单元和取样单元;

所述气液分离单元包括气液分离罐和半导体冷阱;

所述气液分离罐设置在所述半导体冷阱内部;

所述液面追踪平衡计量单元包括第一容器、第二容器、第一位移传感器、第二位移传感器、位移传感器信号接收端、升降器、滑轨、升降器支架、气动阀和计算机;

所述第一容器的底部与所述第二容器的底部相连通;所述第一容器的底部与所述第二容器的底部相连通的管路上设置有所述气动阀;所述气动阀与所述计算机相电连接;

所述第一位移传感器设置于所述第二容器的底端,所述第二位移传感器以浮球方式设置于所述第二容器内,刻度对应使用时的所述第二容器内液面的顶端;

所述滑轨竖直固定在所述升降器支架上,所述第二容器设置在所述滑轨上并相对于所述滑轨上下移动,所述升降器设置在所述滑轨上,所述第二容器在所述升降器的带动下沿所述滑轨上下移动;所述升降器与所述计算机相电连接;

所述位移传感器信号接收端分别与所述第一位移传感器、所述第二位移传感器相电连接,所述位移传感器信号接收端与所述第一容器的底部在同一水平面上,所述位移传感器信号接收端与所述计算机相电连接;

所述干燥单元为干燥器;所述取样单元为取样器;

所述干燥器与所述取样器相连通;所述气液分离罐与所述第一容器相连通;所述第一容器与所述干燥器相连通。

2. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述气动阀为常闭气动阀。

3. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述第一容器与所述干燥器之间的管路上还设置有通气阀和多通阀,所述多通阀与所述气液分离罐相连通,所述多通阀与所述干燥器相连通,所述多通阀与所述通气阀相连通;所述通气阀与所述第一容器相连通。

4. 根据权利要求3所述的实验装置,其特征在于:所述多通阀为三通阀。

5. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述干燥器与所述取样器之间的管路上还设置有色谱仪进样端口;所述色谱仪进样端口与所述干燥器相连通;所述色谱仪进样端口与所述取样器相连通。

6. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述气液分离罐包括罐体、盖体、把手、固定栓、流体导入管线和气体导出管线;

所述盖体侧面设置有至少1道密封胶环;所述把手与所述盖体固定连接;所述把手上设置有固定孔,所述罐体上设置有与所述把手上的固定孔相对应的固定孔,所述罐体的固定孔和所述把手上的固定孔通过所述固定栓相固定;

所述盖体上设置有所述流体导入管线,所述流体导入管线贯穿所述盖体并与所述盖体活动连接,所述流体导入管线相对于所述盖体上下移动;

所述流体导入管线的下端设置有凸起或所述流体导入管线的下端直径大于下端以上的流体导入管线直径;

所述盖体上设置有所述气体导出管线,所述气体导出管线贯穿所述盖体,所述气体导出管线与所述盖体密封固定连接。

7. 根据权利要求6所述的实验装置,其特征在于:所述流体导入管线通过聚四氟乙烯环

与所述盖体密封连接;所述流体导入管线通过螺帽与所述盖体固定连接。

8. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述干燥器包括干燥桶、上盖、烧结板、过滤纸和干燥剂;所述干燥剂设置于所述干燥桶内部,所述过滤纸覆盖于所述干燥剂上端,所述过滤纸上端设置有所述烧结板,所述烧结板与所述干燥桶的内壁密封连接,所述上盖的侧壁与所述干燥桶的内壁螺纹连接;所述干燥桶下端设置有进气管;所述上盖设置有出气管;所述进气管与所述第一容器和所述气液分离罐分别相连通;所述出气管与所述取样单元相连通。

9. 根据权利要求8所述的实验装置,其特征在于:

所述上盖与所述干燥桶上边缘连接端处还设置有密封胶环;

所述干燥剂为无水硫酸钙和/或氧化钙颗粒,所述干燥剂平均粒径小于60目;

所述烧结板为粉末冶金烧结板;

所述过滤纸为HEPA过滤纸。

10. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述取样器包括取样桶和内胆;所述内胆固定在所述取样桶内部的顶端,所述内胆的出口与所述取样桶的出口相配套;所述取样桶底端设置有进气管;所述取样桶的出口处设置有出气管;所述进气管与所述干燥单元相连通,所述出气管与所述内胆相连通。

11. 根据权利要求10所述的实验装置,其特征在于:

所述取样器上端和下端分别设置有开关阀,其中,上端的开关阀与所述出气管相连通,下端的开关阀与所述进气管相连通。

12. 根据权利要求11所述的实验装置,其特征在于:所述取样桶为椭圆球状;所述内胆为圆球状。

13. 根据权利要求1所述的实验装置,其特征在于:所述第一容器和所述第二容器内充有氯化钠饱和溶液。

14. 一种气体产物计量与干燥取样的方法,其采用权利要求1-13任意一项所述的实验装置进行,包括如下步骤:

步骤一,将所述第一容器和所述第二容器装入氯化钠饱和溶液,并进行抽真空;通过计算机控制,打开气动阀,所述第二容器向下移动,至所述第二位移传感器数值与第一容器的液面的高度 H_0 相同时,关闭气动阀,读取所述第一位移传感器的位移数值 D_0 ;

其中,所述位移传感器信号接收端数值设定为零刻度值;所述第一位移传感器和所述第二位移传感器移动至所述位移传感器信号接收端正部的数值设定为正值,移动至所述位移传感器信号接收端下部的数值设定为负值;

步骤二,进行通气计量,将实验气体产物充入所述第一容器中,通过计算机控制,打开气动阀,所述第二容器向下移动,通过以下计算方法计算出气体产物的量:

$$H = H_0 - \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{公式 1}$$

$$h - H = h - H_0 + \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{公式 2}$$

其中, h 为第二位移传感器测得的第二容器内的液面位移量, D 为第一位移传感器测得的第二容器内的液体底面位移量, R 为第一容器的内半径, r 为第二容器的内半径, H 为第一

容器液面高度；

$h-H$ 为第二容器内的液面高度与第一容器内的液面高度的差值；

第二容器按照 $\frac{K\tau}{t}$ 厘米/毫秒的速度移动,其中 K 为速度系数,无量纲,取值范围为 $0-1$; t

为计算机采集一次 h 和 D 数据所需的时间,单位为毫秒; τ 为 t 毫秒内升降器所能升降的最大分辨距离,单位为 cm ;

当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时,第二容器停止运动,取这次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值为第一容器内所充气体的体积计量值;

当 $h-H > \tau$ 时,第二容器继续下移,直至 $0 \leq h-H \leq \tau$,第二容器停止移动,再次取最近次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值,再次记录第一容器内所充气体的体积计量值,如此反复;

其中,当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时达到平衡稳定状态,记录输出的所述第一容器内气体体积计量值即为气体产物量;

步骤三,通过计算机控制,打开气动阀,所述第二容器向上移动进行回位,通过所述干燥器和所述取样器进行实验气体的干燥与收集。

一种气体产物计量与干燥取样的实验装置及实验方法

技术领域

[0001] 本发明属于计量设备技术领域,涉及一种气体产物计量与干燥取样的实验装置及实验方法。

背景技术

[0002] 化学实验完成后,需要对气体产物的产量进行计量,也需要取样后对色谱仪进样,以获得气体组分构成。以石油地质研究的生排烃模拟实验为例,实验完成后,一般是用排水法让气体产物进入倒置的装满盐水瓶内,直接计量体积;翻口橡胶塞封堵瓶口,下端留有部分水,以保存取样;以后用色谱进样针扎入橡胶塞内取气,进行组分分析。但实际气体产物的组分复杂, C_4 - C_{13} 的烃类,其气/液相态变化温度处于自然环境温度范围内(一般 -20°C - 40°C),气体相的界定不易掌握,极大地影响了气体产物体积量的确定。排水法多为人工操作,且平内外液面平衡难以掌握,因此工作量大而操作环境差,计量精度也不高。实验多有水的参与,传统排水计量和取样方法获得的气样也是含大量水蒸气的湿气,容易造成色谱柱的伤害和分析结果偏差。为了降低产物如 CO_2 在可水中的溶解量,排水计量方法、底水密封保存取样方法的实施水环境多饱和氯化钠,结果却极易在色谱仪进样针口和进样口析出的氯化钠晶体而造成堵塞,进样不畅或进样量不稳定,极大影响了色谱组分的分析结果,也对色谱仪器造成伤害。

[0003] 现有的气体计量主要是以容积式的方法来实现计量目的的。排水法是搜集气体的一种常用方法,利用的是常温常压环境下水、气密度差和大气压力平衡原理进行集气和体积计量。优点是污染组分少,缺点是含有水雾或水滴,需要干燥剂干燥,并且取出液面时的内外液面差和环境温度,常常造成体积的误差,这也是对于混合高压气体来说,用理想大气状态方程计量不准的原因。目前有关气体计量的发明,主要创新点在于计量数字的获取上。例如:CN1920494A公开的“电子式气体计量表”(申请号200610127033.8),通过气流带动可变电阻的滑杆,实验计数计量,优点是精确度高、使用寿命长、体积小,缺点是气流必须平衡,电流才正常,且在小流量时,因摩擦力导致误差较大;CN103852125A公开的“一种容积式小流量气体计量装置”,通过2个电磁阀和计数器,实现满容积气体注入量的自动计量,优点是气量小时仍可精确计量,缺点是不能计量可溶于液体的气体,忽略了液体柱压差导致的计量误差,并且不能进行取样,也未除湿;CN104677777A公开的“岩石残余含气量测试装置及其测试方法”,包含了振动、密封碎样和气体计量3部分组件,关注了气体如何全部计量的问题,缺点是,第一,气量低时,会出现倒吸问题;第二,氦气驱赶不能彻底使空气全部排出;第三,没有关于易溶于水的 CO_2 气体计量方法的阐述;CN105203176A公开的“一种新型排液法气体量计量装置”,描述的是排液集气法中不用浸入液体的方法,优点是简单,缺点是仍然存在水蒸气混入、水柱压力不平衡造成的计量误差,以及色谱取样时水蒸气的混入;CN104596608A公开的“气体计量装置”,通过射频电容设备来测量液面变化,解决了人工计量工作量大的问题,但仍未对含的水蒸气进行干燥处理,不利于取样。CN105067386A公开的“一种回流式的气体取样器”,通过重力回流方法,气体经过亲水玻璃纤维和不锈钢纤维过

滤纤维,除去液雾,优点是可以有效除去粉尘和大流量液雾,缺点是体积大,对气量小的气体产物,无法满足色谱高精度进样(2-10mL)。

[0004] 上述现有技术中存在以下缺点:

[0005] 在计量层面,现有技术通过人工或仪器完成排水计量,操作上人工操作非常费时,精度也不高;仪器计量虽避免了人为性,但未考虑液体柱不平衡造成的压力差,这种压力差对可压缩气体而言极大影响了结果的准确性,也未考虑后续的取样,未解决湿气影响组分分析、盐水结晶堵塞色谱进样口等问题;

[0006] 在应用层面,现有技术应用于成岩、生排烃等地质热模拟实验,存在气体计量死角,计量精度不高;人工操作用时30分钟以上,取样时人体皮肤易于暴露于高浓度盐水;所取气样常与盐水一并保存,长期放置胶塞老化导致漏气,最大有效放置时间限于2周。取样含大量水蒸气,影响气体组分。

[0007] 因此,针对诸如生排烃实验所产生的复杂气体产物,如何实现自动精准计量和干燥取样,并使计量、取样、色谱进样装置匹配,是目前需要解决的问题。

发明内容

[0008] 为了解决上述技术问题,本发明的目的在于提供一种气体产物计量与干燥取样的实验装置及实验方法,该实验装置和实验方法可以实现高精度、自动化的气体计量,实现适合不同量气体产物的干燥取样。

[0009] 本发明的目的主要通过以下技术方案得以实现:

[0010] 一种气体产物计量与干燥取样的实验装置,该实验装置包括气液分离单元、液面追踪平衡计量单元、干燥单元和取样单元;

[0011] 所述气液分离单元包括气液分离罐和半导体冷阱;

[0012] 所述气液分离罐设置在所述半导体冷阱内部;

[0013] 所述液面追踪平衡计量单元包括第一容器、第二容器、第一位移传感器、第二位移传感器、位移传感器信号接收端、升降器、滑轨、升降器支架、气动阀和计算机;

[0014] 所述第一容器的底部与所述第二容器的底部相连通;所述第一容器的底部与所述第二容器的底部相连通的管路上设置有所述气动阀;所述气动阀与所述计算机相电连接;

[0015] 所述第一位移传感器设置于所述第二容器的底端,所述第二位移传感器以浮球方式设置于所述第二容器内,刻度对应使用时的所述第二容器内液面的顶端;

[0016] 所述滑轨竖直固定在所述升降器支架上,所述第二容器设置在所述滑轨上并相对于所述滑轨上下移动,所述升降器设置在所述滑轨上,所述第二容器在所述升降器的带动下沿所述滑轨上下移动;所述升降器与所述计算机相电连接;

[0017] 所述位移传感器信号接收端分别与所述第一位移传感器、所述第二位移传感器相电连接,所述位移传感器信号接收端与所述第一容器的底部在同一水平面上,所述位移传感器信号接收端与所述计算机相电连接;

[0018] 所述干燥单元为干燥器;所述取样单元为取样器;

[0019] 所述干燥器与所述取样器相连通;所述气液分离罐与所述第一容器相连通;所述第一容器与所述干燥器相连通。

[0020] 根据具体实施方案,所述第一容器的底部与所述第二容器的底部通过一胶管相连

通;所述气动阀即设置在该胶管管路上。

[0021] 上述实验装置中,所述位移传感器信号接收端与所述第一容器的底部在同一水平面上,能够便于该实验装置在气体产物计量过程中位移移动的计量。

[0022] 上述实验装置中,优选地,所述气动阀为常闭气动阀。

[0023] 上述实验装置中,优选地,所述第一容器与所述干燥器之间的管路上还设置有通气阀和多通阀,所述多通阀与所述气液分离罐相通,所述多通阀与所述干燥器相通,所述多通阀与所述通气阀相通;所述通气阀与所述第一容器相通;

[0024] 更加优选地,所述多通阀为三通阀。

[0025] 上述实验装置中,优选地,所述干燥器与所述取样器之间的管路上还设置有色谱仪进样端口;所述色谱仪进样端口与所述干燥器相通;所述色谱仪进样端口与所述取样器相通。

[0026] 上述实验装置中,优选地,所述气液分离罐包括罐体、盖体、把手、固定栓、流体导入管线和气体导出管线;

[0027] 所述盖体侧面设置有至少1道密封胶环;所述把手与所述盖体固定连接;所述把手上设置有固定孔,所述罐体上设置有与所述把手上的固定孔相对应的固定孔,所述罐体的固定孔和所述把手上的固定孔通过所述固定栓相固定;

[0028] 所述盖体上设置有所述流体导入管线,所述流体导入管线贯穿所述盖体并与所述盖体活动连接,所述流体导入管线相对于所述盖体上下移动;

[0029] 所述流体导入管线的下端设置有凸起或所述流体导入管线的下端直径大于下端以上的流体导入管线直径;

[0030] 所述盖体上设置有所述气体导出管线,所述气体导出管线贯穿所述盖体,所述气体导出管线与所述盖体密封固定连接;

[0031] 更加优选地,所述流体导入管线通过聚四氟乙烯环与所述盖体密封连接;所述流体导入管线通过螺帽与所述盖体固定连接。

[0032] 上述实验装置中,螺帽是用以固定流体导管,使其固定在盖体上;在流体往罐体注入阶段,使流体导管下端深入罐体,便于充分冷却和气液分离;在实验结束后,通过松动该螺帽,让流体导管可以上移,按压盖体至罐体液面顶部。

[0033] 上述实验装置中,优选地,所述干燥器包括干燥桶、上盖、烧结板、过滤纸和干燥剂;所述干燥剂设置于所述干燥桶内部,所述过滤纸覆盖于所述干燥剂上端,所述过滤纸上端设置有所述烧结板,所述烧结板与所述干燥桶的内壁密封连接,所述上盖的侧壁与所述干燥桶的内壁螺纹连接;所述干燥桶下端设置有进气管;所述上盖设置有出气管;所述进气管与所述第一容器和所述气液分离罐分别相通;所述出气管与所述取样单元相通。

[0034] 上述实验装置中,优选地,

[0035] 所述上盖与所述干燥桶上边缘连接端处还设置有密封胶环;

[0036] 所述干燥剂为无水硫酸钙和/或氧化钙颗粒,所述干燥剂平均粒径小于60目;

[0037] 所述烧结板为粉末冶金烧结板;

[0038] 所述过滤纸为HEPA过滤纸。

[0039] 上述实验装置中,优选地,所述取样器包括取样桶、内胆;所述内胆固定在所述取样桶内部的顶端,所述内胆的出口与所述取样桶的出口相配套;所述取样桶底端设置有进

气管,所述取样桶的出口端设置有出气管;所述进气管与所述干燥单元相连通,所述出气管与所述内胆相连通。

[0040] 上述实验装置中,优选地,

[0041] 所述取样器上端和下端分别设置有开关阀,其中,上端的开关阀与所述出气管相连通,下端的开关阀与所述进气管相连通;

[0042] 所述取样桶为椭圆球状;所述内胆为圆球状。

[0043] 上述实验装置中,优选地,所述第一容器和所述第二容器内充有氯化钠饱和溶液。

[0044] 上述实验装置中,优选地,所述位移传感器信号接收端数值设定为零刻度值;所述第一位移传感器和所述第二位移传感器移动至所述位移传感器信号接收端正部的数值设定为正值,移动至所述位移传感器信号接收端下部的数值设定为负值。

[0045] 上述实验装置中的气液分离单元、液面追踪平衡计量单元、干燥单元和取样单元置于同一个实验台上,实验所气体产物首先进入所述气液分离罐,经所述的半导体冷阱降温至 -25°C 后,把 $\text{C}_4\text{-C}_{13}$ 的烃类以液态形式固定下来,而 CO_2 、 H_2 以及 C_4 -常态气体则经所述的气体导出管线进入所述第一容器内,把所述的第一容器内装满的氯化钠饱和溶液部分排向所述的第二容器内,在计算机控制所述升降器的作用下,所述的第二容器沿着滑轨向下移动,下移距离由第一、第二容器内的液面关系算法决定,其中用到检测第二容器内液面的第一位移传感器数据和检测第二容器下移距离的第二位移传感器数据。当计算获知第一容器和第二容器内液面处于同一水平面时停止移动,计算机记录第二容器液面高度并计算出第一容器内充入气体产物的体积。取样时,打开干燥器下部的阀门,第二容器上移,第一容器液面上升并保持第一液面最终在容器顶面,气体进入干燥器,经干燥剂充分吸附掉水分后,通过过滤纸和烧结板,再进入取样器内。随着气体产物进入取样器,所述取样器的内胆被压缩,取样完毕后关闭取样器上下阀门。需要色谱分析时,取样器下端连接色谱进样端口或进样针,气量少时可经取样器上端管口向内胆注入空气,以驱赶气体。

[0046] 本发明还提供一种气体产物计量与干燥取样的方法,其采用上述实验装置进行,包括如下步骤:

[0047] 步骤一,将所述第一容器和所述第二容器装入氯化钠饱和溶液,并进行抽真空;通过计算机控制,打开气动阀,所述第二容器向下移动,至所述第二位移传感器数值与第一容器的液面的高度 H_0 相同时,关闭气动阀,读取所述第一位移传感器的位移数值 D_0 ;

[0048] 其中,所述位移传感器信号接收端数值设定为零刻度值;所述第一位移传感器和所述第二位移传感器移动至所述位移传感器信号接收端正部的数值设定为正值,移动至所述位移传感器信号接收端下部的数值设定为负值;

[0049] 步骤二,进行通气计量,将实验气体产物充入所述第一容器中,通过计算机控制,打开气动阀,所述第二容器向下移动,通过以下计算方法计算出气体产物的量:

$$[0050] \quad H = H_0 - \frac{(h - D - H_0 + D_0)r^2}{R^2} \quad \text{公式 1}$$

$$[0051] \quad h - H = h - H_0 + \frac{(h - D - H_0 + D_0)r^2}{R^2} \quad \text{公式 2}$$

[0052] 其中, h 为第二位移传感器测得的第二容器内的液面位移量, D 为第一位移传感器测得的第二容器内的液体底面位移量, R 为第一容器的内半径, r 为第二容器的内半径, H 为

第一容器液面高度；

[0053] $h-H$ 为第二容器内的液面高度与第一容器内的液面高度的差值；

[0054] 第二容器按照 $\frac{K\tau}{t}$ 厘米/毫秒的速度移动，其中 K 为速度系数，无量纲，取值范围为 $0-1$ ； t 为计算机采集一次 h 和 D 数据所需的时间，单位为毫秒； τ 为 t 毫秒内升降器所能升降的最大分辨距离，单位为 cm ；

[0055] 当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时，第二容器停止运动，取这次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值为第一容器内所充气体的体积计量值；

[0056] 当 $h-H > \tau$ 时，第二容器继续下移，直至 $0 \leq h-H \leq \tau$ ，第二容器停止移动，再次取最近次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值，再次记录第一容器内所充气体的体积计量值，如此反复；

[0057] 其中，当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时达到平衡稳定状态，记录输出的所述第一容器内气体体积计量值即为气体产物量；

[0058] 步骤三，通过计算机控制，打开气动阀，所述第二容器向上移动进行回位，通过所述干燥器和所述取样器进行实验气体的干燥与收集。

[0059] 根据具体实施方案，上述实验装置中气体产物计量与干燥取样的具体操作如下：

[0060] 第一步，通入气体前的初始化。所述第一容器筒体内半径设为 R ，筒体内高度设为 H_0 ，保持所述第一容器充满氯化钠饱和溶液，所述第二容器内有氯化钠饱和溶液，从所述通气阀抽真空后，关闭所述通气阀，点击所述计算机液面追踪平衡计量程序的“初始化”键，所述常闭气动阀打开，所述计算机给出所述第二容器向下移动的指令，至所述第二位移传感器数据为 H_0 停止，所述常闭气动阀关闭，所述计算机读取所述第一位移传感器的位移数值 D_0 。

[0061] 第二步，通气计量。在实验气体产物充入所述第一容器后，点击所述计算机液面追踪平衡计量程序的“通气计量”键，所述常闭气动阀打开，所述计算机给出所述第二容器向下移动的指令，开始液面追踪平衡，直到所述计算机根据两个位移传感器数据，按照下述算法判断出两个容器液面差趋于零时，计量终止。所述算法如下：

[0062] 平衡过程中，定义所述第二位移传感器测得的所述第二容器的液面位移量为 h ，定义所述第一位移传感器测得的所述第二容器液体底面位移量为 D ，定义所述第一容器内半径为 R 厘米，定义所述第二容器内半径为 r 厘米，设所述第一容器液面高度为 H ，那么，计算如式(1)所示：

$$[0063] \quad H = H_0 - \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{式(1)}$$

[0064] 所述第二容器液面高度与所述第一容器液面高度差 $h-H$ 计算如式(2)所示：

$$[0065] \quad h - H = h - H_0 + \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{式(2)}$$

[0066] 所述升降器带动所述第二容器按照 $\frac{K\tau}{t}$ 厘米/毫秒的速度移动。其中 K 为速度系数，无量纲，取值范围为 $0-1$ ； t 为所述计算机采集一次 h 和 D 数据所需的时间，单位为毫秒； τ 为 t 毫秒内所述升降器所能升降的最大分辨距离，单位为 cm 。当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时，所述升降器停止，

所述第二容器不动,取这次 h 值计算出 $(H_0-h)\pi R^2$ 值,即为所述第一容器内所充气体的体积计量值,并记录在表单内;当 $h-H>\tau$ 时,所述升降器继续带动所述第二容器下移,直当 $0\leq h-H\leq\tau$ 时,所述升降器再次停止,再次取最近次 h 值计算出 $(H_0-h)\pi R^2$ 值,再次记录第一容器内所充气体的体积计量值,如此反复;其中,当 $0\leq h-H\leq\tau$ 时达到平衡稳定状态,记录输出的所述第一容器内气体体积计量值即为气体产物量。

[0067] 第三步,回位。所述干燥单元接通收集单元开始收集后,点击所述计算机液面追踪平衡计量程序的“回位”键,在所述常闭气动阀仍开启的状态下,所述计算机给出所述第二容器向上移动的指令,开始液面追踪平衡,直至所述计算机判断 $0\leq h-H_0\leq\tau$ 时所述第二容器停止移动, $h-H_0>\tau$ 时再次向上移动,等收集完毕并打开所述通气阀,几秒钟后升降器停止所述第二容器不再移动,点击“结束”键,所述常闭气动阀关闭,回位完成。

[0068] 上述计算机控制气体产物计量与干燥取样的实验装置的程序指令,按照上述步骤操作中各个阶段状态指标,作为程序设计算法,通过常规方法设计出该计算机控制系统程序。该控制程序包括“初始化”、“通气计量”、“回位”、“结束”按键,还包括输入参数界面。

[0069] 上述实验装置中,所述气液分离罐的罐体为圆筒状不锈钢材质,盖体为不锈钢活塞式盖体,把手为棒状不锈钢固定把手,气液分离单元的作用是固定实验产物中常温常压下易于挥发的 C_4-C_{13} 的轻,彻底通过相态来厘定出气体产物。盖体下端接口处较粗,防止流体导入管线上脱。流体导入管线为金属材质,以承受刚排出流体产物的高温高压。气体导出管线为透明胶管,以便于观察气液面。

[0070] 上述实验装置中,所述色谱仪进样端口外有螺纹,以匹配连接干燥器和取样器,或者加橡胶垫后直接用进样针取样。

[0071] 上述实验装置中,取样器为一套完整的可以随时更换的器件。取样器中的内胆为抗硫化、耐腐蚀的橡胶囊,具有很好的伸缩性。取样器通过多功能接口与干燥器相连接。

[0072] 与传统排水计量方法比,本发明计量结果更为直接。传统方法需要人工寻找两液面的平衡水平面,耗时长,且劳累,人工读取刻度,然后换算;本发明自动追踪平衡面,自动获取气体体积值。

[0073] 在生排烃模拟实验气体产物计量实践中,本发明的计量结果更稳定,计量精度可以控制在5mL以内,而传统方法由于没有对气体和液体清晰界定,放置时间长短和环境温度差异造成计量结果浮动较大,精度不高,误差超过10mL。

[0074] 在取样方面,钢瓶只能对大于或等于大气压的气体置换取气,注射器取样保存时间不大于1小时,玻璃瓶取样保存时间不大于1个月,否则易漏入空气。后两种方法都易碎,不利于长距离运输。而本发明可以替代钢瓶、盐水瓶、针筒等取样装置,对少到几毫升的实验气样、多到几十兆帕的气体进行取样,钢制外体耐压抗撞击,可变形内胆利于可保持从取样器内再次常压取气。

[0075] 在干燥器方面,解决了传统玻璃盐水瓶气相色谱分析时湿气和结晶堵塞管路问题,填补了气体色谱分析进样前处理空白。

[0076] 本发明适用于实验室气体量和单位时间内排出气量较少的工业气的精确计量,本发明的干燥器可以独立用于气体除湿,本发明的取样器可以独立用于实验室气体产物或油田井口、天然气管线内天然气的取样和气样的长期保存。

[0077] 本发明实验装置由四个单元组成,各单元可以独立工作,可以分别实现轻烃液化

气液分离、气体常压状态下的自动平衡计量、湿气干燥和灵活取样,组合起来可以自动、精确地完成生排烃热模拟实验的气体产物量的计量。本发明的显著特点有3个:一是计量完全、精准,不管是量多或量少的情况,都可以计量到,精度达5mL以内;二是自动化,不需要传统人类判识两液面的平衡,也不需要人工读取刻度值,而且可以连续多次计量;三是气体取样量范围扩大,利用长久放置和运输,利于后续色谱分析。取样器取样量5-2000mL,放置时间2年以上,取样环境可以是野外、井场、实验室。

[0078] 本发明的有益效果:

[0079] 本发明提供的气体产物计量与干燥取样的实验装置可以自动且精确地对不同量的实验气体产物进行计量,特别是经过低温气液分离的气体产物,可以消除C₄以上的易挥发轻烃对气体产物定量的影响;与干燥器联用,提高了所取气样的色谱分析质量;取样器可以满足不同气体产物的收集需要,还能长期放置和方便运输,也方便后续的色谱仪进样分析,计量精度达5mL以内。从而为实验室气体产物计量、干燥和取样提供了整套解决方案。

附图说明

[0080] 图1为本发明实施例中生排烃实验采用的气体产物计量与干燥取样的实验装置的结构示意图;

[0081] 图2为本发明实施例中气液分离罐的结构示意图;

[0082] 图3为本发明实施例中液面追踪平衡计量方法解说模型图;

[0083] 图4为本发明实施例中干燥器的结构示意图;

[0084] 图5为本发明实施例中取样器的结构示意图。

[0085] 附图符号说明:

[0086] 101 半导体冷阱 102 气液分离罐 103 流体导入管线 104 气体导出管线 105 色谱仪进样端口 106 取样器 107 干燥器 108 三通阀 109 通气阀 110 第一容器 111 氯化钠饱和溶液 112 常闭气动阀 113 胶管 114 第一位移传感器 115 第二容器 116 第二位移传感器 117 升降器支架 118 滑轨 119 升降器 120 数据线 121 数据线 122 位移传感器信号接收端 123 计算机 124 数据线 201 罐体 202 盖体 203 把手 204 密封胶环 205 螺帽 206 固定孔 207 聚四氟乙烯环 208 固定栓 401 干燥桶 402 上盖 403 密封胶环 404 出气管 405 进气管 406 烧结板 407 过滤纸 408 干燥剂 501 取样桶 502 内胆 503 开关阀 504 开关阀 505 螺帽 506 出气管 507 进气管

具体实施方式

[0087] 为了对本发明的技术特征、目的和有益效果有更加清楚的理解,现对本发明的技术方案进行以下详细说明,但不能理解为对本发明的可实施范围的限定。

[0088] 实施例

[0089] 本实施例提供了一种气体产物计量与干燥取样的实验装置,如附图1所示,该实验装置包括气液分离单元、液面追踪平衡计量单元、干燥单元和取样单元。

[0090] 气液分离单元包括气液分离罐102和半导体冷阱101,气液分离罐102放置于半导体冷阱101内部,半导体冷阱101制冷至-25℃,气液分离罐102为不锈钢材质,容积约为60mL。气液分离单元的作用是固定实验产物中常温常压下易于挥发的C₄-C₁₃的轻烃,彻底

通过相态来厘定出气体产物。

[0091] 气液分离罐102的结构图如图2所示,包括圆筒状不锈钢的罐体201,不锈钢活塞式的盖体202,棒状不锈钢固定把手203,固定栓208,流体导入管线103和气体导出管线104;盖体202侧面设置有3道密封胶环,把手203与盖体202固定连接,用于推拉盖体202;把手203底部有一固定孔206,罐体201上设置有与所述把手上的固定孔相对应的固定孔,罐体201上的固定孔和把手上的固定孔206通过固定栓208相固定,以固定盖体202;

[0092] 盖体202上设置有流体导入管线103和气体导出管线104,流体导入管线103贯穿盖体202并与盖体202活动连接,流体导入管线103上段为螺旋状,以便于气液分离罐整体上下移动,流体导入管线103的下段为直线,贯穿盖体202,流体导入管线103与盖体202上端连接接口处通过螺帽205固定连接,流体导入管线103下端直径大约下端以上的流体导入管线直径;与盖体202下端连接接口处通过聚四氟乙烯环207密封,盖体202下端连接接口处较粗,防止流体导入管线103上脱。流体导入管线103为金属材质,以承受刚排出流体产物的高温高压。气体导出管线104贯穿盖体202,该气体导出管线104为透明胶管,以便于观察气液面。在实验完毕后,要计量全部气体产物量时,拉出固定栓208,向下推动盖体202,直到气体导出管线104见到液体产物。

[0093] 液面追踪平衡计量单元如图1所示,包括第一容器110,第二容器115,第一位移传感器114,第二位移传感器116,位移传感器信号接收端122,升降器119,滑轨118,升降器支架117,常闭气动阀112,计算机123;第一容器110与第二容器115均为亚克力材料的圆筒状体,底部通过直径为8mm的胶管113相通;胶管113间设置有常闭气动阀112,常闭气动阀112通过数据线124与计算机123相电连接;第一容器110顶部连接通气阀109,开启第一容器110和通气阀109时,上部管线可连通大气环境。第一容器110和第二容器115内充有氯化钠饱和溶液111。第一位移传感器114设置于第二容器115底端,刻度对应第二容器115底端的液面;第二位移传感器116以浮球方式设置于第二容器115顶端,刻度对应于所述第二容器顶端的液面;第一位移传感器114和第二位移传感器116与位移传感器信号接收端122相电连接,位移传感器信号接收端122与第一容器110的底部在同一实验台面上,位移传感器信号接收端122通过数据线121与计算机123相电连接。位移传感器信号接收端122的数值设定为零刻度值;第一位移传感器114和第二位移传感器116移动至位移传感器信号接收端122上部的数值设定为正值,移动至位移传感器信号接收端122下部的数值设定为负值。第一容器110的筒体内半径R为6cm,筒体内高度 H_0 为20cm;第二容器115筒体内半径R为2cm,筒体内高度大于180cm。滑轨118垂直固定在升降器支架117上,第二容器115设置在滑轨118上,滑轨118上设置有升降器119,升降器119用于控制第二容器115沿滑轨118上下移动;升降器119通过数据线120与计算机123相电连接。

[0094] 干燥单元为干燥器107,结构图如图4所示。干燥器107包括干燥桶401、上盖402、烧结板406、过滤纸407和干燥剂408;干燥剂408设置于干燥桶401内部,过滤纸407覆盖于干燥剂408上端,过滤纸407上端设置有烧结板406,烧结板406与干燥桶401内壁密封连接,上盖402的侧壁与干燥桶401内壁螺纹连接;干燥桶401下端设置有进气管405;上盖402设置有出气管404;进气管405与三通阀108相连通;出气管404与色谱进样端口105相连通;上盖402与干燥桶上边缘连接端处设置有密封胶环403;三通阀108还分别与通气阀109和气体导出管线104相连通。

[0095] 干燥剂408为无水氯化钙和/或氧化钙颗粒,平均粒径小于60目;烧结板406为粉末冶金烧结板;过滤纸407为HEPA过滤纸。干燥桶401和上盖402均为不锈钢材质,内半径为2cm,进气管405和储气罐404均为金属材料。

[0096] 取样单元为取样器106,结构图如图5所示。取样器106包括取样桶501和内胆502;内胆502通过螺帽505固定在取样桶501内部的顶端;内胆502的出口与取样桶501的出口相配套,取样桶501底端设置有进气管507,进气管507与色谱仪进样端口105相连通;进样桶501的出口处设置有出气管506,出气管506与内胆502相连通;取样器501下端和上端分别设置有开关阀503和504;下端的开关阀503与进气管507相连通,上端的开关阀504与出气管506相连通,取样桶501为椭圆球状;内胆502为圆球状。

[0097] 液面追踪平衡计量方法解说模型图如图3所示,具体操作为:

[0098] 第一步,通入气体前的初始化。保持第一容器110充满氯化钠饱和溶液,第二容器115内有氯化钠饱和溶液,从通气阀109抽真空后,关闭通气阀109,点击计算机123液面追踪平衡计量程序的“初始化”键,常闭气动阀112打开,计算机123给出第二容器115向下移动的指令,至第二位移传感器116数据为 H_0 停止,常闭气动阀112关闭,计算机123读取第一位移传感器114的位移数值 D_0 。

[0099] 第二步,通气计量。在实验气体产物充入第一容器110后,点击计算机123液面追踪平衡计量程序的“通气计量”键,常闭气动阀112打开,计算机123给出第二容器115向下移动的指令,开始液面追踪平衡,直到计算机123根据两个位移传感器数据,按照下述算法判断出两个容器液面差趋于零时,计量终止。所述算法如下:

[0100] 平衡过程中,定义第二位移传感器116测得的第二容器115的液面位移量为 h ,定义第一位移传感器114测得的第二容器115液体底面位移量为 D ,定义第一容器110内半径为 R 厘米,定义第二容器115内半径为 r 厘米,设第一容器液面高度为 H ,那么,计算如式(1)所示:

$$[0101] \quad H = H_0 - \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{式(1)}$$

[0102] 第二容器115液面高度与第一容器110液面高度差 $h-H$ 计算如式(2)所示:

$$[0103] \quad h - H = h - H_0 + \frac{(h-D-H_0+D_0)r^2}{R^2} \quad \text{式(2)}$$

[0104] 升降器119带动第二容器115按照 $\frac{K\tau}{t}$ 厘米/毫秒的速度移动。其中 K 为速度系数,无量纲,取值范围为0-1; t 为计算机123采集一次 h 和 D 数据所需的时间,单位为毫秒; τ 为 t 毫秒内升降器119所能升降的最大分辨距离,单位为cm。当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时,升降器119停止,第二容器115停止运动,取这次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值,即为第一容器115内所充气体的体积计量值,并记录在表单内;当 $h-H > \tau$ 时,升降器119继续带动第二容器115下移,直当 $0 \leq h-H \leq \tau$,升降器119再次停止,再次取最近次 h 值计算出 $(H_0-h) \pi R^2$ 值,再次记录第一容器内所充气体的体积计量值,如此反复,其中,当 $0 \leq h-H \leq \tau$ 时达到平衡稳定状态,记录输出的所述第一容器内气体体积计量值即为气体产物量。

[0105] 第三步,回位。干燥单元接通收集单元开始收集后,点击计算机123液面追踪平衡计量程序的“回位”键,在常闭气动阀112仍开启的状态下,计算机123给出第二容器115向上

移动的指令,开始液面追踪平衡,直至计算机123判断 $0 \leq h - H_0 \leq \tau$ 时第二容器115停止移动, $h - H_0 > \tau$ 时再次向上移动,等收集完毕并打开通气阀109,几秒钟后升降器停止第二容器115不再移动,点击“结束”键,常闭气动阀112关闭,回位完成。

[0106] 上述操作中计算机数据记录参数的数据展示如表1所示:

[0107] 表1:

[0108]

序号	第一容器内半径 R(cm)	第二容器内半径 r(cm)	第一容器高度 H_0 (cm)	时间步长 t(ms)	计时步长 τ (cm)	速度系数 K	第二容器初始高度 (D_0)	第二容器底平衡高度 D(cm)	第二容器液面平衡高度 H(cm)	气体体积 (mL)	耗时 (s)
1	6	2	20	500	0.25	0.5					
2	6	2	20	500	0.25	0.5	18				
3	6	2	20	500	0.25	0.5	18	-20	16.2	429.55	152

[0109] 通过上述计算机控制流程,其应用实例的数据展示如表1所示,由于计时步长 τ 比较小,平衡过程数据几百组,因此计算机不显示自动寻找平衡的过程数据,只显示:序号1设备和计算基本参数,序号2初始化后液面高度数据,序号3平衡追踪后的液面高度数据及最终气体量计量的结果。最后的耗时用于给实验员提供调整计量速度、修改时间步长、计时步长的参考数据,若嫌时间过长,可将时间步长和速度计时步长调大,时间步长最小值受限于计算机与PLC的信息反馈速度,计时步长影响计量精度。

[0110] 由表1所示,该实验装置可以自动精确实现不同量的实验气体产物的计量。

[0111] 综上所述,本发明提供的气体产物计量与干燥取样的实验装置可以自动且精确地对不同量的实验气体产物进行计量,特别是经过低温气液分离的气体产物,可以消除C₄以上的易挥发轻烃对气体产物定量的影响;与干燥器联用,提高了所取气样的色谱分析质量;取样器可以满足不同气体产物的收集需要,还能长期放置和方便运输,也方便后续的色谱仪进样。计量精度为5mL。从而为实验室气体产物计量、干燥和取样提供了整套解决方案。

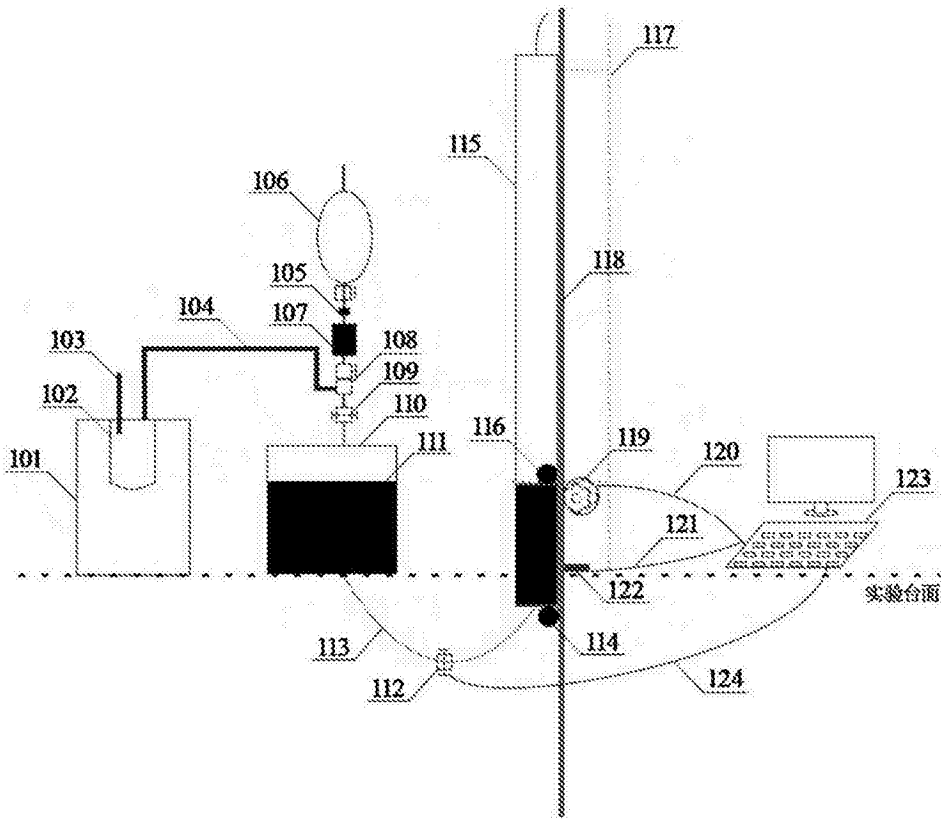


图1

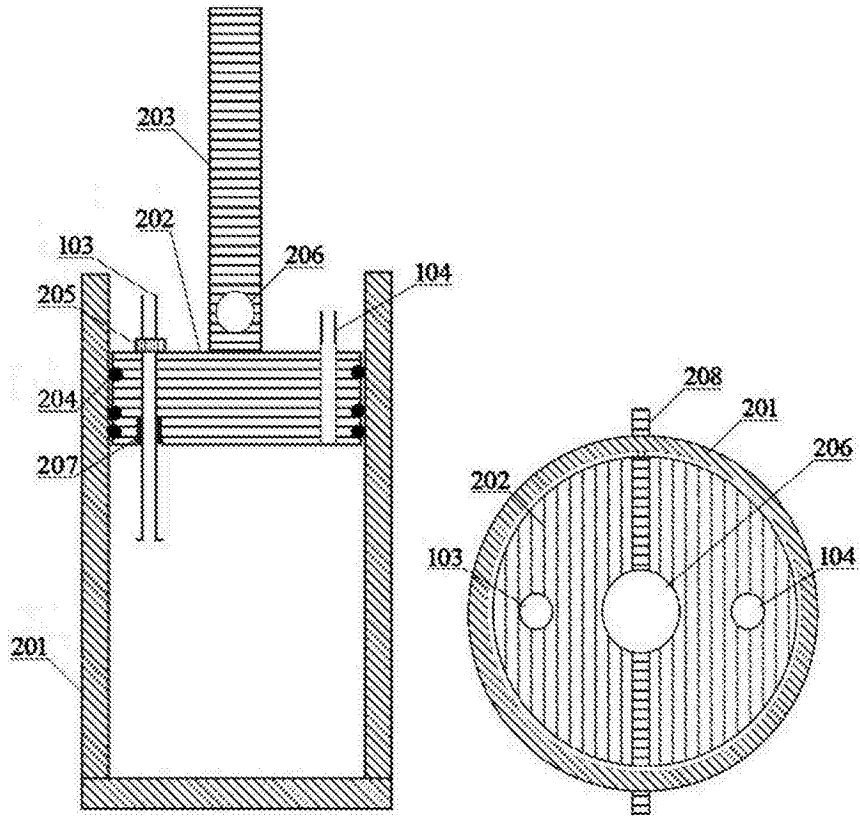


图2

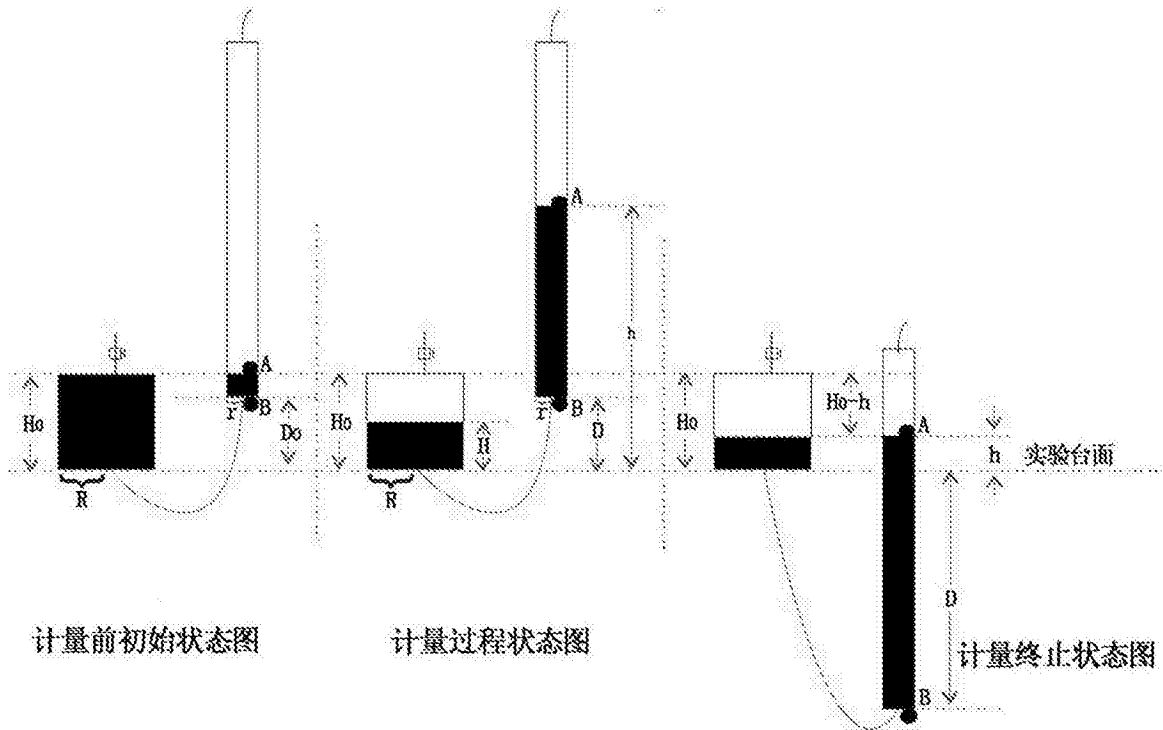


图3

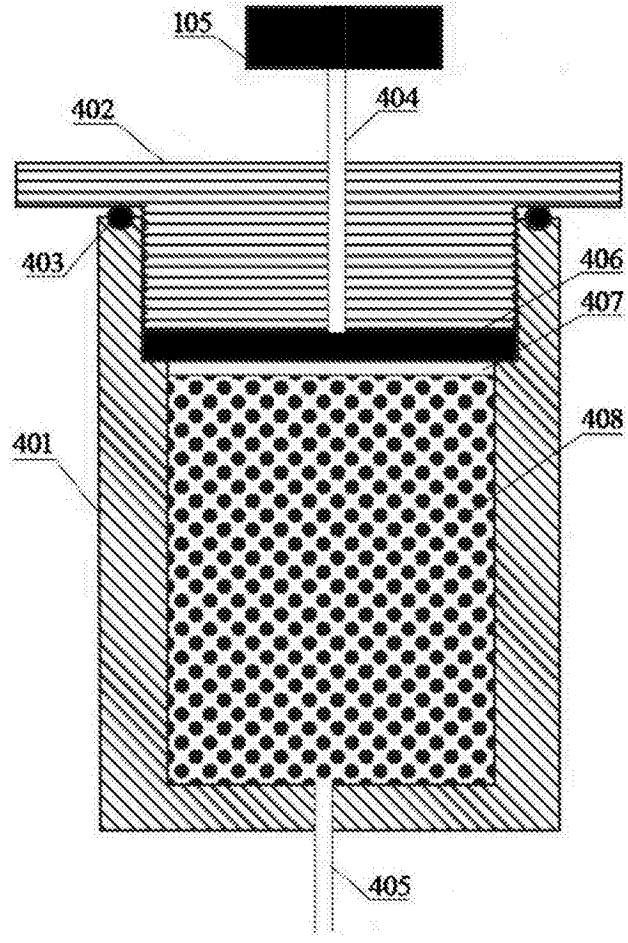


图4

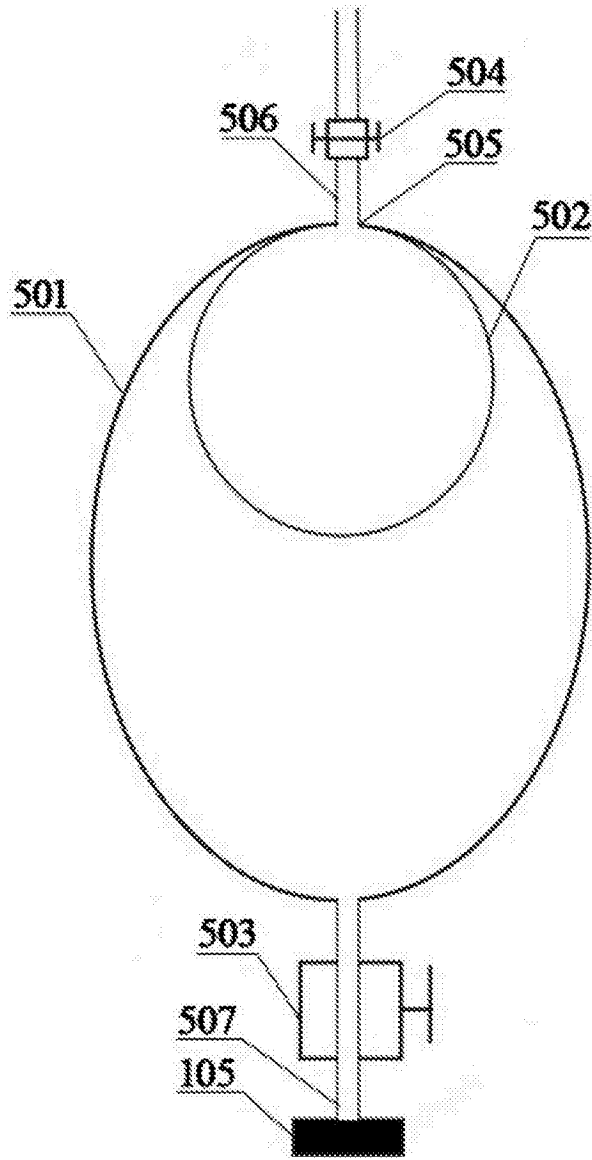


图5