



УКРАЇНА

(19) UA (11) 49528 (13) A

(51) B 01N 1/04, G 01N 7/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВІНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД  
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ  
ВЛАСНИКА  
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ПОРИСТОСТІ ВИКОПНОГО ВУГІЛЛЯ

1

2

(21) 2001128887

(22) 21 12 2001

(24) 16 09 2002

(46) 16 09 2002, Бюл. № 9, 2002 р.

(72) Поляков Петро Іванович, Слюсарев Владислав Володимирович, Василенко Тетяна Анатолівна, Тютенко Вячеслав Степанович

(73) ДОНЕЦЬКИЙ ФІЗИКО-ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) Спосіб визначення загальної пористості викопного вугілля, що полягає у визначенні сумарного

вільного об'єму порожнин, який відрізняється тим, що за розміром внутрішнього каналу посудини високого тиску готують циліндричний зразок досліджуваного вугілля, вимірюють чи розраховують об'єм зразка в нормальних умовах, поміщають у посудину високого тиску і впливають на нього одноосовим тиском не менш 1,3 ГПа, вимірюють об'єм зразка за зазначеним тиском і за різницею початкового і кінцевого об'ємів зразка визначають анігльований вільний об'єм порожнин

## Галузь техніки

Винахід відноситься до галузі вимірювальної техніки і може знайти застосування в газовій і вугільній промисловості для оцінки газоемності викопного вугілля при прогнозі викидонебезпеки вугільних пластів, багатогазності пресських виробок шахт і прогнозуванні запасів природного газу при видобутку його з вугільних пластів

## Рівень техніки

У результаті численних досліджень встановлено, що одним з важливих параметрів, що характеризують багатогазність пресських вироблень шахт і викидонебезпеку вугільних пластів, є природна метаномісність вугільних пластів, яка корелює з метаномісністю вугільної речовини. Метаномісність, тобто кількість метану, що може міститися у визначених умовах у викопному вугіллі, тісно пов'язана зі структурою вугільної речовини - високопористого вуглецевого матеріалу

Усі запропоновані раніше методи визначення пористості дозволяють врахувати тільки відкриту пористість - об'єм відкритих пор, що приходяться на одиницю маси вугілля. Про це свідчать масштаби одержуваних таким способом значень пористості - менш  $0,1 \text{ см}^3/\text{г}$ , у той час як сумарний об'єм закритих пор може складати більш  $0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ , тобто перевищувати величину відкритої пористості викопного вугілля [Алексеев А.Д., Синолицкий В.В., Василенко Т.А., Сереброва Н.Н., Кирюков В.В., Козлитин А.А., Изотова И.А. Закрытые поры ископаемых углей. ФТПРПИ 1992 р., № 2, с. 99 - 106]

Відомим є спосіб визначення дійсної й удава-

ної щільностей і пористості вугілля, в основу якого покладений ГОСТ 2160-92 (ГОСТ 2160-82) ("Методические указания по определению содержания сорбированного и свободного метана в ископаемых углях" - Макеевка-Донбасс. МакНИИ МУП СССР, 1977 г., стр. 37 - 41), у якому загальний об'єм пор  $V_p$  одиниці маси вугілля визначається

через різницю  $V_n = V_1 - V_2$  питомих об'ємів вугілля, що у свою чергу виражається через удавану

$d_k$  і дійсну  $d_d$  щільності вугілля  $V_1 = d_k^{-1}$ ,

$V_2 = d_d^{-1}$  Перебування удаваної щільності  $d_k$

проводять пікнометрично на шматочках вугілля об'ємом від 1 см до 5 см. Дійсна щільність  $d_d$  визначається по відібраних пробах вугілля масою близько 10 г, здрібненим до фракції 0,2 мм пікнометричним методом

Недоліком способу є визначення об'єму по різниці щільностей, що приводить до помилки у визначенні повної пористості через зневагу закритої пористості порядку 100 - 200%, що впливає на точність виміру

У виді цих недоліків були розроблені сорбційні методи визначення пористості викопного вугілля, що враховують закрити пористість, шляхом насичення зразків газом. Ці методи є непрямими методами оцінки вільного об'єму, оскільки подають інформацію не про пористість викопного вугілля, а про взаємодію газу з протяжною внутрішньою по-

(13) A

(11) 49528

(19) UA

верхню викопного вугілля, що приводить до істотних розходжень у величинах пористості при використанні різних газів. Крім того, в об'ємному сорбційному методі визначення пористості викопного вугілля, пористість визначається як різниця між загальною кількістю газу закопсаного в установку і кількістю газу поза зразком, тобто мала величина, що шукається, вільного об'єму викопного вугілля визначається як різниця двох великих величин, що приводить до істотної погрішності вимірів. Виявлений недавно ефект сорбційного набрякання, що приводить до збільшення об'єму вугільної речовини під газовим тиском, так само вносить істотну погрішність.

Відомим є спосіб визначення пористості викопного вугілля "Способ определения пористости материалов" по авторському посвідченню СРСР № 1622805 із пріоритетом від 23 05 1988, БІН № 3 від 23 01 91 (5G01N24/08, G01N15/08), що включає вимір величин тисків газу в камері при наявності в ній зразка до і після стабілізації тиску в камері, та має ту відмінність від аналогів, що до приміщення зразка у камеру ведуть процес повного висушування і дегазації, який контролюється по спектрі сигналу ЯМР і насиченні зразка газом при температурі 60 - 100°C, що полегшує процес твердотільної дифузії молекул газу в закриті пори.

Недоліками способу є велика трудомісткість, складність експериментального устаткування, тривалий час експерименту, недостатня вірогідність одержуваних результатів, і не ясний фізичний зміст.

Загальними ознаками відомого рішення, і рішення, що заявляється, є визначення вільного об'єму порожнеч викопного вугілля по різниці об'ємів.

Сутність винаходу

В основу винаходу поставлена задача удосконалення способу визначення загальної пористості викопного вугілля, у якому за рахунок використання впливу високого тиску на зразок досягається підвищення точності і вірогідності вимірів, а так само досягається істотне зниження витрат часу і матеріально-технічних засобів на визначення пористості викопного вугілля.

Рішення поставленої задачі досягається тим, що в способі визначення загальної пористості викопного вугілля, заснованого на визначенні сумарного вільного об'єму порожнеч, що відрізняється тим, що по розмірі внутрішнього каналу судини високого тиску готують циліндричний зразок досліджуваного вугілля, вимірюють чи розраховують об'єм зразка в нормальних умовах, поміщають у судину високого тиску і впливають на нього одноосовим тиском не менш 1,3 ГПа, вимірюють об'єм зразка при зазначеному тиску і по різниці початкового і кінцевого об'ємів зразка визначають анігльований вільний об'єм порожнеч. По отриманим даним визначають вільний об'єм зразка, що виражається як відносна зміна об'єму

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{V_2 - V_1}{V_1} * 100\% \quad (1)$$

де  $V_1$  - об'єм зразка при атмосферному тиску,  
 $V_2$  - об'єм зразка при тиску 1,3 ГПа

Пористість розраховується як

$$P = \frac{V_1 - V_2}{m} \quad (2)$$

Де  $P$  - пористість зразка,  $\text{см}^3/\text{г}$ ,  $m$  - маса зразка

Відомі судини високого тиску і малого об'єму, які застосовуються при проведенні фізичних експериментів, називані, як бомби високого тиску, які виконані з берилієвої бронзи, і що дозволяють створювати тиск середовища до 1,4 ГПа. Використана авторами бомба приведена на фіг 1 (1 - верхня плита гідравлічного преса, 2 - нижня плита преса, 3 - поршень, 4 - камера високого тиску, 5 - протискруйзійні кільця, 6 - замикаюча пробка, 7 - стопорна гайка, 8 - індикатор зсуву годинного типу ІЧ 10, 9 - зразок, досліджується).

При виготовленні камери використовувалася методика поршень-циліндр. Основними параметрами конструкції є внутрішній діаметр  $d = 7\text{мм}$ , зовнішній діаметр  $D = 31\text{мм}$ , і довжина робочої частини  $l = 80\text{мм}$ . Корпус (4) виготовлений з берилієвої бронзи БрБ2, шток (3) - із ШХ-15. Для запобігання екструзії стиснутого матеріалу в канал уведені протиекструзійні кільця (5).

Запропоноване рішення засноване на експериментальних результатах, що отримані авторами. На фіг 2 приведена залежність відносної зміни об'єму зразка викопного вугілля марки ЮЖ (шахта "Засядько", шар І<sub>4</sub>)

Тиск 1,3 ГПа обрано граничним тому, що крива відносної зміни об'єму під тиском має характер експоненти, і в області тисків близько 1,4 ГПа приріст відносної зміни об'єму практично несуттєвий, оскільки експонента випогажується. Подальший приріст відносної зміни об'єму не перевищує 1 - 2%. Тиск у камері створюється за допомогою передачі зусилля гідравлічного преса через поршень і визначається по манометру гідравлічного преса.

Методика проведення досліджень полягала в наступному. Початковий об'єм зразка  $F$  розраховували зі співвідношення

$$V_1 = m/\rho \quad (3)$$

де  $m$  - маса зразка при атмосферному тиску,  $\rho$  - удавана щільність при атмосферному тиску.

Удавану щільність шматка викопного вугілля визначали за ГОСТ 2180-92. Зі шматка викопного вугілля з визначеною щільністю виготовляли зразок, що не перевищує по розмірах внутрішнього простору камери високого тиску. Зразок зважували на аналітичних вагах для визначення його маси. Потім зразок поміщали в камеру високого тиску типу поршень-циліндр, ущільнювали протиекструзійними кільцями і прикладали тиск аж до 1,4 ГПа. По положенню поршня в камері після стабілізації тиску визначали об'єм зразка під тиском.

Об'єм зразка  $V_2$  під тиском у камері розраховувався як

$$V_2 = \frac{\pi d^2}{4} l - V_k \quad (4)$$

Де  $d$  - внутрішній діаметр камери під тиском,  $l$  - довжина зразка в камері під тиском, обумовлена положенням поршня в камері,  $V_k$  - об'єм протиекструзійних кілець.

Приклад конкретного виконання

Удавана щільність шматка викопного вугілля марки КЖ (Шахта "Засядько", шар І<sub>4</sub>) склапа 1,2г/см<sup>3</sup>

Зі шматка був виготовлений зразок приблизно циліндричної форми діаметром 7мм і висотою 29,2мм. Маса зразка склапа 0,9759г

Зразок був поміщений у камеру високого негидростатичного тиску з діаметром внутрішнього каналу 7мм і робочою довжиною 40мм. Зразок був ущільнений протиекструзійними кільцями об'ємом 0,055см<sup>3</sup>

До зразка в камері був прикладений тиск (див фіг 2) аж до 1,4 ГПа. Довжина зразка в камері під тиском визначена по положенню поршня склапа 16,51мм

По формулі (3) початковий об'єм зразка склав  $V = 0,9759/1,2 = 0,81325\text{см}^3$

По формулі (4) об'єм зразка під тиском склав

$$V_2 = \frac{3,14 \cdot (0,7)^2}{4} \cdot 1,651 - 0,055 = 0,580167\text{см}^3$$

По формулі (1) вільний об'єм зразка склав

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0,58 - 0,8132}{0,8132} \cdot 100\% = 28,67\%$$

Пористість по формулі (2)

$$\Pi = \frac{0,8132 - 0,58}{0,9759} = 0,238\text{см}^3/\text{м}$$

Основну погрішність вносить визначення об'

єму зразка викопного вугілля під тиском. З огляду на те, що об'єм протиекструзійних кілець визначається зі співвідношення (3) з параметрами для БрБ2, для формули (4) сумарна помилка вимірів  $\sigma_v$  розраховується як

$$\sigma_v = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial d}\right)^2 \Delta d^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial l}\right)^2 \Delta l^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial m}\right)^2 \Delta m^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial \rho}\right)^2 \Delta \rho^2} \quad (5)$$

де  $\Delta d = 0,06005\text{мм}$  - помилка визначення діаметра каналу камери під тиском, з урахуванням розширення,

$\Delta l = 0,01\text{мм}$  - помилка визначення довжини зразка в камері,

$\Delta m = 0,00005$  - помилка визначення маси,

$\Delta \rho = 0,005$  - помилка визначення щільності,

$$\sigma_v = \sqrt{\left(\frac{\pi d^2}{2}\right)^2 \Delta d^2 + \left(\frac{\pi d^2}{4}\right)^2 \Delta l^2 + \left(-\frac{1}{\rho}\right)^2 \Delta m^2 + \left(\frac{m}{\rho^2}\right)^2 \Delta \rho^2} \quad (6)$$

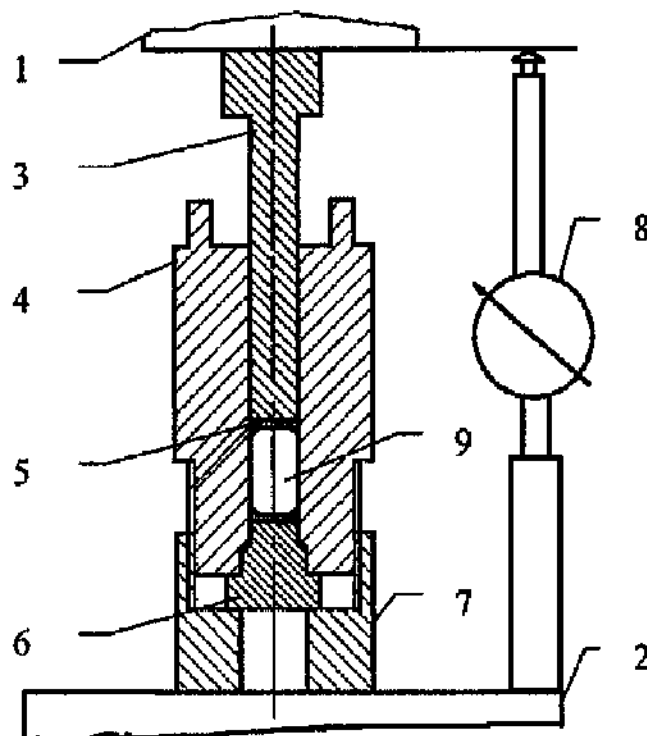
$$\sigma_v = \sqrt{532,6 + 0,14795 + 0,0029 + 16,867} = 23,4 \quad (7)$$

погрішність вимірів

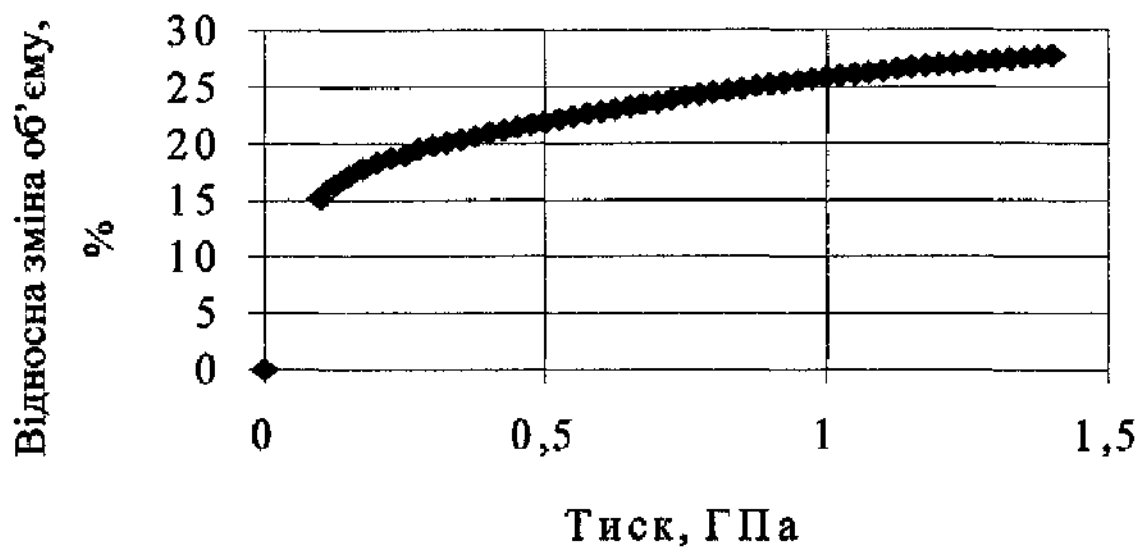
$$\sigma_v/V = 23,4/580 = 0,04 \quad (8)$$

Враховуючи розширення каналу камери під тиском ( $\Delta d$  у такому випадку становить 0,001 мм) помилка зменшується до -1%

Таким чином, запропонований спосіб дозволяє підвищити технологічність вимірів, скоротити час експерименту і досягти необхідної точності і вірогідності визначення загальної пористості



Фіг. 1



Фіг. 2

---

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 – 20 – 90

---

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 – 32 – 71