

# Sorpcjomat krokowy – nowatorska aparatura do pomiarów sorpcyjnych w warunkach stałego ciśnienia gazu

MATEUSZ KUDASIK

*Instytut Mechaniki Górotworu PAN; ul. Reymonta 27, 30-059 Kraków*

## Streszczenie

Sorpcjomat krokowy jest nowatorskim urządzeniem pomiarowym do badań sorpcyjnych wykorzystującym silnik krokowy do precyzyjnej stabilizacji ciśnienia gazu. Bilans gazu biorącego udział w procesach sorpcyjnych w sorbencie odbywa się na podstawie zliczania ilości impulsów wydawanych na silnik krokowy. Silnik krokowy steruje ruchem tłoka stabilizującego ciśnienie gazu. Znając powierzchnię roboczą tłoka oraz jego przemieszczenie możliwe jest wyznaczenie ilości gazu biorącego udział w procesach sorpcyjnych. Dynamika pracy urządzenia pozwala na wyznaczanie pojemności sorpcyjnej jak i kinetyki procesów sorpcyjnych w węglu. Przedstawiono ideę działania urządzenia, podstawowe parametry jego pracy oraz przykładowe testy.

**Słowa kluczowe:** Sorpcjomat, silnik krokowy, stabilizator ciśnienia, sorpcja gazu

## 1. Wstęp

Metan występuje jako kopalina towarzysząca w większości obecnie eksploatowanych pokładach węglowych. Zagrożenie metanowe związane jest z występowaniem metanu w górotworze i jego uwalnianiem się w wyniku prowadzonej działalności górniczej. Zagrożenie to wzrasta wraz z głębokością prowadzenia eksploatacji. W polskim górnictwie węgla kamiennego, w 2010 roku [Raport WUG, 2011], na ogólną liczbę 32 zakładów górniczych, 22 zaliczono do kopalń metanowych. W 16 zakładach prowadzono wydobywanie w warunkach IV (najwyższej) kategorii zagrożenia metanowego. Najwyższą metanowość bezwzględną w 2010 roku odnotowano w: KWK „Pniówek” w Pawłowicach – 117,3 mln m<sup>3</sup>/rok i KWK „Brzeszcze” w Brzeszczach – 115,5 mln m<sup>3</sup>/rok.

Obecność metanu występującego w pokładzie węglowym pod znacznym ciśnieniem prowadzi także do występowania zjawisk gazo-geodynamicznych, wśród których największe zagrożenie niosą wyrzuty metanu i skał. Wyrzut metanu i skał w pochylni *D* odstawczej w pokładzie 358/1 na poziomie 1050 m w JSW S.A. KWK „Budryk” [Wierzbicki i inni, 2012] udowodnił po raz kolejny, iż kopalnie górnośląskiego zagłębia węglowego, przy obecnych warunkach górniczych, także są narażone na ten typ zagrożeń naturalnych.

W celu zapewnienia bezpieczeństwa eksploatacji węgla kamiennego istnieje potrzeba analizy i poznania możliwie dużej liczby parametrów opisujących układ węgiel-metan.

## 2. Parametry opisujące układ węgiel-metan w polskim górnictwie węglowym

### 2.1. Parametry oznaczane obligatoryjnie

Układ węgiel-metan w polskim górnictwie węgla kamiennego określany jest przez dwa podstawowe parametry – metanonośność oraz intensywność desorpcji metanu. Metanonośność pokładu zdefiniowana jest jako objętościowa ilość metanu pochodzenia naturalnego, zawarta w jednostce wagowej w głębi calizny

węglowej. Metanonośność jest jednym z najważniejszych parametrów decydujących o zagrożeniu wyrzutowym we wszystkich zagłębieniach węglowych świata. Przykładowe wartości kryterialne dla wybranych krajów kształtują się następująco [Beamish i Crosdale, 1996], [Lama i Bodziony, 1996]: Australia – 9 m<sup>3</sup>/tonę, Bułgaria – 9 m<sup>3</sup>/tonę, Chiny – 10 m<sup>3</sup>/tonę, Ukraina – 8 m<sup>3</sup>/tonę, Węgry – 8 m<sup>3</sup>/tonę, Czechy – 9 m<sup>3</sup>/tonę. Praca [Lama, 1995] wskazuje, że wyrzuty występują w węglach o metanonośności przekraczającej 8 m<sup>3</sup>/Mg<sub>CSW</sub>. Metanonośność stanowi ponadto podstawę obecnej kategoryzacji zagrożenia metanowego.

Wskaźnik intensywności desorpcji  $dp$  jest wielkością charakteryzującą ilość metanu uwalnianego z próbki węglowej o określonej objętości i klasie ziarnowej w ustalonym przedziale czasowym. W różnych odmianach wskaźnik  $dp$  jest stosowany w górnictwie wielu krajów [Janas, 1979], [Lama, 1995], [Janas i Winter, 1977], [Paul, 1977]. W polskim górnictwie węgla kamiennego pomiar intensywności desorpcji wykonywany jest od roku 1977.

W warunkach polskiego górnictwa węglowego pomiary prowadzi się najczęściej manometrycznym desorbometrem cieczowym DMC-2, opisanym m.in. w pracach [Lama i Bodziony, 1996], [Stączek i Simka, 2004]. W wyniku pomiaru otrzymujemy objętość metanu wydzielonego z węgla o określonej klasie ziarnowej w określonym czasie. Pomiar wskaźnika intensywności desorpcji traktowany jest jako szacunkowa, uproszczona metoda wyznaczania metanonośności złoża. Podstawowy wpływ na wynik pomiaru desorbometrycznego mają dwa czynniki: początkowa zawartość metanu w próbce oraz efektywny współczynnik dyfuzji. Wyniki pomiarów pokazują, że współczynniki dyfuzji mogą się zmieniać się w bardzo szerokim zakresie od  $1.0 \cdot 10^{-10}$  cm<sup>2</sup>/s do  $5.0 \cdot 10^{-7}$  cm<sup>2</sup>/s [Dziurzyński et al., 2010], tak więc dla właściwego oszacowania metanonośności pokładu na podstawie wskaźnika intensywności desorpcji potrzebna jest znajomość współczynnika dyfuzji badanego węgla [Wierzbicki, 2011].

## 2.2. Parametry dodatkowe

Dodatkowe parametry opisujące układ węgiel-gaz to najczęściej: pojemność sorpcyjna, izoterma sorpcji oraz efektywny współczynnik dyfuzji. W warunkach krajowego górnictwa węglowego oznaczane są stosunkowo rzadko, najczęściej jako jeden z elementów szerszych opracowań wykonywanych na zlecenie kopalń przez uprawnionych rzeczoznawców. Potencjał informacyjny tych parametrów jest bardzo wysoki.

Pojemność sorpcyjna węgla względem metanu oznaczona laboratoryjnie, rozumiana jest jako ilość metanu, który zakumulowany został przez próbkę węgla pod ciśnieniem metanu 1 bar. Wielkość ta wyrażana jest w cm<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/g<sub>CSW</sub>. Istota wagi tego parametru polega na jego zestawieniu z metanonośnością. Metanonośność oznaczana jest w warunkach próżni, natomiast pojemność sorpcyjna przy barycznym ciśnieniu metanu. Różnica pomiędzy tymi wartościami to ilość gazu desorbowlanego. Analiza dysproporcji pomiędzy metanonośnością, a pojemnością sorpcyjną pośrednio niesie informację o ciśnieniu złożowym, które występuje w pokładzie. Szczególnie niebezpieczne warunki charakteryzują się wysoką metanonośnością, przy niskiej pojemności sorpcyjnej.

Izoterma sorpcji niesie pełniejszą informację o właściwościach sorpcyjnych węgla. W szczególności może posłużyć do ilościowej próby odtworzenia wartości ciśnienia złożowego. Ze względu na czasochłonność wykonywania izotermy bardzo często poprzestaje się na pojemności sorpcyjnej.

Efektywny współczynnik dyfuzji to parametr stosunkowo nowy, zarówno w krajowym, jak i światowym górnictwie. Obecnie zaledwie kilka jednostek w kraju posiada aparaturę pozwalającą w warunkach laboratoryjnych określić ten parametr. Określenie efektywnego współczynnika dyfuzji wymaga analizy zarejestrowanej kinetyki emisji gazu z próbki węgla. Zalety tego parametru są ogromne. Naturalna zmienność wartości efektywnego współczynnika dyfuzji  $D_e$  metanu w węglu zawiera się w przedziale  $1.0 \cdot 10^{-10}$  cm<sup>2</sup>/s do  $5.0 \cdot 10^{-7}$  cm<sup>2</sup>/s. Tak wysoka zmienność wartości  $D_e$  implikuje poważne konsekwencje – znacznie inna sytuacja górnicza (w kontekście analizy zagrożenia metanowego oraz wyrzutowego) występuje w sytuacji, gdy mamy do czynienia z węglami o podobnej metanonośności, lecz znacznie różniących się współczynnikiem dyfuzji. W konsekwencji węgiel o wyższej wartości współczynnika dyfuzji, zakładając takie samo uziarnienie rozdrobnionej masy węglowej, odda tą samą ilość gazu w czasie krótszym. Dużo do myślenia powinna dać także wysoka wartość współczynnika dyfuzji, będąca sygnałem ostrzegawczym o osobliwej strukturze węgla, najczęściej wynikającej z bliskości zaburzeń geologicznych, co w przypadku analizy zagrożenia wyrzutowego stanowi najpoważniejsze niebezpieczeństwo [Wierzbicki i Dutka, 2008], [Wierzbicki, 2011].

### 3. Urządzenia i metody pomiarowe wykorzystywane do analizy układu węgiel-gaz

Jedne z pierwszych opisanych prób analizy emisji gazu z próbki węglowej prowadzone były w latach 70'tych ubiegłego wieku [Bertard i inni., 1970]. Zastosowano manometr rejestrujący zmianę ciśnienia w pojemniku, w którym znajdowała się próbka. Kilka lat później opracowano metodę USBM [Kissel i inni, 1973], gdzie objętość dyfundującego gazu mierzona była za pomocą odwróconej kolby z wodą. Ekstrapolację straty gazu (pomiędzy pobraniem próbki, a rozpoczęciem pomiaru) dokonywano graficznie, wykorzystując obserwację, iż proces dyfuzji w pierwszym okresie można przybliżyć linią, jeśli oś czasu zastąpimy pierwiastkiem kwadratowym z czasu. W późniejszym okresie metoda USBM doczekała się pewnych modyfikacji. W metodzie Smitha i Williama (rok 1981) oraz w metodzie Gas Research Institute (GRI) [Major i inni, 1996] także stosowano technikę „wyparcia cieczy” oraz różne sposoby określania straty gazu. Australijskie Stowarzyszenie Normalizacyjne w 1991 rekomendowało zmodyfikowaną procedurę USBM, przy czym największą różnicą było zastąpienie wody roztworem kwaśnej solanki, co miało minimalizować rozpuszczanie się CO<sub>2</sub>.

W górnictwie polskim od lat 70'tych wykorzystywane są cieczowe desorbometry manometryczne konstrukcji Głównego Instytutu Górniczego. Przyrządy te pracują na próbkach węglowych o klasie ziarnowej 0.5-1.0mm, natomiast pomiar emisji gazu z próbki odbywa się pomiędzy 120, a 240 sekundą od momentu odwiercenia odpowiedniego fragmentu otworu badawczego. Najpopularniejsza wersja urządzenia nosi symbol DMC-2. Obecnie dostępna jest także wersja DMC-3a, pozwalająca na zmianę zakresu pomiarowego, w przypadku mierzenia niskich intensywności desorpcji.

Dostępny jest także przyrząd „Barbara” opracowany przez GIG. Jest to urządzenie elektroniczne. Pomiar emisji gazu odbywa się poprzez rejestrację manometrem wzrostu ciśnienia w komorze pomiarowej. Pomiar trwa, podobnie jak w przypadku desorbometru DMC-2, 2 minuty i wykonywany jest na klasie ziarnowej 0.5-1.0mm. Przyrząd stanowi elektroniczną wersję desorbometru. Należy jednak pamiętać, iż wskaźnik intensywności desorpcji zależy jest od wielu czynników, przede wszystkim od zawartości metanu w badanej próbce oraz od współczynnika dyfuzji metanu w węglu. W szczególności nie znając wartości tego drugiego, określanie zawartości metanu w węglu na podstawie pomiaru intensywności desorpcji ma charakter szacunkowy.

Typy urządzeń pozwalających na oznaczanie pojemności sorpcyjnych, izoterm sorpcji oraz efektywnego współczynnika dyfuzji można podzielić na trzy podstawowe grupy:

- urządzenia wolumetryczne,
- urządzenia grawimetryczne,
- urządzenia przepływowe.

W pracach dotyczących pomiarów układu węgiel-gaz najczęściej odnajdziemy różne typy urządzeń wolumetrycznych. W pracach [Pillalamarri i inni, 2011] autorzy prezentują najbardziej typowe rozwiązanie konstrukcyjne. Za pośrednictwem zaworu połączone są ze sobą dwa zbiorniki o znanych objętościach. W jednym ze zbiorników umieszczana jest próbka z węglem. Ustalane i rejestrowane są ciśnienia w poszczególnych zbiornikach. W momencie rozpoczęcia rejestracji otwierany jest zawór pomiędzy zbiornikami. Znając ciśnienia początkowe oraz rejestrując zmiany ciśnienia po połączeniu zbiorników możemy obliczyć, jaka część gazu została zasorbowana. Rozwiązanie takie jest proste technologicznie, jednak posiada kilka wad. Przede wszystkim pomiar nie odbywa się w warunkach stałego ciśnienia. Do momentu zakończenia szeregu procesów związanych z transportem i sorpcją gazu w próbce wartość ciśnienia w zbiornikach spada. Jest to w szczególności problematyczne, gdy rejestracja ma na celu wyznaczenie efektywnego współczynnika dyfuzji. Jednym z warunków prowadzenia tego typu pomiarów jest zapewnienie skokowej zmiany ciśnienia, co w przypadku omawianego rozwiązania jest niemożliwe. Druga wada polega na braku możliwości precyzyjnego określania ciśnień na izotermie sorpcji.

W pracy [Kudasik i inni, 2011] autorzy prezentują udoskonaloną wersję dwukomorowego urządzenia wolumetrycznego, nazywanego sorpcjomatem. Podstawowa zaleta urządzenia polega na zastosowaniu elektrozaworu wraz z dławikiem przepływu w miejsce klasycznego zaworu. System ten pozwalał na quasi-ciągłą regulację wartości ciśnienia w pojemniku z próbką węgla. Dzięki tym modyfikacjom urządzenie posiadało nadal stosunkowo prostą konstrukcję, jednocześnie posiadało dużą zaletę – pomiar mógł być prowadzony w stałym, zadanym ciśnieniu.

Innymi, często spotykanymi rozwiązaniem w badaniach sorpcyjnych są urządzenia grawimetryczne. Typowym przykładem urządzenia grawimetrycznego jest produkt firmy Hiden Isochema – Intelligent Gravi-

metric Analyzer (IGA). Urządzenie rejestruje zmiany masy próbki związane z procesami sorpcji i transportu gazu. Pomiar prowadzone są w warunkach stałego ciśnienia sorpcji w zakresie 0÷20bar oraz przy stałej temperaturze w zakresie -20÷80°C. IGA-001 umożliwia prowadzenie w pełni zautomatyzowanych pomiarów poprzez programowanie sekwencji całej serii pomiarowej dla danej próbki, co stanowi największą zaletą tego urządzenia. Wśród potencjalnych wad należy wymienić niezwykle skomplikowaną i delikatną budowę przyrządu oraz konieczność uwzględniania siły wyporu w ostatecznym wyniku. Należy ponadto dodać, iż ze względu na stopień złożoności urządzenia, jego wyprodukowanie ograniczone jest do firm komercyjnych, co pociąga za sobą konieczność poniesienia wysokich nakładów finansowych na wyposażenie laboratorium w tego typu aparaturę.

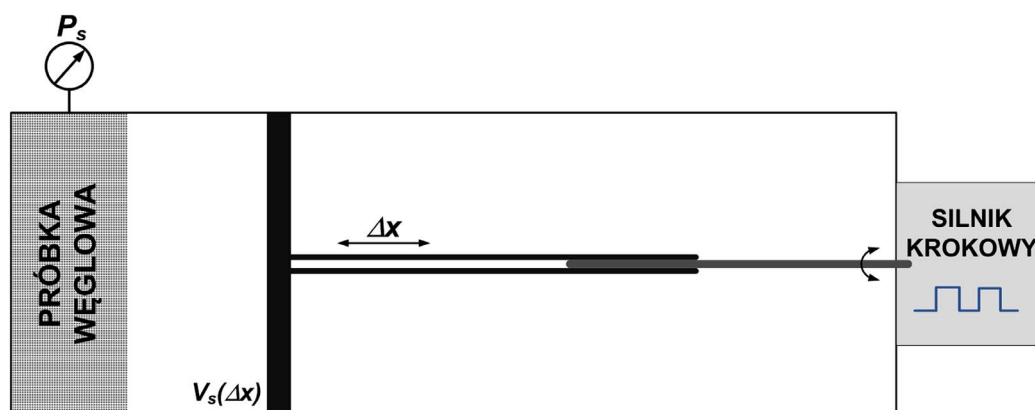
Urządzenia przepływowe wykorzystywane są stosunkowo rzadko. Największy problem polega na dostarczeniu przepływomierza gazowego o bardzo wysokiej czułości przy jednocześnie szerokim zakresie pomiarowym. Budowa i testy tego typu przyrządu opisane zostały przez [Kudasik i Topolnicki, 2010], [Topolnicki i inni, 2009]. W celu rozszerzenia zakresu pomiarowego twórcy przyrządu zastosowali przepływomierz wielozakresowy. Testy przepływomierza dały obiecujące wyniki, jednak urządzenie to dedykowane jest jedynie do pomiarów uwalniania gazów z próbek węglowych bez możliwości pomiarów akumulacji gazów.

Idea sorpcjomatu krokowego proponowanego przez autora w niniejszej pracy jest nowatorska i nie odnaleziono odpowiedników w literaturze krajowej i światowej. Sorpcjomat krokowy jest nowatorskim urządzeniem pomiarowym zaliczanym do urządzeń wolumetrycznych. Umożliwia on prowadzenie badań akumulacji i uwalniania gazu z próbek węglowych w warunkach stałego ciśnienia z precyzyjną stabilizacją.

## 4. Budowa

### 4.1. Idea działania

Sorpcjomat krokowy to precyzyjny stabilizator ciśnienia gazu, wykorzystujący silnik krokowy do sterowania ruchem tłoka regulującego ciśnienie w cylindrze. Schemat ideowy sorpcjomatu krokowego przedstawiony został na rys. 1.



Rys. 1. Idea działania sorpcjomatu krokowego

Stabilizacji podlega ciśnienie  $P_s$  w komorze, gdzie znajduje się próbka węglowa. Komora ta ma objętość  $V_s$ , która to objętość zmienia się w wyniku ruchu posuwowego tłoka  $\Delta x$  w cylindrze. W wyniku akumulacji/uwalniania gazu w próbce węglowej, ciśnienie  $P_s$  ulega zmianie, na co natychmiast reaguje silnik krokowy wprowadzając w ruch tłok, który zmienia objętość  $V_s$ , stabilizując w ten sposób ciśnienie  $P_s$  na żądanym poziomie. Pomiar sorpcji/desorpcji gazu w próbce odbywa się na podstawie zliczania impulsów generowanych na silnik krokowy. Wał obrotowy silnika połączony jest ze śrubą, która kręcąc się wraz z wałem wprawia w ruch posuwowy tłoczek wraz z tłokiem. Znając powierzchnię tłoka, skok gwintu śruby, rozdzielczość silnika oraz ciśnienie stabilizacji, ze wzoru (1) można wyznaczyć objętość zmiany objętości  $V_s$  w czasie odpowiadające objętości gazu akumulowanego/uwalnianego przez próbkę węglową.

$$a(t) = \frac{\Delta V_s(t) \cdot P_s}{m};$$

$$\Delta V_s(t) = \Delta x(t) \cdot S;$$

$$\Delta x(t) = \frac{l \cdot \Sigma(t)}{n};$$

$$a(t) = \frac{l \cdot S}{n \cdot m} \cdot \Sigma i(t)$$

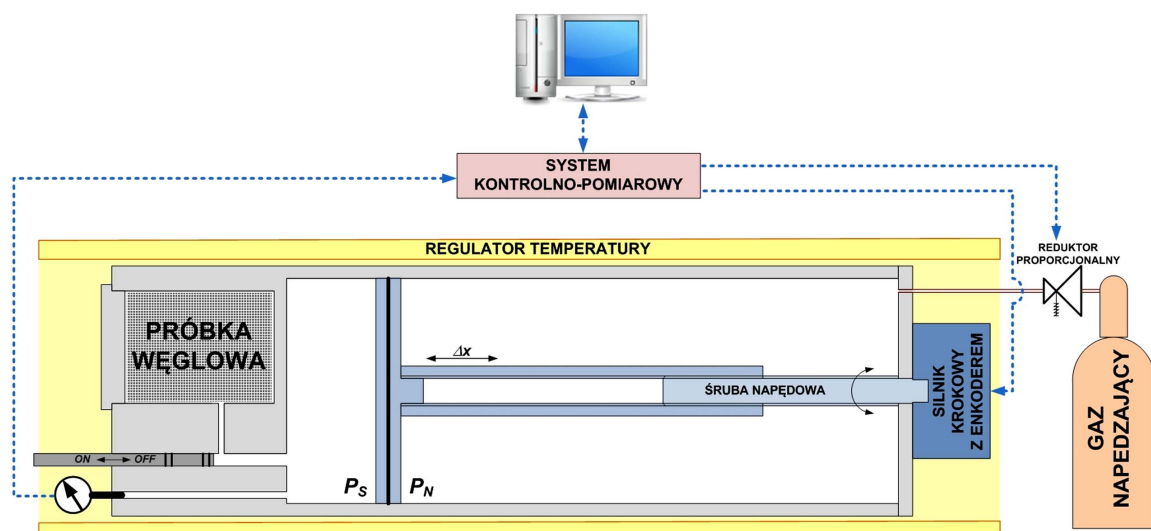
gdzie:

- $t$  – czas [s],
- $a$  – ilość zasorbowanego gazu [ $\text{cm}^3/\text{g}$ ],
- $V_s$  – objętość komory cylindra [ $\text{cm}^3$ ],
- $P_s$  – ciśnienie stabilizacji [bar],
- $m$  – masa próbki [g];
- $\Delta x$  – przemieszczenie tłoka [cm],
- $S$  – powierzchnia tłoka [ $\text{cm}^2$ ],
- $l$  – skok gwintu śruby napędowej [cm],
- $n$  – rozdzielczość silnika [krok/obrót],
- $i$  – krok silnika [-].

Rejestrując w czasie sumę impulsów wydawanych na silnik krokowy, ze wzoru (1) wyznaczyć można czasowe zależności zmian ilości zasorbowanego gazu. Stąd też, w trakcie pracy urządzenia konieczna jest rejestracja wyłącznie ciśnienia  $P_s$  na podstawie którego na silnik krokowy wysyłane są impulsy. Ogromną zaletą sorpcjomatu krokowego jest prostota jego konstrukcji oraz działania, gdzie urządzenie to, poza armaturą i cylindrycznym korpusem, składa się tylko z jednego manometru oraz z silnika krokowego wraz ze sterownikiem.

## 4.2. Schemat budowy stanowiska

Sorpcjomat krokowy działa zgodnie z ideą przedstawioną w punkcie 4.1, jednak jego budowa została rozszerzona o siłownik pneumatyczny z reduktorem proporcjonalnym (rys. 2). Ponieważ silnik krokowy użyty w budowie sorpcjomatu krokowego posiada moment obrotowy 4.4 kG/cm, toteż zważywszy na występujące opory tarcia i nacisk na powierzchnie tłoka stabilizowanego ciśnienia  $P_s$ , przy takim momencie obrotowym silnika, zakres pomiarowy urządzenia sięgał by maksymalnie do 1.5 bar. Zastosowanie siłownika pneumatycznego z reduktorem proporcjonalnym pozwala utrzymywać ciśnienie napędzające



Rys. 2. Schemat budowy sorpcjomatu krokowego

$P_N$  na stałym poziomie, o wartości zbliżonej do  $P_S$  ( $P_N \approx P_S$ ). Reduktor proporcjonalny działa jak zwykły reduktor ciśnienia gazu, jednak zamiast ręcznej nastawy poziomu redukcji ciśnienia gazu, sterowany on jest proporcjonalnym sygnałem napięciowym. Dzięki siłownikowi pneumatycznemu, stabilizacja ciśnienia  $P_S$  możliwa jest w zakresie 0-10 bar.

Dzięki utrzymywaniu ciśnień  $P_S$  i  $P_N$  na zbliżonym poziomie zapewniona jest płynna praca silnika krokowego, przez co nie występują tzw. impulsy stratne. Pomiar czasowych zmian ilości zasorbowanego/desorbowanego gazu w próbce odbywa się na podstawie rejestracji ilości impulsów generowanych przez system kontrolno-pomiarowy na silnik krokowy. Impuls kwadratowy wygenerowany przez system kontrolno-pomiarowy firmy Advantech USB-4716 sterowany oprogramowaniem DasyLab, wprawia w ruch obrotowy śrubę napędową, która z kolei przemieszcza tłoczek wraz z tłokiem w odpowiednim kierunku i o odpowiednią odległość, regulując w ten sposób ciśnienie  $P_S$  na wymaganym poziomie. Wraz z regulacją ciśnienia  $P_S$ , sterowaniu podlega również na tym samym poziomie ciśnienie napędowe  $P_N$ . Dodatkowo silnik krokowy zaopatrzony jest w enkoder, który kontroluje pracę silnika krokowego rejestrując ruch obrotowy wału. Rolą enkodera jest weryfikacja poprawności pracy silnika krokowego.

Rolę korpusu urządzenia oraz cylindra prowadzącego tłok spełnia rura stalowa o średnicy zewnętrznej  $\varnothing 60$  mm i długości 360 mm. Rura ta wraz z oprzyrządowaniem w trakcie pomiaru umieszczona jest w regulatorze temperatury, którego rolę pełni rura aluminiowa  $\varnothing 70$  mm  $\times$  550 mm, z nawiniętym drobnozwojowo, cienkim drutem oporowym pełniącym rolę grzałki. Przepływ prądu o natężeniu proporcjonalnym do stabilizowanej temperatury powoduje grzanie regulatora do wymaganego poziomu.

Projekt budowy sorpcjomatu krokowego przewiduje możliwość prowadzenia badań na próbkach węglowych zarówno ziarnistych, jak również rdzeniach i brykietach. Objętość komory na próbkę wynosi  $15 \text{ cm}^3$ , podczas gdy całkowita pojemność komory cylindra  $V_S$ , w której stabilizowane jest ciśnienie, wynosi  $230 \text{ cm}^3$ . Rozdzielczość silnika w zbudowanym urządzeniu wynosi 1600 impulsów na obrót, a skok śruby wynosi 1.25 mm. Powierzchnia tłoka wynosi  $19.6 \text{ cm}^2$ . Stąd wygenerowanie jednego impulsu na silnik krokowy odpowiada zmianie objętości  $V_S$  o  $0.015 \text{ cm}^3$ . Na podstawie gabarytów sorpcjomatu krokowego, rozdzielczości silnika, dokładności manometru rejestrującego ciśnienie stabilizacji  $P_S$  oraz na podstawie przeprowadzonych testów (punkt 5) określić można parametry pracy zbudowanego sorpcjomatu krokowego:

- zakres pomiarowy: 0-10 bar,
- precyzja stabilizacji ciśnienia:  $\pm 0.005$  bar,
- objętość pojemnika na próbkę:  $15 \text{ cm}^3$ ,
- zakres regulacji temperatury: 25-55°C,
- precyzja stabilizacji temperatury:  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ .

Zdjęcie zbudowanego sorpcjomatu krokowego przedstawione zostały na rys. 3.



Rys. 3. Zdjęcia zbudowanego sorpcjomatu krokowego

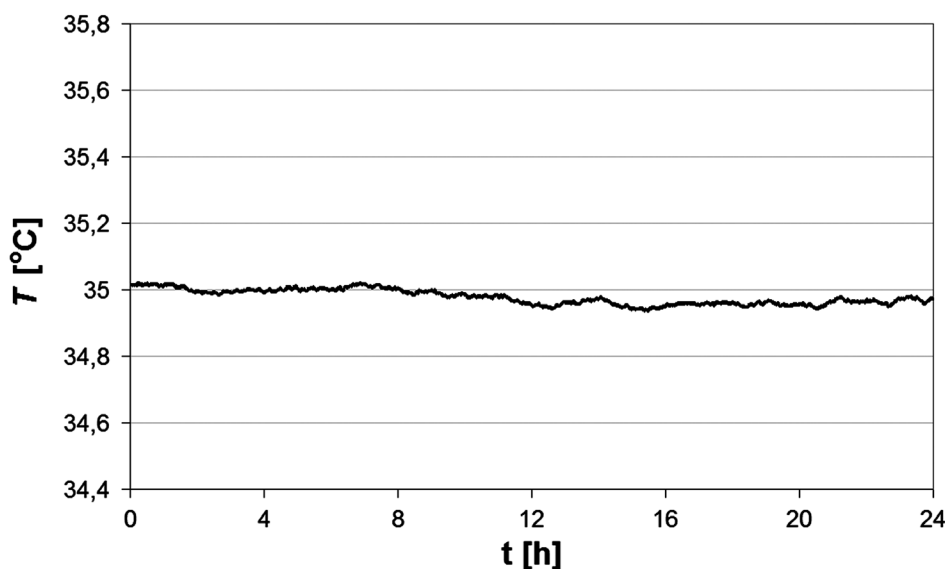
## 5. Przykładowe wyniki

Przeprowadzone pierwsze testy na zbudowanym sorpcjomacie krokowym miały na celu sprawdzenie poprawności jego działania pod kątem:

- prawidłowej pracy regulatora temperatury,
- dokładności stabilizacji ciśnienia  $P_S$ ,
- płynności ruchu tłoka sorpcjomatu,
- porównywalności generowanych wyników z innymi urządzeniami sorpcyjnymi.

### 5.1. Test regulatora temperatury

Regulator temperatury jest urządzeniem działającym niezależnie od sorpcjomatu krokowego, posiada on własne źródło zasilania i własne sterowanie. Temperatura jest rejestrowana w trakcie pomiaru razem z innymi parametrami. Przykładowy przebieg stabilizacji temperatury za pomocą regulatora przedstawiony został na rys. 4. Stabilizacja ustawiona została na poziomie 35°C, pomiar trwał 24 godziny. Dokładność stabilizacji wyniosła  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ .



Rys. 4. Przykładowy przebieg stabilizacji temperatury za pomocą regulatora na poziomie 35°C

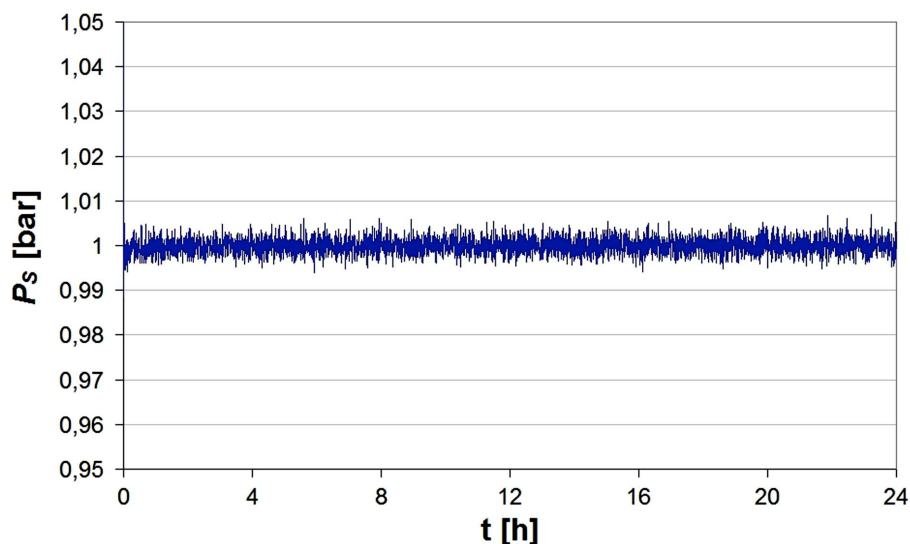
### 5.2. Test stabilizacji ciśnienia

Przebieg zmian ciśnienia  $P_S$  podczas jego stabilizacji za pomocą sorpcjomatu krokowego zarejestrowany został w trakcie pomiarów sorpcji  $\text{CH}_4$  w próbce węglowej przy ciśnieniu 1 bar. Sorpcja  $\text{CH}_4$  w próbce wywoływała spadek ciśnienia  $P_S$  w komorze z próbką, które to ciśnienie stabilizował sorpcjomat krokowy (rys. 5). Precyzja stabilizacji ciśnienia za pomocą zbudowanego urządzenia wyniosła  $\pm 0.005$  bar.

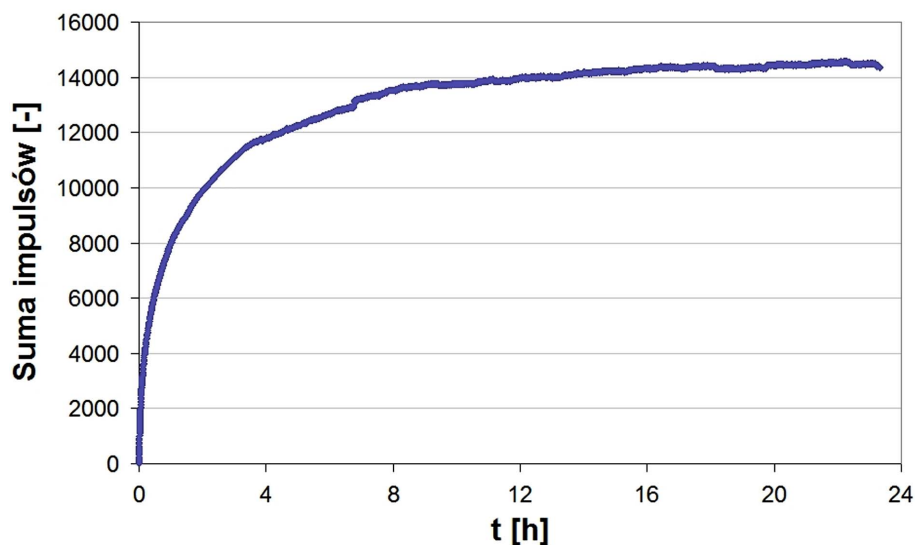
### 5.3. Test ruchu tłoka sorpcjomatu krokowego

Praca tłoka uzależniona jest od częstotliwości impulsów generowanych na silnik krokowy przez system kontrolno pomiarowy. Testy wykazały, iż optymalna praca silnika krokowego występuje w przedziale częstotliwości 1-100 Hz. Przy wyższych częstotliwościach pracy, pojawiają się impulsy stratne. Przebieg zmian sumy ilości impulsów generowanych na silnik krokowy w trakcie nasywania próbki  $\text{CH}_4$  przy ciśnieniu 1 bar przedstawiony został na rys. 6.





Rys. 5. Przykładowy przebieg stabilizacji ciśnienia za pomocą sorpcjomatu krokowego na poziomie 1 bar



Rys. 6. Przykładowy przebieg zmian sumy impulsów generowanych na silnik krokowy

#### 5.4. Test powtarzalności pomiarów sorpcyjnych

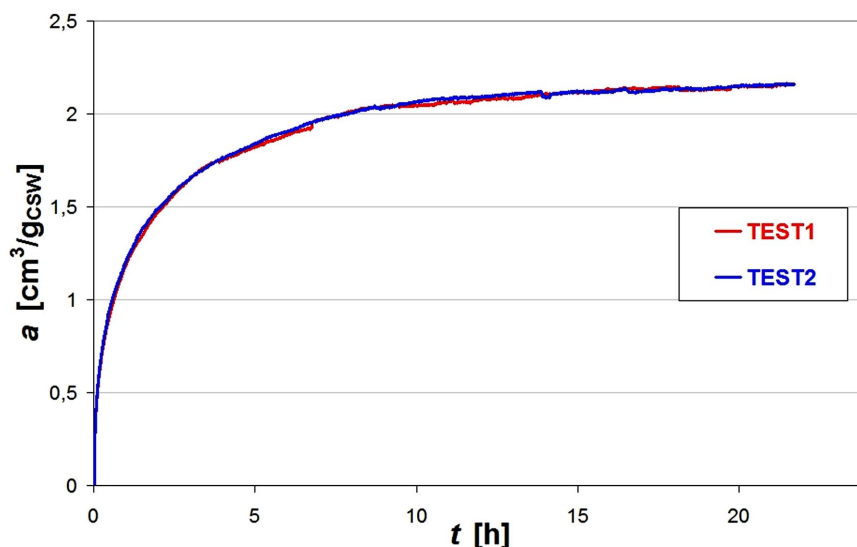
Przykładowe testy pomiarów pojemności sorpcyjnej przeprowadzone zostały na próbce ziarnistej pochodzącej z pokładu 404/1, chodnika C3 KWK „Pniówek”. Parametry próbki węglowej poddanej nasycaniu  $\text{CH}_4$  od próżni do 1 bar:

- klasa ziarnowa: 0.20-0.25 mm,
- masa: 10.76 g,
- zawartość popiołu: 3.8%,
- wilgoć: 0.4%.

Test powtarzalności pomiarów przeprowadzony został poprzez dwukrotne nasycanie próbki metanem od próżni do ciśnienia 1 bar w temperaturze  $35^\circ\text{C}$ . Przed rozpoczęciem każdego testu próbka została odpompowana przez 24 godziny do ciśnienia  $10^{-5}$  bar. Pojemność sorpcyjna wyznaczona została ze wzoru (1) na podstawie rejestracji sumy ilości impulsów generowanych na silnik krokowy (rys. 6). Wyniki testu powtarzalności pomiarów przedstawione zostały na rys. 7.

W obu testach uzyskano zbieżne przebiegi nasycania próbek metanem w ciśnieniu 1 bar.





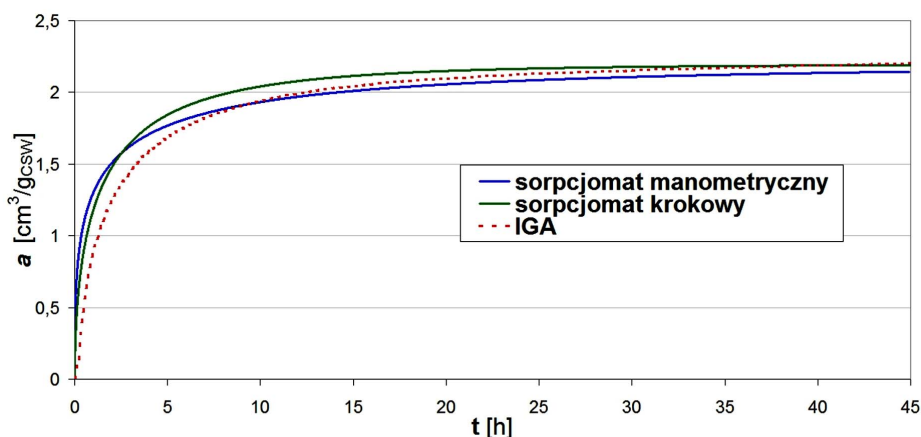
Rys. 7 Wyniki testu powtarzalności pomiaru sorpcjomatu krokowego

### 5.5. Test porównywalności sorpcjomatu krokowego z innymi urządzeniami sorpcyjnymi

Test porównywalności generowanych wyników w zestawieniu z innymi urządzeniami sorpcyjnymi przeprowadzono na tej samej próbce, która poddawana była testom powtarzalności. Test ten polegał na nasycaniu próbki od próżni do 1 bar metanem w temperaturze 35°C na trzech urządzeniach sorpcyjnych:

- sorpcjomacie krokowym,
- sorpcjomacie manometrycznym [Kudasik, 2011],
- urządzeniu grawimetrycznym IGA.

Wyniki testu porównywalności badań pojemności sorpcyjnej na wymienionych urządzeniach przedstawione zostały na rys. 8.



Rys. 8. Porównanie wyników badań pojemności sorpcyjnej węgla przy nasycaniu metanem na różnych urządzeniach sorpcyjnych

Porównano również niektóre parametry wyznaczone na podstawie przebiegów zarejestrowanych na trzech urządzeniach. Wyniki te przedstawiono w tabeli 1.

Tab. 1. Wyniki niektórych parametrów wyznaczonych za pomocą różnych urządzeń sorpcyjnych

Pojemność sorpcyjna [ $\text{cm}^3\text{CH}_4/\text{g}_{\text{csw}}$ ]			Współczynnik dyfuzji [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ]		
Sorpcjomat manometryczny	Sorpcjomat krokowy	IGA	Sorpcjomat manometryczny	Sorpcjomat krokowy	IGA
2.199	2.196	2.211	$2.14 \cdot 10^{-9}$	$1.32 \cdot 10^{-9}$	$0.81 \cdot 10^{-9}$

## 6. Podsumowanie

W ramach pracy zbudowano kolejne urządzenie do badań sorpcyjnych w warunkach stałego ciśnienia gazu. Urządzenie wykorzystuje silnik krokowy do precyzyjnej stabilizacji ciśnienia gazu. Pomiar ilości gazu biorącego w procesie sorpcji odbywa się na podstawie zliczania sumy impulsów generowanych przez system kontrolno pomiarowy na silnik krokowy, który steruje ruchem tłoka. Przeprowadzone pierwsze testy zbudowanego sorpcjomatu krokowego. Testy te polegały na ocenie stabilności pracy regulatora temperatury i precyzji stabilizacji ciśnienia. Przeprowadzono również pierwsze badania sorpcyjne, wraz z oceną powtarzalności generowanych wyników, jako porównaniem urządzenia z innymi aparaturami sorpcyjnymi. Wstępne wyniki są obiecujące, a zbudowana aparatura może w najbliższym czasie stanowić uzupełnienie bazy pomiarowej Pracowni Mikromerytyki IMG PAN o kolejny układ do pomiarów sorpcyjnych węgla.

Praca została wykonana w roku 2012 w ramach prac statutowych realizowanych w IMG PAN w Krakowie, finansowanych przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

## Literatura

- Wierzbicki M., Jakubów A., Tor A., 2012. *Wyrzut metanu i skał w pochylni D odstawczej w pokładzie 358/1 na poziomie 1050 m w JSW S.A. KWK „Budryk”- przyczyny, okoliczności, skutki, Zagrożenia i technologie*. Praca zbiorowa pod red. Józefa Kabiesza, Główny Instytut Górnictwa, Katowice, rozdział.
- Pillalamarry M., Harpalani S., Liu Gas S., 2011. *Diffusion behavior of coal and its impact on production from coalbed methane reservoirs*, International Journal of Coal Geology, 86, 342-348
- Kudasik M., Topolnicki J., 2010. *Masowy przepływomierz kapilarny do badań kinetyki uwalniania zasorbowanego gazu*, Prace Instytutu Mechaniki Górotworu PAN, Tom 12, nr 1-4, s. 27-33.
- Kudasik M., Skoczylas N., Topolnicki J., Wierzbicki M., 2011. *Wyznaczanie efektywnego współczynnika dyfuzji za pomocą nowatorskiego układu do pomiarów akumulacji i uwalniania gazów z próbek węglowych*, Prace Instytutu Mechaniki Górotworu PAN, Tom 13, nr 1-4, s. 37-44.
- Beamish B., Crosdale P.J., 1996. *Instantaneous outbursts in underground coal mines: An overview and association with coal type*, International Journal of Coal Geology 35, 27-55.
- Dziubiński M., Prywer J., 2010. *Mechanika płynów dwufazowych*, WNT, Warszawa.
- Janas J., Winter K., 1977. *Früherkennung der Gasausbruchgefahr auf der Grundlage der k-wert Bestimmung*, In: Früherkennen und Verhindern von Gas-ausbrüchen im Deutschen Steinkohlen-bergbau. Verlag Gluckauf, Essen, p. 21-28.
- Lama R. D., Bodziony J., 1998. *Management of outburst in underground coal mines*, Int. J of CG, 35.
- Lama, R.D., Bodziony J., 1996. *Outbursts of Gas, Coal and Rock in Underground Coal Mines*. R.D. Lama & Associates, Wollongong, NSW, Australia.
- Lama R.D., 1995. *Management and control of high gas emissions and outbursts in underground coal mines*, International Symp. Cum. Workshop: Westonprint in Kiama Wollongong, NSW, Australia.
- Raport WUG, 2011 ([www.wug.gov.pl](http://www.wug.gov.pl))
- Stączek A., Simka A., 2004. *Graniczny wskaźnik intensywności desorpcji gazu z węgla jako podstawowy parametr zagrożenia wyrzutowego charakteryzujący stopień nasycenia gazem pokładów węgla*, Mechanizacja i Automatykacja Górnictwa, R. 42, nr 12.
- Wierzbicki K., 2011. *Przebieg kinetyki adsorpcji metanu jako wskaźnik zmian strukturalnych pokładu w rejonie stref uskokowych*, Przegląd Górniczy, nr 6, str. 70-75.
- Wierzbicki M., 2011. *Effect of selected simplifications of the unipore model upon the result of the study of the diffusion coefficient in coal*, Arch. Min. Sci., Vol. 56, No. 4.
- Dutka B., Wierzbicki M., 2008. *Zmiany własności sorpcyjnych węgla zdeformowanego strukturalnie wywołane zmianami temperatury układu węgiel-gaz*, Górnictwo i środowisko, Prace naukowe GIG – wydanie specjalne, XV Międzynarodowa Konferencja Naukowo-Techniczna GZN 2008, s. 307-316.

## **Step sorption meter- novel apparatus for sorption measurements under the constant gas pressures**

### **Abstract**

The step sorption meter is a novel device for sorption measurements utilising a step motor enabling the precise stabilisation of gas pressure. The equilibrium of gas taking part in sorption processes in the sorbent is established based on the number of impulses produced by the step motor. The motor controls the motion of a piston responsible for stabilisation of gas pressure. Knowing the effective area of the piston and its displacement, the amount of gas involved in the sorption processes can be established. The dynamic features of the device allow for finding the sorption capacity and the kinetics of sorption processes in coal. The operating principles of the device, its performance parameters and selected test results are provided.

**Keywords:** sorption meter, step motor, pressure stabilisation, gas sorption