



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109030558 A

(43)申请公布日 2018.12.18

(21)申请号 201810822811.8

(22)申请日 2018.07.25

(71)申请人 喀山(伏尔加地区)联邦大学  
地址 俄罗斯联邦喀山市克里姆林大街18号

(72)发明人 萨迪科夫·卡米尔·加米罗维奇  
袁成东  
米哈伊尔·阿列克谢耶维奇·瓦尔  
福洛梅耶夫

(74)专利代理机构 北京中索知识产权代理有限公司 11640

代理人 霍春月

(51)Int.Cl.  
G01N 25/22(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页 附图3页

(54)发明名称

一种多孔介质反应热效应监测装置及方法

(57)摘要

本发明公开了一种多孔介质反应热效应监测装置及方法,包括透明石英反应器、陶瓷加热器、加热控制器、示差热电偶、模拟数字转换器、光导纤维热传感器、电脑、注入系统;所述透明石英反应器左右两端分别设有注入端端盖和出口端端盖,所述注入系统与注入端端盖相连,所述透明石英反应器置于陶瓷加热器的加热腔中,陶瓷加热器与加热控制器相连,所述示差热电偶的数量为2个,并将2个示差热电偶的测量端分别穿过注入端端盖、出口端端盖后置于透明石英反应器内部,示差热电偶的冷端与模拟数字转换器相连,模拟数字转换器的输出端与电脑相连;本发明可以在动态气流条件下监测多孔介质反应热效应,可以用于精确地评价催化剂对反应的催化效果和监测燃烧前缘的移动。

1. 一种多孔介质反应热效应监测装置,其特征在于,包括透明石英反应器(1)、陶瓷加热器(2)、加热控制器(3)、示差热电偶(5)、模拟数字转换器(6)、光导纤维热传感器(10)、电脑(14)、注入系统(20);所述透明石英反应器(1)左右两端分别设有注入端端盖(15)和出口端端盖(16),所述注入系统(13)与注入端端盖(15)相连,所述透明石英反应器(1)置于陶瓷加热器(2)的加热腔中,陶瓷加热器(2)与加热控制器(3)相连,所述示差热电偶(5)的数量为2个,并将2个示差热电偶(5)的测量端分别穿过注入端端盖(15)、出口端端盖(16)后置于透明石英反应器(1)内部,示差热电偶(5)的冷端与模拟数字转换器(6)的模拟信号输入端相连,模拟数字转换器(6)的数字信号输出端与电脑(14)相连;所述光导纤维热传感器(10)的测量端置于透明石英反应器(1)的外壁处并紧贴外壁,光导纤维热传感器(10)的输出端与模拟数字转换器(6)的模拟信号输入端相连。

2. 根据权利要求1所述的一种多孔介质反应热效应监测装置,其特征在于,所述注入系统(13)包括高压空气瓶(91)、高压氦气瓶(92)、气体流量计一(71)、气体流量计二(72)、控制阀一(81)、控制阀二(82)、压力表(12);所述高压空气瓶(91)、高压氦气瓶(92)的出口均依次与控制阀一(81)、气体流量计一(71)连接形成并联结构后与控制阀二(82)的下端相连,控制阀二(82)的上端连接气体流量计二(72)的下端,所述气体流量计二(72)的上端分别与压力计(12)、注入端端盖(15)相连。

3. 根据权利要求1所述的一种多孔介质反应热效应监测装置,其特征在于,所述出口端端盖(16)右端设有冷凝收集系统(11),所述出口端端盖(16)与冷凝收集系统(11)之间的管路上设有控制阀三(83)。

4. 根据权利要求3所述的一种多孔介质反应热效应监测装置,其特征在于,所述冷凝收集系统(11)包括冷却系统和集气管,所述冷却系统为液氮罐,所述集气管置于液氮罐中。

5. 一种利用权利要求1所述的一种多孔介质反应热效应监测方法,包括如下步骤:

1) 从透明石英反应器(1)的注入端放入示差热电偶(5),然后从出口端往注入端填充多孔介质,多孔介质完全包裹住示差热电偶(5);

2) 接着填充反应样品,然后剩余的空间再用多孔介质填满,透明石英反应器(1)填充完毕后,将另一个示差热电偶(5)安放在反应样品内用于测试反应样品的反应温度;

3) 然后采用陶瓷加热器(2)对透明石英反应器(1)加热,并在透明石英反应器(1)的注入端注气进行热效应反应实验;

4) 最后通过电脑(14)监测热效应反应实验过程中多孔介质和反应样品的温度。

6. 根据权利要求5所述的一种多孔介质反应热效应监测方法,其特征在于,两个示差热电偶(5)之间间隔至少为1厘米。

7. 根据权利要求5所述的一种多孔介质反应热效应监测方法,其特征在于,所述步骤3)中气体的注气方向是从透明石英反应器(1)注入端的多孔介质向反应样品方向流动,最后从透明石英反应器(1)出口端的多孔介质排出。

8. 根据权利要求5所述的一种多孔介质反应热效应监测方法,其特征在于,所述步骤2)中的示差热电偶(5)被反应样品完全包裹。

9. 根据权利要求6所述的一种多孔介质反应热效应监测方法,其特征在于,两个示差热电偶(5)均置于透明石英反应器(1)径向中心位置。

## 一种多孔介质反应热效应监测装置及方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种多孔介质反应热效应监测装置,具体的涉及油藏注空气过程原油在多孔介质中氧化/燃烧的反应热监测及其催化氧化和促进氧化反应过程研究。

### 背景技术

[0002] 油藏注空气驱油(包括轻质油藏高压注空气和稠油火驱)是一种有效的提高采收率方法。注空气提高原油采收率的关键在于空气与原油的氧化反应,氧化/燃烧反应程度及其产生的热效应直接决定着注空气技术能否达到很好的驱油效果。因此,研究原油在多孔介质中氧化/燃烧反应的热效应至关重要。

[0003] 目前关于原油在多孔介质中氧化/燃烧反应热效应的研究设备主要包括以下几种类型:

[0004] (1)、恒温氧化反应器

[0005] 此反应器只能在恒温条件下进行实验,尽管反应器外包裹着保温层,但热损失是非常严重的,在此条件下很难观察到反应的真实升温情况。且反应器是封闭的,只在反应初期注入一定压力的气体,提供的氧气量有限。因此,无法观察到动态气流条件下一个完整的反应过程。

[0006] (2)、绝热加速量热仪(ARC)

[0007] ARC是商业化的热分析仪,在注空气领域主要用于研究原油的自燃(主要是自燃温度的确定)。ARC能够实现自燃温度的监测主要是通过温度补偿功能实现近绝热条件。在近绝热条件下,反应释放的热量可以不断聚集,最终达到自发的燃烧。ARC的绝热功能只有在封闭模式下才可以实现,在动态的空气流条件下,由于和外界的热交换,将无法监测自燃温度。然而,在封闭的模式下,空气量是有限的,而且由于仪器的自动保护功能,如果在反应过程中,压力增加速率过高,设备还会自动释放压力。因此,在封闭的模式下也无法完整地观察到整个反应过程,且不能模拟油藏条件下的动态驱替过程。

[0008] (3)、热跟踪补偿绝热静态氧化及动态氧化驱替装置

[0009] 基于目前研究原油氧化设备存在的问题,主要包括:1)、不能模拟空气动态驱替原油过程;2)、反应器不能绝热,氧化反应释放的热量会快速传递到周围环境,热量难以聚集,因此很难监测到反应过程中温度的变化情况;3)、由于反应器热量损失严重,因此不能实现连续的氧化反应。现有技术公开了一种大尺度的高温高压热跟踪补偿绝热静态氧化及动态氧化驱替装置(申请号:201510432008.X、201610006614.X),此设备可以实现动态氧化/燃烧驱替,也可以实现静态绝热氧化。在动态氧化驱替过程中,由于动态空气流的热交换,同样无法实现绝热监测,内置热偶监测到的温度为外部加热升温和内部反应放热的总和,无法判断燃烧的起始温度和反应真实的热效应。在静态氧化模式下,可以监测反应放热,但由于模型较大,温度补偿具有一定的时间间隔,部分热量仍会散失,无法及时反映氧化反应的真实放热情况,根据目前的实验结果,在原油反应活性高,且初始温度较高的条件下,仅监测到几度到十几度的温度升高。而且,此大尺度设备需要样品量大,实验周期长,进行大量

的实验研究非常困难。

[0010] 基于以上分析可以发现,现有设备主要通过温度跟踪补偿功能实现静态封闭条件下的热效应监测,在动态空气流条件下,由于与外界的热交换,无法实现热效应监测功能。

[0011] 大量的实验和一些现场试验表明,在油藏条件下,原油的氧化/燃烧反应往往不能在期望的模式下进行,需要使用催化剂提高原油氧化/燃烧行为。因此,上述提到的设备也被用于评价催化剂/促进剂对氧化/燃烧反应的影响。除了以上提到的缺点外,这些设备反应器的主要结构均为金属,而加热的金属表面自身可以影响氧化/燃烧反应及催化剂的催化活性。这对催化剂的评价是非常不利的。为了准确评价催化剂的催化活性,应避免反应物与加热的金属表面接触。这意味着,用于研究催化氧化/燃烧的反应器不能为金属的。

[0012] 因此,急需一种能够在多孔介质中动态气流条件下监测反应(氧化/燃烧)热效应的非金属反应装置。

## 发明内容

[0013] 针对上述问题,本发明提供一种结构简单、操作便捷的多孔介质反应热效应监测装置及方法,本发明提供的装置和方法,通过对反应器结构和反应介质填充位置的合理设计,可以在动态气流条件下(与外界进行热交换的条件下)监测多孔介质反应热效应,且反应器为非金属结构,可以用于精确地评价催化剂对反应的催化效果;可以监测燃烧前缘的移动。

[0014] 本发明采用下述的技术方案:

[0015] 一种多孔介质反应热效应监测装置,包括透明石英反应器、陶瓷加热器、加热控制器、示差热电偶、模拟数字转换器、光导纤维热传感器、电脑、注入系统;所述透明石英反应器左右两端分别设有注入端端盖和出口端端盖,所述注入系统与注入端端盖相连,所述透明石英反应器置于陶瓷加热器的加热腔中,陶瓷加热器与加热控制器相连,所述示差热电偶的数量为2个,并将示2个差热电偶的测量端分别穿过注入端端盖、出口端端盖后置于透明石英反应器内部,示差热电偶的冷端与模拟数字转换器的模拟信号输入端相连,模拟数字转换器的数字信号输出端与电脑相连;所述光导纤维热传感器的测量端置于透明石英反应器的外壁处并紧贴外壁,光导纤维热传感器的输出端与模拟数字转换器的模拟信号输入端相连。

[0016] 优选的,所述注入系统包括高压空气瓶、高压氦气瓶、气体流量计一、气体流量计二、控制阀一、控制阀二、压力表;所述高压空气瓶、高压氦气瓶的出口均依次与控制阀一、气体流量计一连接形成并联结构后与控制阀二的下端相连,控制阀二的上端连接气体流量计二的下端,所述气体流量计二的上端分别与压力计、注入端端盖相连。

[0017] 优选的,所述出口端端盖右端设有冷凝收集系统,所述出口端端盖与冷凝收集系统之间的管路上设有控制阀三。

[0018] 优选的,所述冷凝收集系统包括冷却系统和集气管,所述冷却系统为液氮罐,所述集气管置于液氮罐中。

[0019] 一种多孔介质反应热效应监测的方法,包括如下步骤:

[0020] 1) 从透明石英反应器的注入端放入示差热电偶,然后从出口端往注入端填充多孔介质,多孔介质完全包裹住示差热电偶;

[0021] 2)接着填充反应样品,然后剩余的空间再用多孔介质填满,透明石英反应器(1)填充完毕后,将另一个示差热电偶安放在反应样品内用于测试反应样品的反应温度;

[0022] 3)然后采用陶瓷加热器对透明石英反应器加热,并在透明石英反应器的注入端注气进行热效应反应实验;

[0023] 4)最后通过电脑监测热效应反应实验过程中多孔介质和反应样品的温度。

[0024] 优选的,两个示差热电偶之间间隔至少为1厘米。

[0025] 优选的,所述步骤3)中气体的注气方向是从透明石英反应器注入端的多孔介质向反应样品方向流动,最后从透明石英反应器出口端的多孔介质排出。

[0026] 优选的,所述步骤2)中的示差热电偶被反应样品完全包裹。

[0027] 优选的,两个示差热电偶均置于透明石英反应器径向中心位置。本发明的有益效果是:

[0028] 1、不需要复杂和昂贵的热跟踪补偿系统,可以实现在动态气流条件下,监测多孔介质的反应热效应,可用于注空气过程中的原油氧化/燃烧反应热效应研究,能够真实模拟油藏条件下注空气的氧化/燃烧反应过程;

[0029] 2、不像传统的实验设备,反应器主体为金属材质,加热的金属表面会影响氧化/燃烧反应及催化剂的催化活性,本发明采用的反应器为石英材质,可以确保精确地研究反应自身的热效应及催化剂的催化效果。

[0030] 3、本发明的反应器主体为透明石英反应器,很难通过传统的热电偶放置方式沿轴线方向安置很多热电偶,传统的钻孔安装热电偶的方法非常容易损坏石英反应器,且大大增加密封的难度;垂向放置的热电偶会影响加热器和反应器的接触及加热装置的设计,也会影响燃烧前缘的传播;另一个主要的原因是热电偶具有一定的惰性,不能及时反应温度的变化和前缘的传播;因此,本发明中使用光导纤维热传感器进行燃烧前缘的监测,不需要在反应器壁面钻孔,可以及时的监测前缘的位置和温度,同时可以根据不同的实验灵活调整光导纤维传感器的位置和数量。

## 附图说明

[0031] 为了更清楚地说明本发明实施例的技术方案,下面将对实施例的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅涉及本发明的一些实施例,而非对本发明的限制。

[0032] 图1为本发明的结构示意图;

[0033] 图2为本发明设备的左视图;

[0034] 图3为本发明模拟多孔介质动态空气流下原油的氧化反应温度曲线图;

[0035] 图4为本发明原油燃烧反应的监测及催化剂的催化效果温度曲线图;

[0036] 图5为本发明多孔介质中燃烧前缘的传播温度曲线图。

[0037] 图中所示:

[0038] 其中,1-透明石英反应器,2-陶瓷加热器,3-加热控制器,5-示差热电偶,6-模拟数字转换器,71-气体流量计一,72-气体流量计二,81-控制阀一,82-控制阀二,83-控制阀三,91-高压空气瓶,92-高压氦气瓶,10-光导纤维热传感器,11-冷凝收集系统,12-压力计,13-注入系统,14-电脑,15-注入端端盖,16-出口端端盖,20-气体管路,21-支架。

## 具体实施方式

[0039] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例的附图,对本发明实施例的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于所描述的本发明的实施例,本领域普通技术人员在无需创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0040] 除非另外定义,本公开使用的技术术语或者科学术语应当为本公开所属领域内具有一般技能的人士所理解的通常意义。本公开中使用的“包括”或者“包含”等类似的词语意指出现该词前面的元件或者物件涵盖出现在该词后面列举的元件或者物件及其等同,而不排除其他元件或者物件。“上”、“下”、“左”、“右”等仅用于表示相对位置关系,当被描述对象的绝对位置改变后,则该相对位置关系也可能相应地改变。

[0041] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0042] 如图1至图2所示,一种多孔介质反应热效应监测装置,包括透明石英反应器1、陶瓷加热器2、加热控制器3、示差热电偶5、模拟数字转换器6、光导纤维热传感器10、电脑14、注入系统13;所述透明石英反应器1左右两端分别设有注入端端盖15和出口端端盖16,所述注入端端盖15和出口端端盖16均套设在透明石英反应器1左右两端,并使用耐高温密封胶封闭,所述注入系统13包括高压空气瓶91、高压氦气瓶92、气体流量计一71、气体流量计二72、控制阀一81、控制阀二82、压力表12;所述高压空气瓶91、高压氦气瓶92的出口均依次与控制阀一81、气体流量计一71连接形成并联结构后与控制阀二82的下端相连,控制阀二82的上端连接气体流量计二72的下端,所述气体流量计二72的上端分别与压力计12、注入端端盖15相连,具体的,所述气体流量计二72的上端通过管路穿过注入端端盖15,并与透明石英反应器1连通。

[0043] 所述透明石英反应器1置于陶瓷加热器2的加热腔中,陶瓷加热器2与加热控制器3相连,所述示差热电偶5的数量为2个,并将2个示差热电偶5的测量端分别穿过注入端端盖、出口端端盖后置于透明石英反应器1内部,示差热电偶5的冷端与模拟数字转换器6的模拟信号输入端相连,模拟数字转换器6的数字信号输出端与电脑14相连;所述光导纤维热传感器10的测量端置于透明石英反应器1的外壁处并紧贴外壁,光导纤维热传感器10的输出端与模拟数字转换器6的模拟信号输入端相连,所述示差热电偶5上均设有变送器,所述陶瓷加热器2、示差热电偶5均使用支架21固定。

[0044] 示差热电偶5的设计位置:一个示差热电偶5测试反应样品氧化/燃烧反应的温度,另一个示差热电偶5测试环境温度(透明石英反应器1中多孔介质的实际温度),从气体注入方向上,沿注入端(透明石英反应器1左端)到出口端(透明石英反应器1右端)依次为测试环境温度的示差热电偶5和反应样品反应温度示差热电偶5,气流会携带反应放出的热量从注入端向出口端移动,而不会影响环境温度。首先,从注入端放置测试环境温度的示差热电偶5,示差热电偶5需位于透明石英反应器1径向方向的中心位置,然后填充多孔介质(如石英砂),多孔介质需完全覆盖示差热电偶5,以确保测试环境温度的示差热电偶5不与反应样品有任何接触;接着填充混有反应样品的多孔介质(如原油和石英砂的混合物或天然油砂),填充量视实验需求而定,可填充满至出口端,也可以仅填充一定的长度,剩余的空间用多孔介质填满。反应器填充完毕后,安放反应样品反应温度的示差热电偶5,两个示差热电偶5必

须具有一定的间隔。

[0045] 所述出口端端盖16的右端设有冷凝收集系统11,出口端端盖通过管路与冷凝收集系统11相连,管路穿过出口端端盖与透明石英反应器1内部连通,所述冷凝收集系统11包括冷却系统和集气管,所述冷却系统为液氮罐,所述集气管置于液氮罐中,所述出口端端盖16的右端与冷凝收集系统11之间的管路上设有控制阀三83。所述控制阀门三83左端连接出口端端盖16,右端连接集气管的入口端。所述加热控制器3为温度控制器,其工作原理是通过温度传感器对环境温度自动进行采样、即时监控,当环境温度高于控制设定值时控制电路启动,可以设置控制回差。如温度还在升,当升到设定的超限报警温度点时,启动超限报警功能。当被控制的温度不能得到有效的控制时,为了防止设备的毁坏还可以通过跳闸的功能来停止设备继续运行。所述电脑14上设有数据采集器,用于采集模拟数字转换器6中的实验数据。

[0046] 一种多孔介质反应热效应监测方法,包括如下步骤:

[0047] 1) 从透明石英反应器1的注入端放入示差热电偶5,然后从出口端往注入端填充多孔介质,多孔介质完全包裹住示差热电偶5;

[0048] 2) 接着填充反应样品,然后剩余的空间再用多孔介质填满,透明石英反应器1填充完毕后,将另一个示差热电偶5安放在反应样品内用于测试反应样品的反应温度;

[0049] 3) 然后采用陶瓷加热器2对透明石英反应器1加热,并在透明石英反应器1的注入端注气进行热效应反应实验;

[0050] 4) 最后通过电脑14监测热效应反应实验过程中多孔介质和反应样品的温度。

[0051] 实施例:

[0052] 实验前,将原油和石英砂以1:4的质量比混合均匀。根据上述的实验方法,填充透明石英反应器1并安放示差热电偶5,反应样品的填充长度为5厘米,在1L/min的空气流量下进行升温氧化实验。对透明石英反应器1持续加热到455℃后,停止继续升温,保持透明石英反应器455℃恒温状态,并在115分钟时关闭高压空气瓶91上方控制阀一81、气体流量计71,打开高压氦气瓶92上方控制阀一81、气体流量计71,在电脑上监测2个示差热电偶5的温度,当发现2个示差热电偶5的温度差逐渐降低,反应样品温度逐渐接近环境温度时,关闭高压氦气瓶92上方控制阀一81、气体流量计71,打开高压氦气瓶92上方控制阀一81、气体流量计71,当温度差逐渐增加并恢复到之前的值时,关闭所有设备,实验结束。实验结果如图3所示,实验数据提供三个温度剖面,最顶部的为反应样品反应温度,中间为多孔介质在动态空气流条件下的环境温度,最底端为温度差。温度差曲线可以反映由于氧化反应产生的真实的热效应。从图3中可以看出,在加热至8分钟开始出现负的温度差,主要是由于此时蒸馏吸收的热量大于原油放热反应产生的热量,负温度差直至11分钟消失,接着温度差开始缓慢增加,表示放热反应逐渐增强,在接近18分钟时,剧烈的放热反应发生,温度急剧增加,出现一个放热峰。随后,温度差降低并逐渐趋于稳定。为了验证此温度差确实是由于氧化反应导致的,停止继续升温,保持反应器恒温状态,并在115分钟时,停止注入空气,改注惰性气体(氦气),发现温度差逐渐降低,反应温度逐渐接近环境温度,当停止注入氦气,恢复注空气后,温度差逐渐增加,并恢复到之前的值。整个实验过程表明,设计的实验装置可以精确地监测和反映由于反应放热(或吸热)导致的温度变化,并得到准确的数据。

[0053] 为了证明本发明装置的合理性及主要功能,确保精确地研究反应自身的热效应及

催化剂的催化效果,将实验样品为原油和原油+催化剂,实验过程和准备如实施实例所述。催化剂的用量占原油质量的1%。实验结果如图4所示。图4中纵坐标为温度差,横坐标为环境温度。以环境温度为横坐标可以直观表示放热或吸热反应发生的温度。从图4中可以发现,在没有催化剂的条件下,剧烈燃烧反应发生的温度为280℃,催化剂的加入将剧烈燃烧反应的起始温度降低到220℃。表明催化剂具有很好的催化效果。

[0054] 为研究监测燃烧前缘的位置和温度,实验准备和过程如方法和实施实例中所述,如图5所示,在反应器外壁的1,2,3,4位置有光导纤维热传感器10监测燃烧前缘的传播,实验结果如图5所示。实验结果表明,通过光导纤维热传感器10可以准确地监测燃烧前缘的传播及变化,并反映燃烧地剧烈程度。

[0055] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例而已,并非对本发明作任何形式上的限制,虽然本发明已以较佳实施例揭露如上,然而并非用以限定本发明,任何熟悉本专业的技术人员,在不脱离本发明技术方案范围内,当可利用上述揭示的技术内容作出些许更动或修饰为等同变化的等效实施例,但凡是未脱离本发明技术方案的内容,依据本发明的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案的范围内。



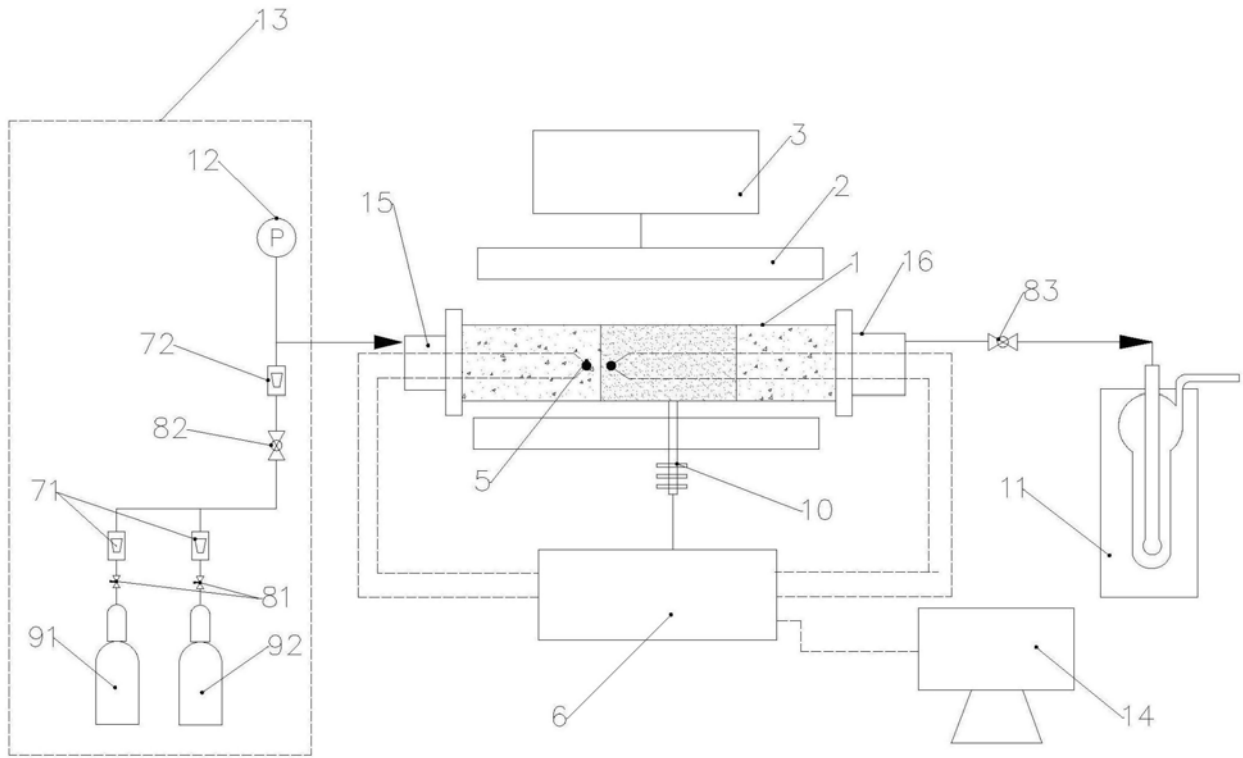


图1

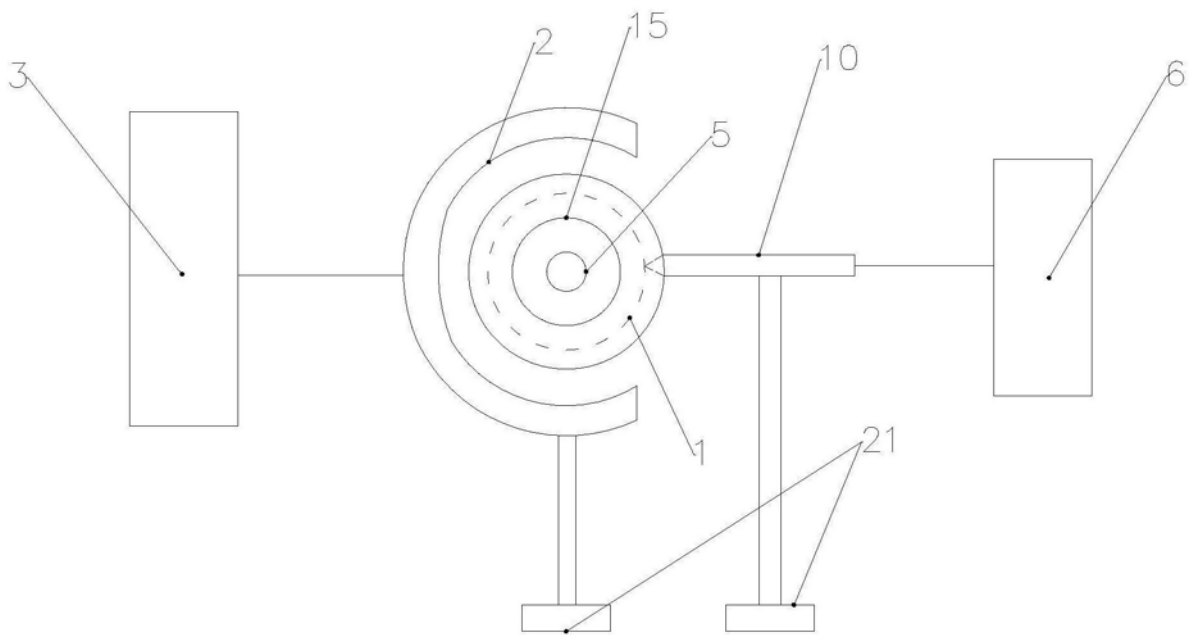


图2

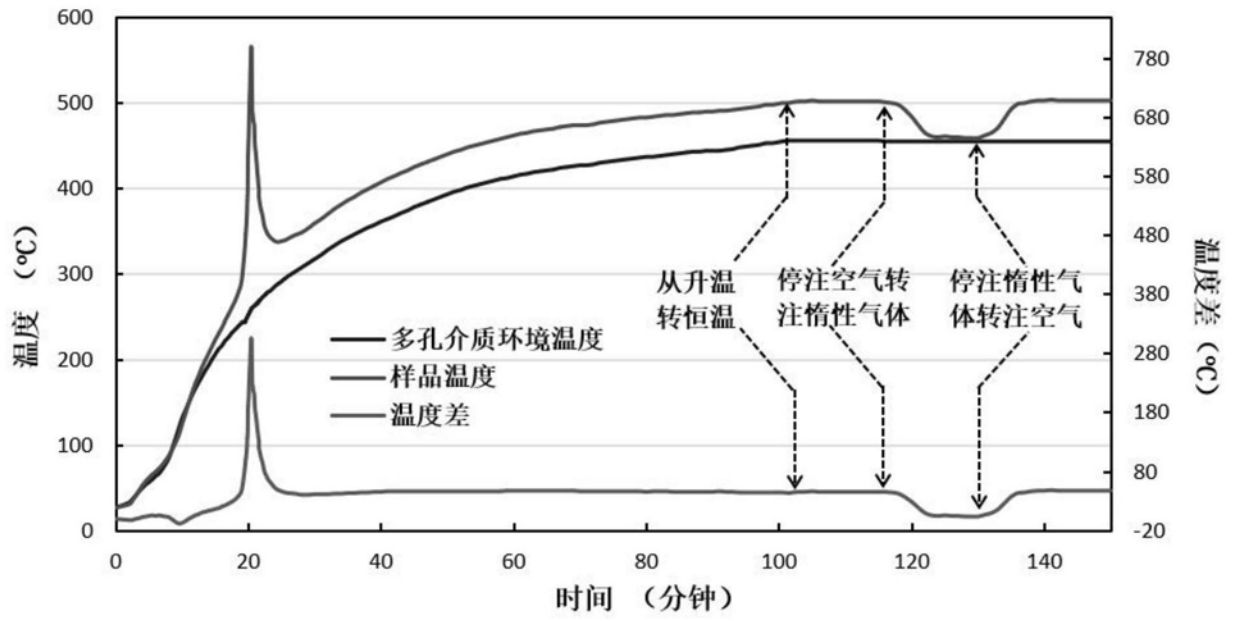


图3

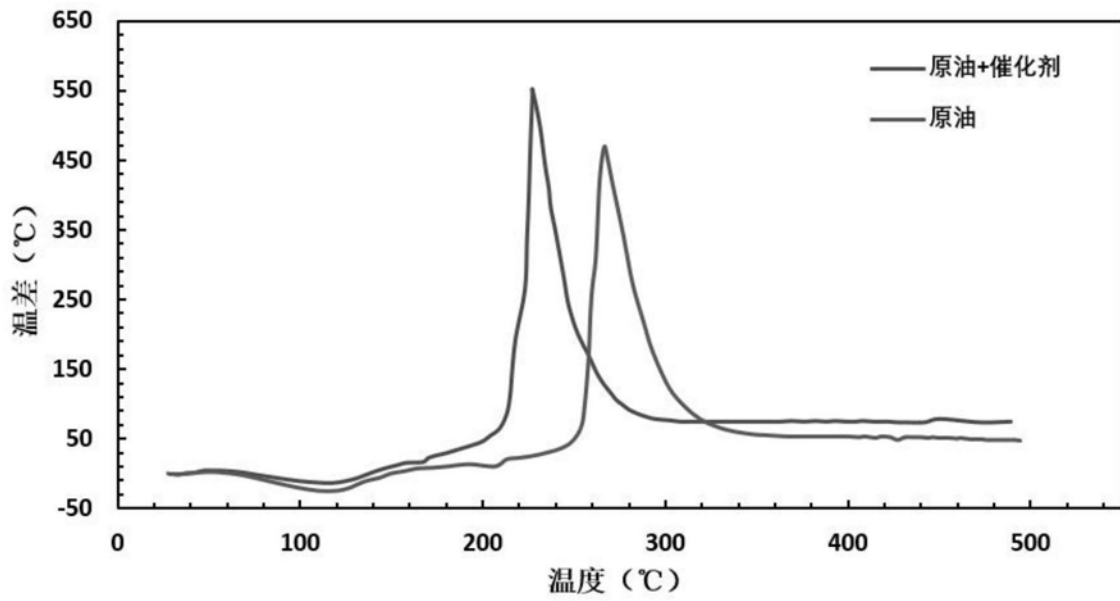


图4

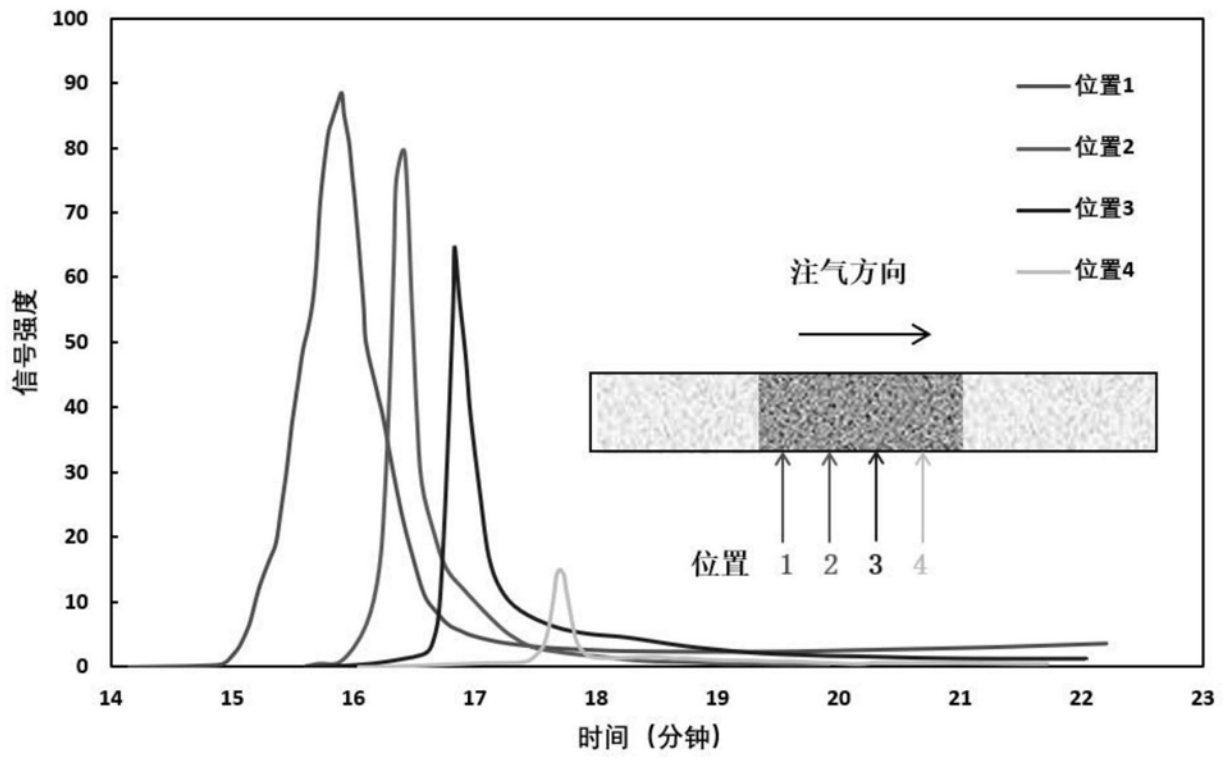


图5