

Применение технологий лазерной спектроскопии для измерения эмиссии метана из образцов угольных пластов Кузбасского бассейна

О.В. Тайлаков¹, Е.Л. Счастливец¹, М.П. Макеев¹,
В.А. Капитанов², К.Ю. Осипов², Ю.Н. Пономарев^{2*}

¹ Институт угля и углехимии СО РАН
650610, г. Кемерово, ул. Рукавишниковая, 21

² Институт оптики атмосферы им. В.Е. Зуева СО РАН
634021, г. Томск, пл. Академика Зуева, 1

Поступила в редакцию 1.09.2008 г.

Предложена методика применения высокочувствительного детектора метана на основе диодного лазера для исследования содержания метана в образцах угольных пластов и кинетики его истечения в атмосферу. Методика характеризуется высокой точностью измерения содержания метана в образцах, простотой проведения эксперимента, а также малым значением массы образцов угля, необходимого для анализа. Представлены результаты измерений эмиссии метана из образцов угля Кузбасского бассейна, показана кинетика истечения метана из образца, и определен уровень остаточного содержания метана в пробе: $2,06 \cdot 10^{-4}$ кг/кг.

Ключевые слова: диодный лазерный детектор; угольный метан; измерение концентрации.

Введение

Разработка угольных месторождений сопровождается интенсивным высвобождением содержащегося в угле газа. При нарушении целостности угольного пласта газ выделяется из пласта и поступает в выработанное пространство и горные выработки. Выделяющийся из угля газ состоит в основном (~98%) из метана, и его скопление может привести к взрыву газа и угольной пыли, пожару и внезапному выбросу газа. Кроме того, метан, поступающий в атмосферу вследствие дегазации угольных пластов и вентиляции горных выработок, участвует в процессе глобального потепления. Исследование содержания метана в угле и особенно кинетики его истечения дает физический базис для обоснования рентабельности добычи и переработки угольного метана, позволяет прогнозировать внезапные выбросы метана, разрабатывать способы борьбы с ними [1].

Для определения объема газа в угольных пластах используются образцы угля, отобранные по специальной методике в реальных условиях в шахтах. В настоящее время для проведения десорбционных тестов и определения газоносности в ИУУ

СО РАН применяется оборудование компании Raven Ridge Resources (США), включающее набор герметичных сосудов для размещения в них образцов угля, термостаты для поддержания заданной температуры образцов и манометры для определения выделившегося объема газа. При оценке газоносности угольных пластов применяются подходы, изложенные в методике [2], а также программно-аналитическое обеспечение, разработанные с учетом рекомендации Gas Technology Institute (США) для определения газоносности угольных пластов [3].

В настоящей статье предлагается новая методика для измерения кинетики эмиссии метана и его содержания в образцах угля с использованием высокочувствительного лазерного детектора метана.

Лазерный газоанализатор метана

Газоанализатор метана представляет собой лазерный спектрометр на базе перестраиваемого по частоте Фабри–Перо диодного лазера (ДЛ) и многопроходной оптической кюветы [4]. Блок-схема детектора изображена на рис. 1.

Детектор включает в себя:

1) оптическую часть, состоящую из диодного лазера; двух оптических кювет, одна — многопроходная с перестраиваемой длиной оптического пути (аналитический канал), другая — однопроходная (реперная); двух фотодетекторов (ФД) и фокусирующей оптики;

2) персональный компьютер (Pentium);

* Олег Владимирович Тайлаков (tailakov@uglemetan.ru); Евгений Леонидович Счастливец; Максим Петрович Макеев; Венедикт Андреевич Капитанов (kvan@asd.iao.ru); Константин Юрьевич Осипов; Юрий Николаевич Пономарев.

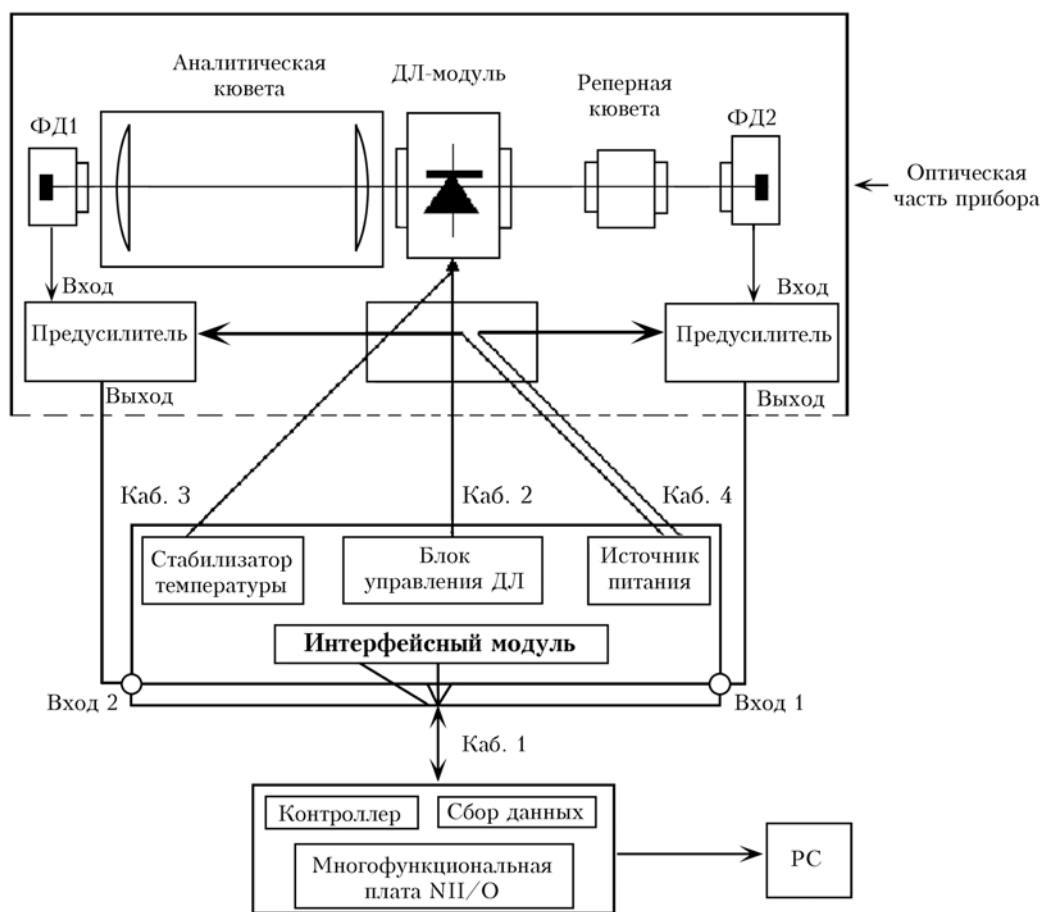


Рис. 1. Блок-схема лазерного детектора метана

3) многофункциональную Input/Output плату **AT-MIO-16E1** (либо **AT-MIO-16E4**), производимую компанией «National Instruments Inc.» (NI-DAQ board), вставленную в шину PCI-компьютера;

4) интерфейсный модуль (ИМ) в передней панели компьютера;

5) программу управления детектором.

В качестве источника излучения в газоанализаторе используется GaInPAs ДЛ. Рабочая температура $0 \dots +50 \text{ }^\circ\text{C}$. Частота излучения лазера перестраивается изменением тока и температуры в диапазоне $6000\text{--}6080 \text{ см}^{-1}$ ($1,645\text{--}1,666 \text{ мкм}$), где наблюдаются достаточно сильные линии поглощения метана. Диодный лазер излучает несколько (5–10) продольных мод, причем мощность излучения одной из них составляет порядка 70% от суммарной мощности излучения лазера (3 мВт), ширина отдельной моды излучения ДЛ $\sim 10^{-3} \text{ см}^{-1}$. Лазер смонтирован на элементе Пельтье. Настройка частоты излучения наиболее мощной моды на частоту центра линии поглощения метана производится изменением температуры ДЛ. Для измерения температуры ДЛ в приборе используется датчик температуры (термистор), расположенный вблизи лазера. Долговременная стабильность температуры ДЛ составляет 10^{-2} град.

Диодный лазер работает в импульсно-периодическом режиме с периодом 4,5 мс и длительностью импульса 4 мс. Импульсы тока, питающие лазер, имеют трапециевидную форму. Это дает возможность осуществить развертку частоты излучения ДЛ в диапазоне около 1 см^{-1} за время одного импульса и зарегистрировать спектр пропускания отдельной линии метана. ДЛ излучает в двух противоположных направлениях. Основное излучение лазера поступает в аналитическую многопроходную оптическую кювету, на выходе которой расположен фотоприемник. При этом через аналитическую кювету непрерывно прокачивается атмосферный воздух.

Излучение лазера в другом направлении проходит через реперную кювету, заполненную смесью метана с азотом при определенной концентрации метана, и попадает на другой фотоприемник. Метод определения концентрации метана основан на вычислении корреляционной функции формы сигналов (спектров поглощения смеси «метан–азот» и атмосферного воздуха) в обоих каналах. Это позволяет достигнуть высокой селективности прибора по отношению к другим газам.

В аналитической многопроходной кювете использовалась матричная система Чернина с базовой длиной 0,75 м и длиной оптического пути 157,5 м

(при коэффициенте отражения зеркал 0,998). Объем кюветы 14 л. Непрерывная прокачка атмосферного воздуха через кювету производилась мембранным насосом производительностью $1,67 \text{ м}^3/\text{с}$.

Управление газоанализатором осуществляется посредством платы NI-DAQ и ИМ (см. рис. 1). ИМ обеспечивает согласование платы NI-DAQ с оптической частью прибора. Многофункциональная плата NI-DAQ (AT-MIO-16E4) содержит: два выходных канала (ЦАП), входной канал (АЦП), который может работать с 16 входами при использовании мультиплексора, таймер и буферную память. Два ЦАП платы NI-DAQ используются для питания лазера и элемента Пельтье. На АЦП платы NI-DAQ подаются сигналы с фотоприемников реперного канала (вход 1), аналитического канала (вход 2) и с датчика температуры.

Для питания ДЛ программа управления включает генерацию цугов импульсов тока трапециевидной формы. Параметры импульсов задаются так, чтобы обеспечить оптимальный режим генерации ДЛ (т.е. настройку на линию поглощения метана) и достаточное число точек (200–1000) в каждом импульсе. Такой режим генерации (от 20 до 170 импульсов) в цуге дает возможность проводить обработку усредненных за каждый цуг сигналов за интервал времени между цугами.

Режим выхода на заданную температуру ДЛ и ее стабилизация производятся в программном модуле управления с учетом пропорциональной (P), интегральной (I) и дифференциальной (D) компоненты. Дополнительно программный модуль позволяет осуществлять стабилизацию частоты по положению центра линии поглощения метана в реперной кювете.

Обработка сигналов с предусилителей фотоприемников и вычисление концентрации метана производятся с помощью программы управления синхронно с генерацией импульсов лазера. Вначале сигналы в обоих каналах (входы 1 и 2) усредняются по цугу импульсов, затем в усредненных сигналах выделяется участок, включающий линию поглощения метана. Далее вычисляется форма этой линии с учетом ширины и формы контура линии излучения лазера и производится трехступенчатое дифференцирование сигналов на выделенном участке с усреднением высоких частот для выделения слабой линии поглощения в аналитическом канале. Затем вычисляется коэффициент корреляции продифференцированных сигналов, который пропорционален концентрации метана в аналитическом канале.

Программа управления газоанализатором метана создана в среде LabView (версия 5.0), работающей под Windows-95 (или 98), и включает в себя два программных модуля **DRIVE.vi** и **METHOD.vi**. Программа **DRIVE** является основной программой, используемой для запуска всех программных модулей. Этой программой осуществляется управление блоком ДЛ и другими программными модулями. В модуле **METHOD** производится обработка сиг-

налов и вычисление концентрации метана. Вычисленное значение передается обратно в программу **DRIVE**, где функция зависимости концентрации от времени выводится на график в режиме реального времени с одновременной записью в файл.

На основании проведенных лабораторных тестирований прибора, а также полевых измерений [4] были определены его основные технические параметры:

Пороговая чувствительность детектора метана – $0,03 \text{ ppm}$.

Диапазон концентраций метана $0,03\text{--}10000 \text{ ppm}$ (1%) (для более высоких концентраций прибор можно применять, изменив методику измерений).

Относительная погрешность измерений фоновой концентрации метана – примерно 50% и определяется долговременной нестабильностью, обусловленной дрейфом нуля ($\pm 0,5 \text{ ppm}$ за 5 ч). Для ее учета определение и корректировку нуля необходимо проводить каждые 3 ч.

Селективность анализатора метана по отношению к CO_2 – $4 \cdot 10^5$, к CO – более 10^6 , к H_2O – 10^5 , к пропану и бутану – $2 \cdot 10^4$.

Время одного измерения – $2 \text{ мс} + 12 \text{ с}$.

Постоянная времени всего детектора в целом с учетом производительности насоса ($9,4 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3/\text{с}$) и объема кюветы ($0,014 \text{ м}^3$) – 99 с.

Общая масса прибора без компьютера – 15 кг.

Габариты – $0,50 \times 0,50 \times 0,95 \text{ м}^3$.

Методика измерения и результаты

Для исследования кинетики выделения метана и определения газоносности угольных пластов используются образцы угля, отобранные по специальной методике в реальных условиях в шахтах [2]. Угольные образцы отбираются в виде кернов из скважин или угольного шлама из шпуров, пробуренных в угольный пласт. При отборе образцов угля регистрируются время, затраченное на их извлечение из угольного пласта, температура и барометрическое давление. Извлеченный уголь помещается в герметичный сосуд, который транспортируется в лабораторию для проведения измерений.

Масса метана Q (кг/кг), выделившегося из единицы массы образца угля, и временная зависимость скорости его выделения $F(t) = \Delta Q(t)/\Delta t$ определяются измерением концентрации метана $C(t)$ (кг/м³) в аналитической кювете лазерного газоанализатора метана. Перед началом измерений через аналитическую кювету прокачивается атмосферный воздух и регистрируется концентрация метана в атмосфере $C_0(t)$. При проведении измерений герметичный сосуд с образцом угля посредством клапана соединяется с аналитической кюветой и атмосферный воздух последовательно прокачивается через сосуд с пробой угля и аналитическую кювету газоанализатора (рис. 2).

Рассмотрим баланс массы метана на входе и выходе детектора метана. За время транспортировки образца Δt_a (с) и время измерения Δt_m (вре-

мя, в течение которого атмосферный воздух последовательно прокачивается через сосуд с пробой угля и аналитическую кювету газоанализатора) в герметичный сосуд из образца угля поступит масса метана

$$Q = \int_{\Delta t} F(t) M_{\text{угля}} dt, \quad (1)$$

где $\Delta t = \Delta t_a + \Delta t_m$; $M_{\text{угля}}$ – масса образца угля.

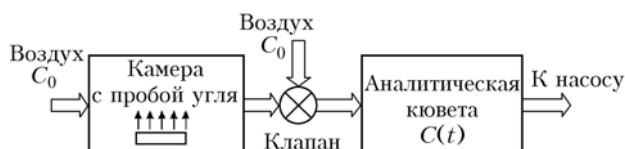


Рис. 2. Схема проведения эксперимента

При прокачке атмосферного воздуха через сосуд с образцом угля и аналитическую кювету в газоанализатор поступит масса метана

$$M_+ = Q + S_0 \int_{\Delta t_m} C_0(t) dt, \quad (2)$$

где S_0 – объем газа при атмосферном давлении, который проходит через аналитическую кювету в единицу времени, $\text{м}^3/\text{с}$.

С другой стороны, масса метана, которая пройдет через аналитическую кювету детектора за время измерения Δt_m :

$$M_- = S_0 \int_{\Delta t_m} C(t) dt. \quad (3)$$

Приравнявая выражения (2) и (3), получаем искомое значение массы метана

$$Q = \frac{S_0 \int_{\Delta t_m} (C(t) - C_0(t)) dt}{M_{\text{угля}}}. \quad (4)$$

Поскольку измерение концентрации $C_0(t)$ в промежутках Δt_m не представляется возможным, и ее изменения меньше, чем собственная чувствительность детектора, то величина $C_0(t)$ в (4) может быть заменена ее средним значением, измеренным предварительно:

$$Q = \frac{S_0 \int_{\Delta t_m} (C(t) - C_{0m}) dt}{M_{\text{угля}}}, \quad (5)$$

где

$$C_{0m} = \frac{1}{\Delta t_a} \int_{\Delta t_a} C(t) dt. \quad (6)$$

Регистрация временной зависимости концентрации метана в воздухе, прошедшем объем с образцом угля, позволяет также исследовать кинетику выделения метана из образца:

$$F(t) = \frac{S_0 (C(t) - C_{0m})}{M_{\text{угля}}}. \quad (7)$$

Тестирование методики проводилось на образце угольного шлама (рис. 3) весом $78,7 \cdot 10^{-3}$ кг, взятого с глубины 300 м 03.12.2007 г. Образец был помещен в герметичный объем за 1 ч до начала измерений.



Рис. 3. Образец угольного шлама для анализа

На рис. 4 представлены результаты регистрации концентрации метана при прокачке воздуха через объем с образцом.

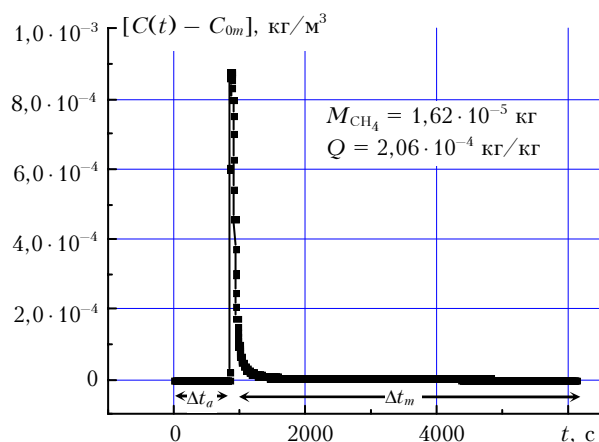


Рис. 4. Временная зависимость концентрации метана, выделившегося из образца рис. 3

Скорость прокачки S_0 составила $1,65 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3/\text{с}$. Для расчета выделившейся массы метана были использованы приведенные выше формулы (4)–(6). Рис. 5 демонстрирует кинетику выделения метана.

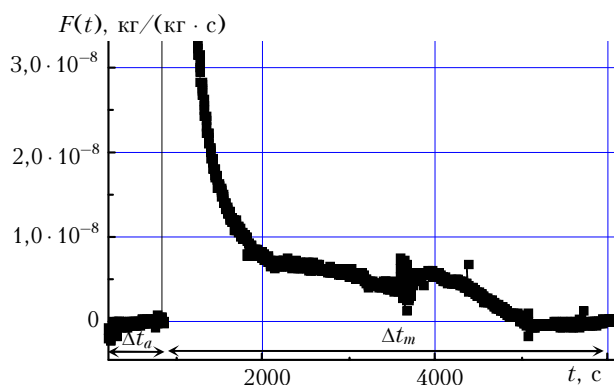


Рис. 5. Кинетика десорбции метана из угольного образца

Заклучение

В настоящей статье представлена методика применения высокочувствительного детектора ме-

тана на основе диодного лазера для исследования содержания метана в образцах угольных пластов. В отличие от используемых методик оценки газоносности угольных пластов применение лазерного детектора позволяет регистрировать именно содержание метана в углях, а также исследовать кинетику его истечения в атмосферу. Методика характеризуется простотой проведения эксперимента, а также уменьшением массы образцов угля для анализа и времени анализа более чем на 2 порядка.

1. Алексеев А.Д., Василенко Т.А., Гуменник К.В., Калугина Н.А., Фельдман Э.Л. Диффузионно-фильтрационная модель выхода метана из угольного пласта // Ж. техн. физ. 2007. Т. 77. Вып. 4. С. 65–74.
2. Инструкция по определению и прогнозу газоносности угольных пластов и вмещающих пород при геолого-разведочных работах. М.: Недра, 1977. 95 с.
3. *Determining Coalbed Gas Content*: Published by Gas Research Institute Chicago, Illinois, U.S.A., 1995. P. 3.1–10.20.
4. Капитанов В.А., Пономарев Ю.Н., Тырышкин И.С., Криволицкий Н.П. Пространственное распределение метана над водной поверхностью оз. Байкал // Оптика атмосф. и океана. 2004. Т. 17. № 8. С. 617–620.

O.V. Tailakov, E.L. Schastlivtsev, M.P. Makeev, V.A. Kapitanov, K.Yu. Osipov, Yu.N. Ponomarev.
Laser spectroscopy techniques in measurements of methane emission from Kuzbas coal samples.

A technique with the use of a high-sensitive methane detector based on a diode laser is suggested for studying methane concentration in coal samples and kinetics of its outflow into the atmosphere. The technique is characterized by high measurement accuracy, ease of experiment, and small amount of coal samples required for the analysis. Measurement results of methane emission from Kuzbas coal samples are given, kinetics of its outflow into the atmosphere is described, and methane residual level of a coal sample is determined as $2.06 \cdot 10^{-4} \text{ kg/kg}$.