

文章编号:0253-9993(2013)03-0430-05

微焦点显微 CT 在煤岩热解中的应用

孟巧荣¹,赵阳升²,胡耀青²

(1. 太原理工大学 矿业工程学院,山西 太原 030024;2. 太原理工大学 采矿工艺研究所,山西 太原 030024)

摘要:详细介绍了 μ 225 kV 微焦点显微 CT 试验系统的结构及功能,该试验系统的焦点尺寸 $<3 \mu\text{m}$,分辨率达到 $0.5 \mu\text{m}$,密度分辨率达到 0.3% ,是目前国内较为先进的显微 CT 系统,为岩石的微观研究提供了先进的试验设备。利用该试验系统详细地研究了煤岩在不同温度下孔隙裂隙结构的演化发展过程,研究表明:无烟煤在常温 $\sim 600 \text{ }^\circ\text{C}$ 的热解过程中,孔隙结构参数先增加后减小, $100 \sim 200 \text{ }^\circ\text{C}$ 孔隙结构变化最剧烈,小孔和大孔都增加,煤体连通性增加; $500 \sim 600 \text{ }^\circ\text{C}$ 孔隙率、比表面积减小,连通性下降;无烟煤在常温 $\sim 600 \text{ }^\circ\text{C}$ 的热解过程中,在 $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 集中产生了大量裂隙,裂隙分维数最大,随温度的升高,裂隙分维数不断减小,裂隙以“扩展—搭接—连通”为主。

关键词:CT;煤岩;热解;孔隙;裂隙

中图分类号:TU458 **文献标志码:**A

Research on micro-focus CT in application of pyrolysis of coal

MENG Qiao-rong¹, ZHAO Yang-sheng², HU Yao-Qing²

(1. School of Mining Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China; 2. Institute of Mining Technology, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: The paper introduced in detail the structure and function of μ 225 kV micro-focus CT system with $<3 \mu\text{m}$ focus size and $0.5 \mu\text{m}$ resolution ratio, and 0.3% density resolution ratio, which is the most advanced CT system in domestic and provided advanced equipment for micro-macro structure research of rock. Using this system, pore and crack structure of coal in different temperature were observed, the research results indicate that, during the pyrolysis of anthracite from room temperature to $600 \text{ }^\circ\text{C}$, the parameters of pore structure increase at the beginning and then decrease, the structure of pore change most acutely from $100 \text{ }^\circ\text{C}$ to $200 \text{ }^\circ\text{C}$, the quantities of the small and big pore all increase, the connectivity of coal goes up; at $500\text{--}600 \text{ }^\circ\text{C}$, porosity and specific surface area decrease, connectivity falls; During the pyrolysis of anthracite from room temperature to $600 \text{ }^\circ\text{C}$, a lot of cracks grow up suddenly and the crack fractal dimension is the largest at $200 \text{ }^\circ\text{C}$, during the temperature increasing gradually, the crack fractal dimension decreases gradually and the evolvement of cracks is mainly “extension-anastomosis-connection”.

Key words: CT; coal; pyrolysis; pore; crack

计算机断层成像技术(CT)是一种重要的无损检测技术(NDT),通过投影重建方法获取被检测物体的数字图像,全面解决了传统 X 射线摄影装置的几个缺点(影像重叠,密度分辨率低等)。工业 CT (ICT)是计算机断层成像技术的工业应用,目前也是一种飞速发展的高科技技术。工业 CT 技术能紧密、准确地再现物体内部的三维立体结构,能定量地提供

物体内部的物理、力学特性,如缺陷地位置及尺寸、密度的变化及水平,异型结构的形状及精确尺寸,物体内部的杂质及分布等,被国际无损检测界称为最佳无损检测手段。CT 技术在岩石领域的应用主要表现在岩石的损伤检测和岩芯的物理结构特征检测中。近年来,在许多学术刊物上报道了有关 CT 技术应用于岩石细观损伤特性试验研究的成果。文献[1-4]用

CT 机及与其配套的专用三轴加载设备进行了三轴和单轴条件下岩石的卸荷、蠕变、疲劳等损伤试验,研究了其破坏机理,推导出 CT 数与损伤变量之间的关系,并对岩石应力-应变全过程曲线进行了定量化分段,从工程应用出发,给出了岩石细观损伤演化方程及本构模型。CT 在岩石基本物理性质、特殊岩芯性质、岩芯地质特征描述、岩芯驱替和冻土研究等众多方面起到了重要作用^[5-7]。CT 扫描系统在岩石不被破坏的状态下进行岩石物理参数的测量与描述,测量裂缝和孔洞的宽度^[8],清楚地观察到岩芯的层理变化和非均质性特征,可以直观反映流体在孔隙介质中的渗流状态^[9],能对岩石样品的地质特征进行定量描述,特别是对孔隙和微裂缝的空间描述是其他技术无法比拟的。CT 对岩石微细观研究的最大难点是观测尺度较小,上述文献中 CT 只能观测到 0.1 mm 级,提高 CT 机的观测尺度对于岩石的微观结构研究具有重要的意义。笔者所在单位和工程物理研究院共同研制了 μ 225 kV 显微 CT 试验系统,观测尺度达到 0.5 μm ,系统的各项指标达到国际先进水平,在岩芯微观成像方面进行了探索性研究^[10-15]。

利用微焦点显微 CT 系统研究煤的双孔隙结构不仅可以研究到 0.5 μm 级的孔隙,更主要的是它可以将开放的和封闭的、连通的和不连通的孔隙全部看到,避免了利用压汞法和低温氮气吸附法只能测试到开放的、连通的有效孔隙的缺陷。

1 μ 225 kV 显微 CT 试验系统介绍

1.1 系统结构简介

μ 225 kV 显微 CT 实验系统是由太原理工大学和中国工程物理研究院应用电子研究所共同研制开发的微焦点高精度显微 CT 试验系统,主要包括 X 光机、探测器、转台、计算机控制系统和软件模块(图 1)。

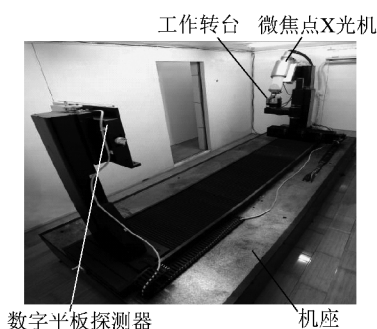


图 1 μ 225 kV CT 机结构

Fig. 1 Structure of μ 225 kV CT system

X 光机:采用 X 射线管-直线加速器,最小焦点尺寸 $< 3 \mu\text{m}$,最小焦距 4.5 mm,射线锥角 25° ,高压范围为 10 ~ 225 kV,电流为 0.01 ~ 3 mA。

数字平板探测器:为能分辨岩石内部的微小孔隙,显微 CT 系统的成像放大比需达到 200 ~ 500,该系统采用 Paxscan4030 平板探测器作为 X 射线接收器。该平板探测器成像窗口:406 mm \times 293 mm (3 200 \times 2 304 探元),具有多种成像模式,帧速 1 ~ 30 Frame/s,探元尺寸 0.127 mm,射线转换材料为 CsI,图像成像速率采用 12bit A/D 转换。

转台:由计算机控制的承托被测物的高精度转台可以在空间沿三轴作直线运动和绕转轴转动。直线运动的定位精度 $< 0.01 \text{ mm}$,直线度 $< 0.02 \text{ mm}$,转台旋转角度分辨率为 655 360 step/rev,转台旋转重复定位精度 $\pm 5 \text{ s}$ 。

1.2 系统功能

采用微焦点锥束射线三维显微层析技术,对微小试件做透照投影放大扫描,并以这种扫描采集的二维数字透照显微图像(μDR),重建其内部介质结构、形态,并进行三维可视化的高分辨力成像。由于采用微焦点 X 射线源,焦点尺寸在微米量级 ($< 3 \mu\text{m}$),故能以较高的空间分辨率进行图像重建。放大倍数 1 ~ 400,最小的孔隙分辨率达到 0.5 μm ,裂隙的检测能力为 1 μm 。利用该系统对各种岩石进行无损检测时,既可达到高分辨率又可实现二维三维多层面多角度的实物检测,为岩石的微细观研究提供了一个很好的实验平台。

2 无烟煤的热解实验

2.1 实验设备及试样

无烟煤的热解实验采用 $\mu\text{CT}225 \text{ kV}$ FCB 型高精度显微 CT 试验系统和自制可控温的移动式小型氩气气氛炉。应用气氛炉对煤进行热解,为了避免频繁夹放试件对 CT 扫描造成的不便,气氛炉固定在支架上,支架可以上下左右运动。热解时气氛炉移动到转台上,逐渐下放使煤样位于气氛炉内,加热完成后,再将气氛炉移去进行 CT 扫描。气氛炉和 CT 机在加热时的布局如图 2 所示。

试样采自山西晋煤集团赵庄矿的无烟煤,煤质指标见表 1。由于涉及到两种不同尺度的无烟煤的孔隙裂隙,为了在现有实验条件下最大限度地研究无烟煤的孔隙和裂隙,将煤样制成两种尺寸,一种是 $\phi 7 \text{ mm}$ 的,一种是 $\phi 1 \text{ mm}$ 的,每种尺寸取煤样 3 个,共 6 个煤样。在研究裂隙演化过程中,应用 $\phi 7 \text{ mm}$ 的煤样,研究孔隙时应用 $\phi 1 \text{ mm}$ 的煤样。在煤样选

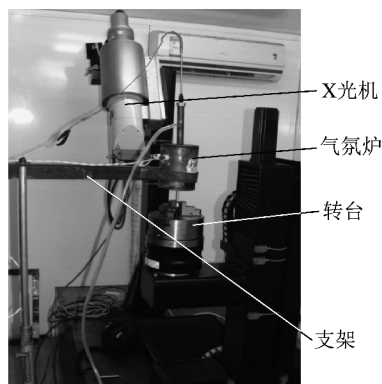


图2 加热时 CT 机和气氛炉位置

Fig. 2 Location map of CT system and ambient kiln when heating. 取时,尽量在煤块的中心取样,这样可以减少外在因素对实验数据的干扰(如风化干燥等)。

表 1 无烟煤煤质指标

Table 1 Coal quality indicators of anthracite

煤种	水分/ %	灰分/ %	挥发 分/%	硫分/ %	发热量/ (MJ · kg ⁻¹)
高级无烟煤	1.58	13.88	3.43	0.23	24.8

2.2 实验方法

先将其中一个煤样用石英棒支撑着夹在 CT 转台上,室温控制在 20 °C,进行室温下的 CT 扫描;完成后,移动气氛炉使煤样置于其炉膛内,进行加温,加热到设定的温度(100,200,300,400,500,600 °C)并恒温 0.5 h 后停止加热,自然冷却到室温,然后移去气氛炉,再进行 CT 扫描。在加热、恒温和自然冷却过程中,煤样一直处在氩气的氛围中。实验加热最高温度为 600 °C,升温速率为 10 °C/min,一个煤样连续加热—扫描,直到扫描了 600 °C 的煤样后方才结束。其他几个煤样也按上述过程进行加热扫描。

3 实验数据分析

3.1 无烟煤的孔隙结构

表 2 为无烟煤在热解过程中孔隙结构参数,由表 2 可以看出,无烟煤在常温~600 °C 的热解过程中,孔隙结构经过了 4 个阶段,其中突变温度有 2 个:200 °C 和 500 °C,200 °C 为最大突变温度。① 常温~100 °C:该阶段各参数几乎没有大的变化,该温度段主要从煤体中脱除排出外在水分和游离气体,这说明无烟煤中含的外在水分和游离气体较少。② 100~200 °C:所有参数都增加,且增加率都达到最大,孔隙率增加了 17.2%,总比表面积增加了 1 500 cm²/cm³,说明该阶段小孔和大孔都在增加,而且增加的大孔和小孔使煤体连通性增加了。根据煤体热解的特点可

知,无烟煤中富含吸附气体,又有煤中不稳定的侧链和桥键的断裂、脱羧基反应的发生,从而逸出 CO, CO₂ 等低分子气态挥发分,这些气体在溢出过程中伴随热破裂,最终形成孔隙裂隙网。③ 200~500 °C:此阶段孔隙率、总比表面积增加,但与 100~200 °C 时相比,增加的速度较慢,该温度段是无烟煤发生裂解反应和二次反应的阶段,主要是由于煤体化学变化导致的物理结构发生了变化。④ 500~600 °C:参数都减小,煤体在该阶段发生了缩聚反应,结果生成半焦,堵塞了部分孔隙,使孔隙率、比表面积连通团减少,煤体密度增加。

表 2 II 级无烟煤孔隙结构参数

Table 2 Pore structural parameters of anthracite II during pyrolysis

温度/°C	孔隙 率/%	逾渗概 率/%	总比表面积/ (10 ³ cm ² · cm ⁻³)
20	8.53	0.11	2.93
100	9.72	0.18	3.52
200	26.92	25.02	5.02
300	28.31	25.42	5.71
400	31.84	28.05	6.81
500	36.27	35.94	6.95
600	22.91	20.56	6.15

3.2 无烟煤的裂隙结构研究

图 3 为无烟煤第 600 层裂隙随温度的演化(电

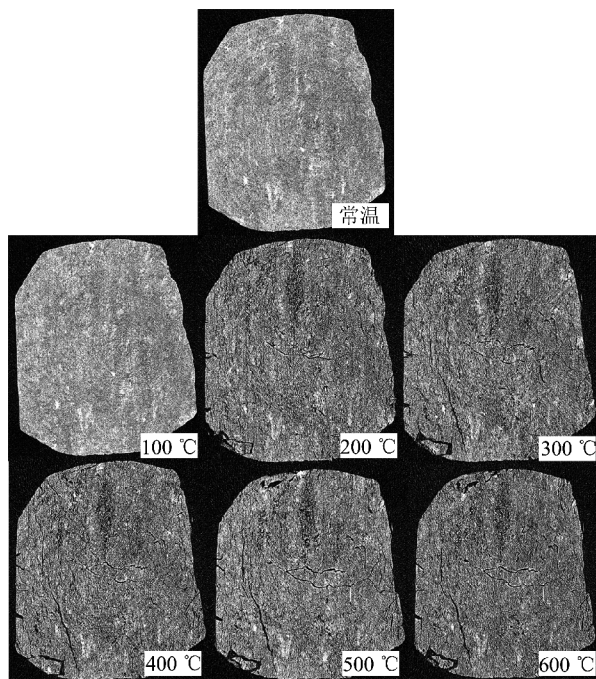


图 3 无烟煤第 600 层裂隙随温度的演化过程

Fig. 3 Crack evolution of the 600th section of anthracite with temperature

流 = 75 μ A, 电压 = 60 kV, 放大倍数 = 43), 无烟煤煤质分布比较均匀, 常温和 100 $^{\circ}$ C 时无裂隙产生, 煤质中水分较少, 没有产生失水裂隙。当温度升高到 200 $^{\circ}$ C 时, 无烟煤中突然萌生了很多裂隙, 裂隙短而弯曲, 顺层理集中分布, 这些裂隙随温度升高, 不断向两边扩展, 相互搭接连通。200 $^{\circ}$ C 时还产生了 3 条垂直层理方向的裂隙, 短小而直, 这些裂隙产生于硬质颗粒旁。当温度升高到 300 $^{\circ}$ C 时, 顺层理方向产生了 2 条较长的裂隙, 其中一条在温度达到 500 $^{\circ}$ C 时一端穿透煤样。

表 3 为无烟煤的裂隙分维数和分布初值在 200 ~ 600 $^{\circ}$ C 的变化情况, 分形维数随温度的升高而减小, 分布初值逐渐增加, 说明无烟煤从 200 $^{\circ}$ C 急剧产生了大量裂隙后, 随温度的升高, 大裂隙增加比小裂隙增加快, 裂隙主要以“扩展—搭接—连通”为主。

表 3 无烟煤不同温度下裂隙分形参数

Table 3 Crack fractal parameters of anthracite under different temperatures

温度/ $^{\circ}$ C	分形维数	分布初值	相关系数
200	1.891 3	2 228	0.991 0
300	1.657 5	2 357	0.995 4
400	1.618 2	3 115	0.996 9
500	1.592 3	3 311	0.994 1
600	1.573 5	3 786	0.996 9

4 结 论

(1) 无烟煤在常温 ~ 600 $^{\circ}$ C 的热解过程中, 孔隙结构经过了 4 个阶段, 200 $^{\circ}$ C 和 500 $^{\circ}$ C 是 2 个突变点, 200 $^{\circ}$ C 为最大突变温度。常温 ~ 100 $^{\circ}$ C 孔隙结构没有大的变化; 100 ~ 200 $^{\circ}$ C 孔隙结构变化剧烈, 小孔和大孔都增加, 煤体连通性增加; 200 ~ 500 $^{\circ}$ C 孔隙率、总比表面积增加, 但与 100 ~ 200 $^{\circ}$ C 时相比, 增加的速度较慢; 500 ~ 600 $^{\circ}$ C, 由于半焦的生成, 堵塞了部分孔隙, 使孔隙率、比表面积连通团减少。

(2) 无烟煤在常温 ~ 600 $^{\circ}$ C 的热解过程中, 在 200 $^{\circ}$ C 集中产生了大量裂隙, 随温度的升高, 裂隙不断扩展连通, 500 $^{\circ}$ C 时贯通煤样。200 ~ 600 $^{\circ}$ C, 裂隙分维数逐渐减小, 进一步说明 200 $^{\circ}$ C 后, 裂隙以“扩展—搭接—连通”为主。

参考文献:

[1] 杨更社, 谢定义, 张长庆. CT 技术在岩石损伤检测中的应用研究[J]. 实验力学, 1998, 13(4): 451-456.
Yang Gengshe, Xie Dingyi, Zhang Changqing. Application of CT technique in the damage detection of rock materials[J]. Journal of

Experimental Mechanics, 1998, 13(4): 451-456.

- [2] 易敏, 黄瑞瑶, 孙良田. 测量储层多孔介质孔隙度及其分布的新方法[J]. 西南石油学院学报, 2004, 26(1): 43-46.
Yi Min, Huang Ruiyao, Sun Liangtian. Reservoir core porosity and porosity distribution measurement using technology of-rays industrial computerized tomography[J]. Journal of Southwest Petroleum Institute, 2004, 26(1): 43-46.
- [3] 杨更社, 刘慧. 基于 CT 图像处理技术的岩石损伤特性研究[J]. 煤炭学报, 2007, 32(5): 463-468.
Yang Gengshe, Liu Hui. Study on the rock damage characteristics based on the technique of CT image processing[J]. Journal of China Coal Society, 2007, 32(5): 463-468.
- [4] 周火明, 杨宇, 张宣虎. 多裂纹岩石单轴压缩渐进破坏过程精细测试[J]. 岩石力学与工程学报, 2010, 29(3): 465-470.
Zhou Huoming, Yang Yu, Zhang Yihu. Fine test on progressive fracturing process of multi-crack rock samples under uniaxial compression[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2010, 29(3): 465-470.
- [5] 刘慧, 杨更社, 田俊锋, 等. 冻结岩石细观结构及温度场数值模拟研究[J]. 地下空间与工程学报, 2007, 3(6): 1128-1132.
Liu Hui, Yang Gengshe, Tian Junfeng, et al. Meso-structural character and numerical simulation of temperature field of frozen-rock[J]. Chinese Journal of Underground Space and Engineering Dec., 2007, 3(6): 1128-1132.
- [6] 任建喜, 罗应, 刘文刚, 等. CT 检测技术在岩石加卸载破坏机理研究中的应用[J]. 冰川冻土, 2002, 24(5): 672-675.
Ren Jianxi, Luo Ying, Liu Wengang, et al. Application of computerized topography testing technology on studying rock failure mechanism under loading and unloading[J]. Journal of Glaciology and Geocryology, 2002, 24(5): 672-675.
- [7] 李玉彬, 李向良. 利用微焦点 X 射线 CT 描述特殊岩性油藏岩芯[J]. 特种油气藏, 2000, 7(4): 53-56.
Li Yubin, Li Xiangliang. Description of special lithological cores with microfocus X-ray CT[J]. Special Oil & Gas Reservoirs, 2000, 7(4): 53-56.
- [8] 王家禄, 高建, 刘莉. 应用 CT 技术研究岩石孔隙变化特征[J]. 石油学报, 2009, 30(6): 887-897.
Wang Jialu, Gao Jian, Liu Li. Porosity characteristics of sandstone by X-ray CT scanning system[J]. Acta Petrolei Sinica, 2009, 30(6): 887-897.
- [9] 崔中兴, 仵彦卿, 蒲毅彬. 渗流状态下砂岩的三维实时 CT 观测[J]. 岩石力学与工程学报, 2005, 24(8): 1390-1395.
Cui Zhongxing, Wu Yanqing, Pu Yibin. Triaxial real-time observations of sandstone underseepage by X-ray CT scan[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2005, 24(8): 1390-1395.
- [10] 赵阳升, 孟巧荣, 康天合, 等. 显微 CT 试验技术与花岗岩热破裂特征的细观研究[J]. 岩石力学与工程学报, 2008, 27(1): 28-34.
Zhao Yangsheng, Meng Qiaorong, Kang Tianhe, et al. Micro-CT experimental technology and meso-investigation on thermal fracturing characteristics of granite[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2008, 27(1): 28-34.
- [11] 冯增朝, 赵阳升, 文再明. 煤岩体孔隙裂隙双重介质逾渗机理研

- 究[J]. 岩石力学与工程学报, 2005, 24(2): 234-240.
- Feng Zengchao, Zhao Yangsheng, Wen Zaiming. Percolation mechanism of fractured coal rocks as dual-continua[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2005, 24(2): 234-240.
- [12] 康志勤, 赵阳升, 孟巧荣. 油页岩热破裂规律显微 CT 实验研究[J]. 地球物理报, 2009, 52(3): 842-848.
- Kang Zhiqin, Zhao Yangsheng, Meng Qiaorong. Micro-CT experimental research of oil shale thermal cracking law[J]. Chinese J. Geophys., 2009, 52(3): 842-848.
- [13] 孟巧荣, 赵阳升, 胡耀青, 等. 焦煤孔隙结构形态的实验研究[J]. 煤炭学报, 2011, 36(3): 487-490.
- Meng Qiaorong, Zhao Yangsheng, Hu Yaoqing, et al. Experimental study on pore structure and pore shape of coking coal[J]. Journal of China Coal Society, 2011, 36(3): 487-490.
- [14] 孟巧荣, 赵阳升, 胡耀青, 等. 褐煤热破裂的显微 CT 实验研究[J]. 煤炭学报, 2011, 36(5): 855-860.
- Meng Qiaorong, Zhao Yangsheng, Hu Yaoqing, et al. Micro-CT experimental of the thermal cracking of brown coal[J]. Journal of China Coal Society, 2011, 36(5): 855-860.
- [15] 于艳梅, 胡耀青, 梁卫国, 等. 瘦煤热破裂规律显微 CT 试验[J]. 煤炭学报, 2010, 35(10): 1696-1700.
- Yu Yanmei, Hu Yaoqing, Liang Weigu, et al. Micro-CT experimental research of lean coal thermal cracking laws[J]. Journal of China Coal Society, 2010, 35(10): 1696-1700.

民政部批准成立“中国煤炭学会煤炭装载技术专业委员会”

2013年1月18日, 中华人民共和国民政部正式下文, 批准成立“中国煤炭学会煤炭装载技术专业委员会”。

煤炭装载技术是近年来随着现代物流业的发展, 在煤炭工业兴起的新技术领域, 主要针对煤炭、矿石等散装物料装载技术的研究, 重点解决煤炭运输环节中自动快速装载火车、汽车、轮船等相关技术难题和相关产品的研发与推广。该技术领域属于多个专业融合的交叉学科, 涉及到机械、电气自动化、工艺结构、智能制造、计量以及公路铁路站场布置等。近年来依靠国家技术支撑项目以及消化引进国外先进技术, 煤炭装载计量装备技术水平有了极大的提高, 急需为该领域科技工作者创建一个促进技术创新和技术交流与推广的平台, 以适应新技术发展的需要。

中国煤炭学会常务理事洪伯潜院士、刘建功教授级高级工程师、王虹研究员等5位专家提出了成立中国煤炭学会煤炭装载技术专业委员会的建议, 经过煤炭学会常务理事会议讨论通过, 向中国科学技术协会和中华人民共和国民政部提出了申请, 近日获得批准。煤炭装载技术专业委员会挂靠在中煤科工集团天地科技股份有限公司, 目前正在组建第一届委员会。

摘自中国煤炭学会网站