



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102147348 B

(45) 授权公告日 2012. 11. 14

(21) 申请号 201110032005. 9

CN 1815175 A, 2006. 08. 09,

(22) 申请日 2011. 01. 25

审查员 钱凌影

(73) 专利权人 中国科学院山西煤炭化学研究所  
地址 030001 山西省太原市桃园南路 27 号

(72) 发明人 杨建丽 刘振宇 韩风双 汤放新  
李允梅 牛宏贤

(74) 专利代理机构 山西五维专利事务所(有限  
公司) 14105

代理人 张志祥

(51) Int. Cl.

G01N 7/10(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 202075200 U, 2011. 12. 14,

CN 2788175 Y, 2006. 06. 14,

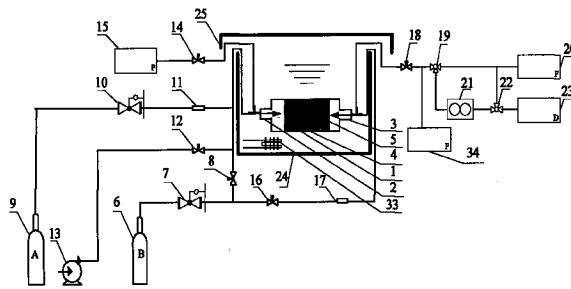
权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种测量气体在煤中渗透的测量装置及测量方法

(57) 摘要

一种测量气体在煤中渗透的测量装置是由样品容器体(1), 容器前盖(2) 和容器后盖(3) 组成, 样品容器体(1) 一端为放样品口(26), 另一端为气体通道(27), 放样品口(26) 直径大于气体通道(27), 放样品口(26) 与气体通道(27) 相通, 放样品口(26) 有内螺纹, 容器前盖(2) 由容器前盖体(28), 样品端(29) 和连接端(30) 组成, 容器前盖体(28)、样品端(29) 和连接端(30) 中间是通道, 样品端(29) 有外螺纹, 用于与放样品口(26) 内螺纹连接, 容器后盖(3) 中间有通道, 样品容器体(1) 与容器前盖(2) 和容器后盖(3) 分别密封连接。本发明具有结构简单、易于操作、密封可靠安全、测量精度高、自动测量的优点。



1. 一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法,其特征在于包括如下步骤:

(1) 将制备好的圆柱状煤样用粘结剂从样品容器体(1)的放样品口(26)处密封在样品容器中;

(2) 将样品容器体(1)、容器前盖(2)和容器后盖(3)通过螺纹和密封件连接好;

(3) 将容器前盖(2)与两路管线连接好,一路连接针型阀一(14)和压力传感器一(15);另一路又分为三个分支,分支一与针型阀二(12)和真空泵(13)相连,分支二连接单向阀一(11)、减压调压阀一(10)和A气体气瓶(9),分支三经针型阀三(8)、减压调压阀二(7)与B气体气瓶(6)相连,容器后盖

(3)与另两路管线连接好,一路通过单向阀二(17)、针型阀四(16)与所述分支三线路相连,连接位置位于所述分支三线路中的针型阀三(8)和减压调压阀二(7)之间,另一路经过针型阀五(18)后连接压力传感器二(34)和三通阀一(19),压力传感器二(34)连接位置位于针型阀五(18)和三通阀一(19)之间,三通阀一(19)的一分支与皂泡流量计(20)相连,三通阀一(19)的另一分支与质量流量计(21)、三通阀二(22)和检测器(23)相连,所述三通阀一(19)的另一分支中三通阀二(22)与皂泡流量计(20)相连;

(4) 将样品容器放入恒温槽(24)中,加入加热介质,并设定好测试温度,通过热电阻(33)对加热介质加热到测试温度;

(5) 对样品容器及其连接管路系统抽真空;

(6) 从B气体气瓶(6)流出的气体B经减压调压阀二(7)调节为给定压力,然后经针型阀三(8)通向样品容器,用皂泡流量计(20)测定渗透过煤样的B气体的流量;

(7) 待经过样品容器气体B的流量稳定后,停止通入气体B,通过B气体气瓶(6)、减压调压阀二(7)、针型阀四(16)、单向阀二(17)向容器后盖(3)持续通入恒定压力的B气体,并使得通入的B气体经过针型阀五(18),三通阀一(19)和质量流量计(21)流出,B气体的流量通过质量流量计(21)控制为定值,该定值用皂泡流量计(20)标定;

(8) 打开检测器电源;

(9) 从A气体气瓶(9)流出的A气体经减压调压阀一(10)调节为给定压力,然后经单向阀一(11)通向样品容器,渗透过煤样的A气体被持续流动的B气体吹扫并带入检测器(23),持续记录检测器中检测到的信号,则得到了A气体在吸附了B气体的煤柱中的动态穿透曲线;

(10) 待记录的信号趋于稳定后,A气体在煤柱中的渗透基本达到稳态;

A气体在煤柱中的稳态渗透率用达西定律来计算,公式如下:

$$k = \frac{2\eta P_2 L Q x}{A(P_1^2 - P_2^2)} \quad (1)$$

式中:

k——气体的渗透率,  $m^2$ ,  $1mDarcy = 9.87 \times 10^{-10} m^2$ ;

$\eta$ ——气体粘度,  $Pa \cdot s$ ;

Q——容器后盖气体的总体积流速,  $m^3/s$ ;

$P_1$ ——容器前盖气体压力,  $Pa$ ;

$P_2$ ——容器后盖气体压力,  $Pa$ ;

L——煤柱的厚度, m ;

A——煤柱的横截面积,  $m^2$  ;

x——容器后盖 A 气体的浓度 ;

(11) 改变 A 气体的压力, 重复操作 5-11 次, 可得到渗透率随着压力的变化规律 ;

所述的样品容器它是由样品容器体 (1), 容器前盖 (2) 和容器后盖 (3) 组成, 其特征在于样品容器体 (1) 一端为放样品口 (26), 另一端为气体通道 (27), 放样品口 (26) 直径大于气体通道 (27), 放样品口 (26) 与气体通道 (27) 相通, 放样品口 (26) 有内螺纹, 容器前盖 (2) 由容器前盖体 (28), 样品端 (29) 和连接端 (30) 组成, 容器前盖体 (28)、样品端 (29) 和连接端 (30) 中间是通道, 样品端 (29) 有外螺纹, 用于与放样品口 (26) 内螺纹连接, 容器后盖 (3) 中间有通道, 样品容器体 (1) 与容器前盖 (2) 和容器后盖 (3) 分别密封连接 ;

所述的恒温槽由恒温箱体 (24)、恒温箱体上盖 (25) 和热电阻 (33) 组成, 恒温箱体 (24) 与恒温箱体上盖 (25) 是活动连接, 热电阻 (33) 位于恒温箱体内。

2. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的样品容器体 (1), 容器前盖 (2) 和容器后盖 (3) 为圆柱型。

3. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的样品容器体 (1) 与容器前盖 (2) 间用 O 型圈密封, 样品容器体 (1) 和容器后盖 (3) 之间通过聚四氟乙烯垫密封。

4. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的热电阻 (33) 为 Pt100 铂电阻。

5. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的粘结剂是聚氨酯类、丙烯酸酯类或环氧树脂类粘结剂。

6. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的压力传感器一 (15) 和压力传感器二 (34) 的测量精度为 0.05% FS。

7. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的真空泵 (13) 使反应系统的绝对压力降为 0-0.02MPa。

8. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的恒温槽的加热介质为水。

9. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的恒温槽的温度控温精度为  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

10. 如权利要求 1 所述的一种测量气体在煤中渗透的测量装置的测量方法, 其特征在于所述的检测器 (23) 为热导检测器或质谱。

## 一种测量气体在煤中渗透的测量装置及测量方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种测量气体在煤中渗透性的测量装置及测量方法,具体地说是一种评价某种气体在吸附了另一种气体的煤样中的渗透性质的测量装置及测量方法。

### 背景技术

[0002] 将 CO<sub>2</sub> 注入不可开采煤层,同时增强煤层甲烷 (CH<sub>4</sub>) 开采 (CO<sub>2</sub>-ECBM) 方案,旨在控制温室气体排放的同时获得清洁低碳燃料 CH<sub>4</sub>,是有望实现工业化减排温室气体的重要途径之一。煤层通常具有裂隙和煤基质结构,裂隙是流体运移的主要通道,而多孔的煤基质是 CH<sub>4</sub> 以吸附态存储的主要场所。当 CO<sub>2</sub> 注入煤层后,CO<sub>2</sub> 在吸附了 CH<sub>4</sub> 的煤基质中的渗透和吸附性质决定了 CO<sub>2</sub> 驱替 CH<sub>4</sub> 的效果,进而影响 CO<sub>2</sub> 的封存和 CH<sub>4</sub> 的增产效果。在实验室中模拟煤层的温度和压力条件,研究 CO<sub>2</sub> 在吸附了 CH<sub>4</sub> 的煤基质样中的渗透特性,能够为预测 CO<sub>2</sub> 驱替 CH<sub>4</sub> 的效果提供重要依据,并为 CO<sub>2</sub>-ECBM 技术和理论发展提供基础数据。

[0003] 目前考察煤样渗透性质的常用设备是三轴渗透仪,此设备必须在径向对煤样施加一定的围压,以保证煤样和设备间的密封性。围压在径向压缩了煤样,可能会破坏煤样的孔隙结构,所以此设备不能测定处于自然状态的煤样的渗透率。此外,目前的三轴渗透装置规定的可用煤样的尺寸较大(煤样直径大于 2cm),所以不能测定小尺寸的煤基质样的渗透特性。而且,目前的三轴渗透设备主要集中于测定单种气体在煤样中的渗透率,而很少有设备可以测定某种气体在吸附了另一气体的煤样中的渗透性质。本发明经检索,未发现报道。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种测量气体在煤中渗透的测量装置及测量方法。该测量装置及方法既可以测量某种气体 (A) 在吸附了另一气体 (B) 的煤样中的动态穿透过程(非稳态),又可以测量气体 A 在吸附了气体 B 的煤样中的稳态渗透率。

[0005] 本发明提供了一种测量煤样渗透性质的样品容器,它是由样品容器体,容器前盖和容器后盖组成,样品容器体一端为放样品口,另一端为气体通道,放样品口直径大于气体通道,放样品口与气体通道相通,放样品口有内螺纹,容器前盖由容器前盖体,样品端和连接端组成,容器前盖体、连接端和样品端中间是通道,样品端有外螺纹,用于与放样品口内螺纹连接,容器后盖中间有通道,样品容器体,容器前盖和容器后盖密封连接。

[0006] 如上所述的样品容器为圆柱型。

[0007] 样品容器体与容器前盖间用 O 型圈密封,样品容器体和容器后盖之间通过聚四氟乙烯垫密封。

[0008] 本发明所述气体动态穿透曲线和稳态渗透率的测量方法步骤如下:

[0009] (1) 将制备好的圆柱状煤样用粘结剂从样品容器体的放样品口处密封在样品容器中;

[0010] (2) 将样品容器、容器前盖和容器后盖通过螺纹和密封件连接好;

[0011] (3) 将容器前盖与两路管线连接好,一路连接针型阀和压力传感器;另一路又分

为三个分支,分支一与针型阀和真空泵相连,分支二连接单向阀、减压调压阀和 A 气体气瓶,分支三经针型阀、减压调压阀与 B 气体气瓶相连,容器后盖与两路管线连接好,一路通过单向阀、针型阀与分支三线路相连,连接位置位于分支三线路中的单向阀和针型阀之间,另一路经过针型阀后连接三通阀,三通阀一分支与皂泡流量计相连,另一分支与质量流量计、三通阀和检测器相连,另一分支中三通阀与皂泡流量计相连;

[0012] (3) 将样品容器放入恒温槽中,加入加热介质,并设定好测试温度,通过热电阻对加热介质加热到测试温度;

[0013] (4) 对样品容器及其连接管路系统抽真空;

[0014] (5) 从气体气瓶流出的气体 B 经减压调压阀调节为给定压力,然后经针型阀通向样品容器,用皂泡流量计测定渗透过煤样的 B 气体的流量;

[0015] (6) 待经过样品容器气体 B 的流量稳定后,停止通入气体 B,通过 B 气体气瓶、减压调压阀、针型阀、单向阀向容器后盖持续通入恒定压力的 B 气体,并使得通入的 B 气体经过针型阀,三通阀和质量流量计流出, B 气体的流量通过质量流量计控制为定值,该定值用皂泡流量计标定;

[0016] (7) 打开检测器电源;

[0017] (8) 从 A 气体气瓶流出的 A 气体经减压调压阀调节为给定压力,然后经单向阀通向样品容器,渗透过煤样的 A 气体被持续流动的 B 气体吹扫并带入检测器,持续记录检测器中检测到的信号,则得到了 A 气体在吸附了 B 气体的煤柱中的动态穿透曲线;

[0018] (9) 待记录的信号趋于稳定后, A 气体在煤柱中的渗透基本达到稳态;

[0019] A 气体在煤柱中的稳态渗透率用达西定律来计算,公式如下:

$$[0020] \quad k = \frac{2\eta P_2 L Q x}{A(P_1^2 - P_2^2)} \quad (1)$$

[0021] 式中:

[0022] k——气体的渗透率, m<sup>2</sup>, 1mDarcy = 9.87×10<sup>-10</sup>m<sup>2</sup>;

[0023] η——气体粘度, Pa·s;

[0024] Q——容器后盖气体的总体积流速, m<sup>3</sup>/s;

[0025] P<sub>1</sub>——容器前盖气体压力, Pa;

[0026] P<sub>2</sub>——容器后盖气体压力, Pa;

[0027] L——煤柱的厚度, m;

[0028] A——煤柱的横截面积, m<sup>2</sup>;

[0029] x——容器后盖 A 气体的浓度;

[0030] (10) 改变 A 气体的压力,重复操作 5-11 次,可得到渗透率随着压力的变化规律。

[0031] 所述的恒温槽由恒温箱体、恒温箱体上盖和热电阻组成,恒温箱体与恒温箱体上盖是活动连接,热电阻位于恒温箱体内。

[0032] 所述热电阻为本领域中常用的类型,如 Pt100 铂电阻。

[0033] 所述的检测器通过导线与计算机连接。

[0034] 本发明中所述的粘结剂为可以同时粘结煤样和不锈钢样品容器的粘结剂,例如聚氨酯类、丙烯酸酯类或环氧树脂类粘结剂。

[0035] 本发明中所述的减压调压阀的出口压力为固定粘结剂可承受压力的任意范围。

- [0036] 本发明中所述的质量流量计的流量范围取决于煤样的尺寸、渗透率和气体性质。
- [0037] 本发明中所述的压力传感器量程为固定粘结剂可承受压力的最大值,测量精度为 0.05% FS。
- [0038] 本发明中所述的真空泵可以使反应系统的绝对压力降为 0-0.02MPa。
- [0039] 本发明中所述恒温槽的加热介质为本领域常用的各种加热介质,如水或各种合适的导热液体,该恒温槽的工作温度范围示所选加热介质而定,控温精度为  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。
- [0040] 本发明中所述的检测器为可以检测气体变化信号或浓度的任何检测器,例如热导检测器和质谱等。
- [0041] 本发明提供一种煤的渗透性的测量装置及测量方法本发明装置和方法的优点如下:
- [0042] 1、本装置通过粘结剂密封煤样,可测定煤样处于近乎自然状态下的渗透率。
- [0043] 2、本设备可采用小尺度煤样,以保证所测煤样为煤基质部分。
- [0044] 3、本装置采用在线检测装置,既可以测量某种气体在吸附了另一种气体的煤样中的动态穿透过程,又可以测量某种气体在吸附了另一气体的煤样中的稳态渗透率;并利用计算机自动采集来自检测器的信号数据,对采集到的数据进行处理计算和保存,并且在计算机屏幕上实时显示实验过程中随时间变化的检测信号,实现智能化控制和自动测量。
- [0045] 4、具有结构简单、易于操作、密封可靠安全、测量精度高、自动测量等优点。

#### 附图说明

- [0046] 附图 1 为渗透测量装置的流程示意图。
- [0047] 附图 2 为渗透装置的样品容器的结构示意图
- [0048] 附图 3 为压力为 1.5MPa 时的气体 A 在吸附了气体 B 的煤柱中的动态穿透曲线。
- [0049] 附图 4 为气体 A 在吸附了气体 B 的煤样中的稳态渗透率随着压力的变化曲线。
- [0050] 如图所示:1-样品容器体;2-容器前盖;3-容器后盖;4-粘结剂;5-煤样;6-CH<sub>4</sub> 气体气瓶;7-减压调压阀;8-针型阀;9-CO<sub>2</sub> 气体气瓶;10-减压调压阀;11-单向阀;12-针型阀;13-真空泵;14-针型阀;15-压力传感器;16-针型阀;17-单向阀;18-针型阀;19-三通阀;20-皂泡流量计;21-质量流量计;22-三通阀;23-检测器;24-恒温箱体;25-恒温箱体上盖;26-放样品口;27-气体通道;28-容器前盖体;29-样品端;30-连接端;31-O 型圈;32-聚四氟乙烯垫;33-热电阻;34-压力传感器。

#### 具体实施方式

- [0051] 下面结合实施例对本发明的具体实施方式做进一步的详细叙述。
- [0052] 实施例 1
- [0053] 样品容器体 1 一端为放样品口 26,另一端为气体通道 27,放样品口 26 直径大于气体通道 27,放样品口 26 与气体通道 27 相通,放样品口 26 有内螺纹,容器前盖 2 由容器前盖体 28,样品端 29 和连接端 30 组成,容器前盖体 28、样品端 29 和连接端 30 中间是通道,样品端 29 有外螺纹,用于与放样品口 26 内螺纹连接,容器后盖 3 中间有通道,样品容器体 1,容器前盖 2 和容器后盖 3 密封连接。样品容器体 1,容器前盖 2 和容器后盖 3 为圆柱型。
- [0054] 恒温槽是由恒温箱体 24、恒温箱体上盖 25 和热电阻 33 组成,恒温箱体 24 与恒温

箱体上盖 25 是活动连接, 热电阻 33 位于恒温箱体 24 内。

[0055] 煤样制做成直径 6mm, 高 13mm 左右的圆柱形状, 用粘结剂 4 将制备好的煤柱样品 5 密封在样品容器体 1 中。样品容器体 1 与容器前盖 2 间用 O 型圈密封 31, 样品容器体 1 和容器后盖 2 之间通过聚四氟乙烯垫密封 32 通过螺纹连接好。容器前盖 1 连有两路管道, 一路连有针型阀 14 和压力传感器 15; 另一路又分为三个分支, 分支一与针型阀 12 和真空泵 13 相连, 分支二连有单向阀 11、减压调压阀 10 和 CO<sub>2</sub> 气瓶 9, 分支三经针型阀 8 和减压调压阀 7 后与 CH<sub>4</sub> 气瓶 6 相连。CH<sub>4</sub> 气瓶 6、减压调压阀 7、针型阀 16、单向阀 17 经管线连接组成样品容器后盖 3 的进气管线, 容器后盖 3 的出气管线经针型阀 18 后, 通过三通阀 19 分为两路, 一路与皂泡流量计 20 相连, 另一路与质量流量计 21、三通阀 22 和热导 (TCD) 检测器 23 相连。整个样品容器放在恒温箱体 24 中, 恒温箱体 24 加入加热介质水。

[0056] (1) 打开恒温槽的电源, 设定恒温槽的温度到需要的温度 (45℃), 通过热电阻 33 对加热介质水加热到测试温度 45℃。

[0057] (2) 关闭针型阀 8、14 和 18, 打开针型阀 12, 用真空泵 13 对系统抽真空 20min。

[0058] (3) 关闭针型阀 12 和 16, 打开针型阀 8、14 和 18, 并通过三通阀 19 连接针型阀 18 和皂泡流量计 20, 通过三通阀 22 连接质量流量计 21 和热导 (TCD) 检测器 23。设定减压调压阀 7 的给定压力为 1.0MPa, 向样品容器持续通入压力为 1.0MPa 的 CH<sub>4</sub> 气体, 并用皂泡流量计 20 测定渗透过样品池的 CH<sub>4</sub> 气体流量, 直到样皂泡流量计 20 的 CH<sub>4</sub> 气体流量稳定为止。

[0059] (4) 关闭阀门 8, 打开阀门 16, 通过三通阀 19 连接针型阀 18 和质量流量计 21, 通过三通阀 22 连接质量流量计 21 和皂泡流量计 20。通过 CH<sub>4</sub> 气瓶 6 经减压调压阀 7、针型阀 16 和单向阀 17 向样品池的容器后盖 3 处持续通入压力 P<sub>2</sub> 为 1MPa 的 CH<sub>4</sub> 气体, CH<sub>4</sub> 气体的流量通过质量流量计 21 控制为定值, 该定值可用皂泡流量计 20 标定, 流速为 30ml/min。

[0060] (5) 打开热导 (TCD) 检测器 23 的电源, 启动计算机并运行测试软件;

[0061] (6) 通过三通阀 22 连接质量流量计 21 和检测器 23, 设定减压调压阀 10 调节容器前盖气体压力 P<sub>1</sub> 的压力为 1.5MPa, CO<sub>2</sub> 气体由 CO<sub>2</sub> 气瓶 9 经减压调压阀 10、单向阀 11 通向容器前盖 2, CO<sub>2</sub> 渗透过煤柱后, 被持续流动的 CH<sub>4</sub> 气体吹扫并带入热导 (TCD) 检测器 23, 检测器 23 持续记录的信号表示了 CO<sub>2</sub> 的动态穿透过程, 结果如图 3 所示。

[0062] (7) 待检测器 23 记录的信号趋于稳定后 (图 3), CO<sub>2</sub> 气体的浓度为 0.03, CO<sub>2</sub> 在煤柱中的渗透基本达到稳态。根据公式 1 计算 CO<sub>2</sub> 气体在吸附了 CH<sub>4</sub> 的煤柱中的稳态渗透率。CO<sub>2</sub> 在 45℃ 的粘度  $\eta$  值为 0.0000161Pa·s, 煤柱的横截面积 A 为 0.00002826m<sup>2</sup>, 煤柱的厚度 L 为 0.013m, 容器前盖气体压力 P<sub>1</sub> 值为 1500000Pa, 容器后盖气体压力 P<sub>2</sub> 值为 1000000Pa, 容器后盖气体的总体积流速为 0.0000005m<sup>3</sup>/s, CO<sub>2</sub> 气体的浓度值为 0.03, CO<sub>2</sub> 在煤柱中的渗透可以计算得到为 1.78mDarcy。

[0063] (8) 改变 CO<sub>2</sub> 压力, 重复操作 2-7, 可得到稳态渗透率随着压力的变化规律, 如图 4 所示。

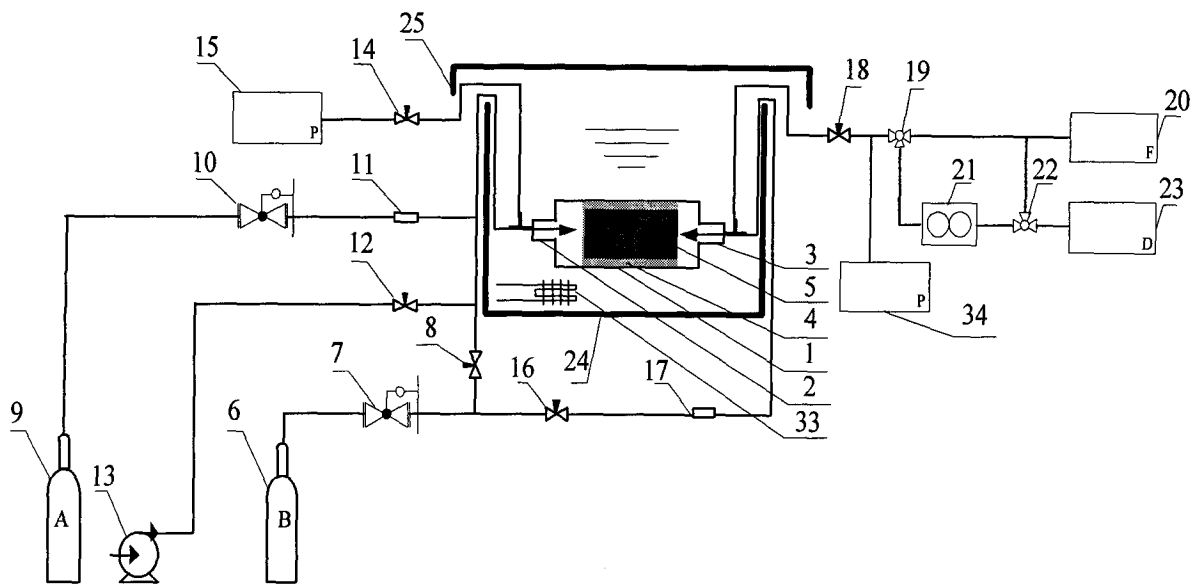


图 1

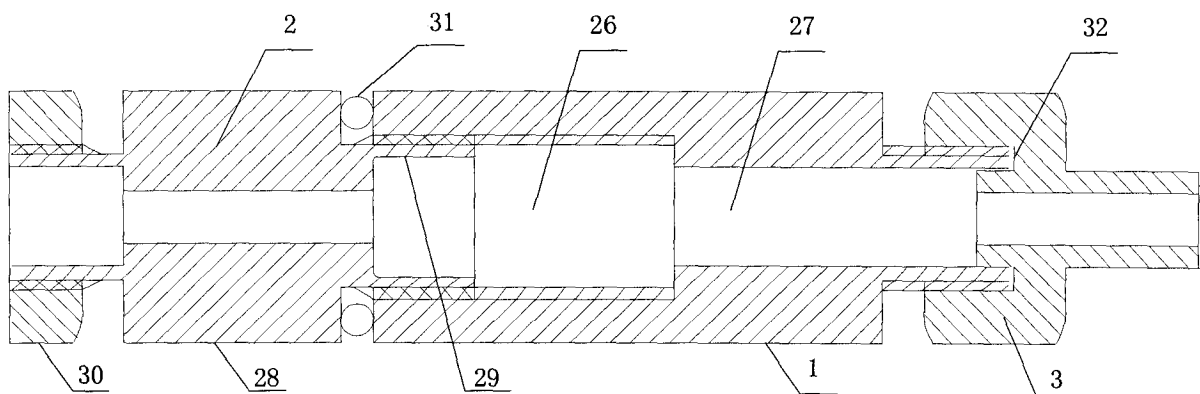


图 2



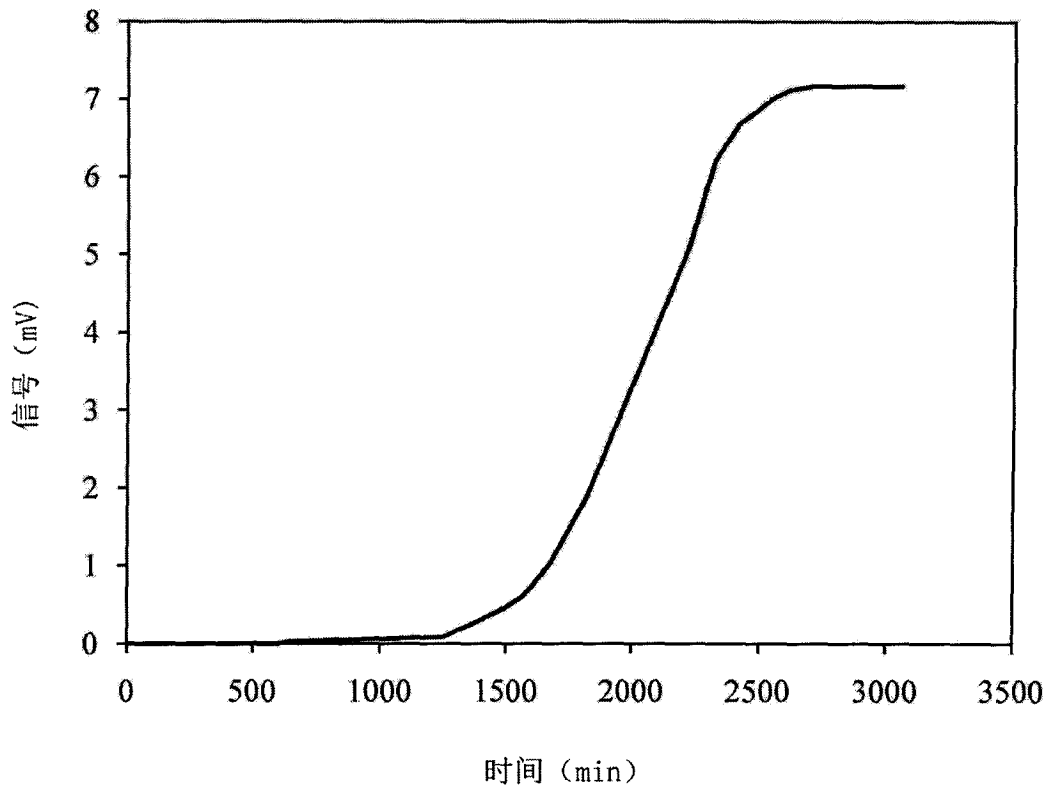


图 3

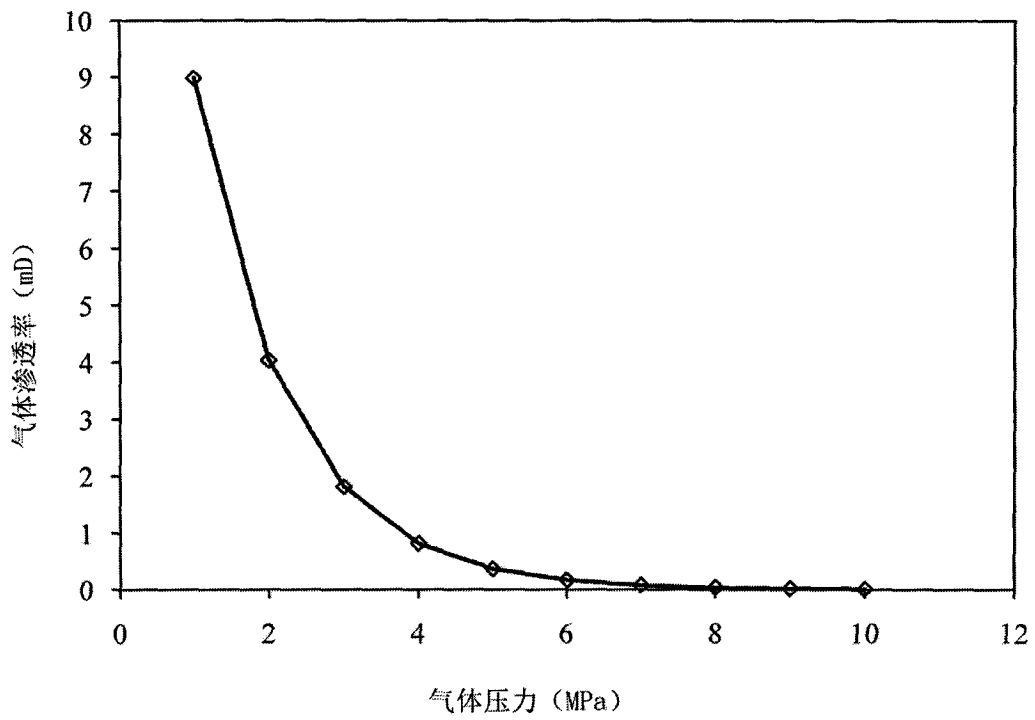


图 4