



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103411799 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 01

(21) 申请号 201310374988. 3

(22) 申请日 2013. 08. 26

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所
地址 550002 贵州省贵阳市观水路 46 号

(72) 发明人 李和平 赵晓莉 周丽 徐丽萍
杨美奇 徐惠刚

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所
52100

代理人 吴无惧

(51) Int. Cl.

G01N 1/14(2006. 01)

G01D 21/02(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 203396613 U, 2014. 01. 15,

GB 488038 A, 1938. 06. 30,

SU 957043 A1, 1982. 09. 17,

CN 102928255 A, 2013. 02. 13,

CN 2791633 Y, 2006. 06. 28,

CN 101187602 A, 2008. 05. 28,

赵晓莉. 高温高压下水流体中石英溶解度研究进展. 《矿物学报》. 2013, 第 33 卷 (第 1 期),
冯秀. 金属垫片密封研究进展. 《润滑与密封》. 2004, (第 1 期),

I. V. Zakirov. Solubility of NaCl in CO₂ at high pressure and temperature: First experimental measurements. 《Geochimica et Cosmochimica Acta》. 2007,

审查员 尹文杰

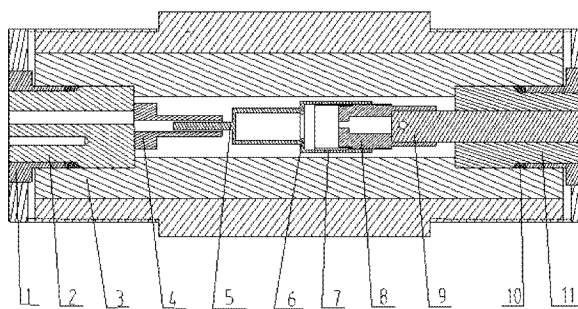
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置

(57) 摘要

本发明公开了一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,包括压环(1)、测温测压釜塞(2)、密封环(10)、取样釜塞(11)和旋钮力杆(9),在釜体(3)内设置一个取样器(5),取样器(5)一端通过密封盖(8)与旋钮力杆(9)连接,取样器(5)另一端通过基座(4)固定在测温测压釜塞(2)上,取样器(5)与密封盖(8)之间为螺纹连接,取样器(5)与密封盖(8)之间的空隙设有密封件(6),取样器(5)上部有连通孔(7)。本发明能够有效解决目前在高温高压反应釜内原位取样技术不能同时达到快速、单相态以及样品组成无损的问题。



1. 一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,包括压环(1)、测温测压釜塞(2)、密封环(10)、取样釜塞(11)和旋钮力杆(9),其特征在于:在釜体(3)内设置一个取样器(5),取样器(5)一端通过密封盖(8)与旋钮力杆(9)连接,取样器(5)另一端通过基座(4)固定在测温测压釜塞(2)上,取样器(5)与密封盖(8)之间为螺纹连接,取样器(5)与密封盖(8)之间的空隙设有密封件(6),取样器(5)上部有连通孔(7)。

2. 根据权利要求1所述的一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,其特征在于:所述的取样器(5)内部有孔和螺纹,底部有插柄。

3. 根据权利要求1所述的一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,其特征在于:所述的密封盖(8)内部设有孔,外部有螺纹。

4. 根据权利要求1所述的一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,其特征在于:所述的基座(4)上开有插孔。

5. 根据权利要求1所述的一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,其特征在于:所述的密封盖(8)与旋钮力杆(9)采用插销连接。

一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高温高压原位取样装置,特别是涉及一种适用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置,属于反应釜取样装置领域。

背景技术

[0002] 高温高压反应釜是一种常见的高温高压实验装置,被广泛用于地球内部高温高压水流体性质和水流体-固体相互作用,核电站超临界水冷堆,以及化学化工研究领域的高温高压模拟实验,同时也是一种在石油化工、燃煤清洁利用以及人工晶体培养等工业领域中常见的生产设备,其特点在于提供一种高温高压的反应环境。为了检测高压釜内化学反应的进行,必须对高压釜内的高温高压流体进行取样以查定化学组成。然而,由于高温高压环境极端苛刻,高效、精准可靠的原位取样技术一直是高温高压实验技术发展的重要目标。

[0003] 目前,已发明的高温高压原位取样技术主要包括原位取样阀技术、内置式针阀密封取样器技术和人工包裹体取样技术:(1)原位取样阀技术即是使用一根毛细管,使一端与高温压力容器的样品室连通,另一端位于常温常压区与取样器连通,在毛细管的中间靠冷区则安装一高压阀门,阀门在取样前处于关闭状态。当实验进行到设定状态时,打开阀门,高温压力容器样品室内的流体样品从毛细管流出进入取样器,从而得到高温高压下样品体系中的流体样品。该原位取样阀技术目前广泛应用于高温高压反应釜,但在该技术中,取样过程实际上是样品温度压力陡降的过程,对于在高温高压下通常溶解有大量固体物质的流体,当温度压力突然下降时经常会有固体物质从流体中沉淀至阀门的死空间、阀门与流体的接触表面以及毛细管的内壁,从而造成取样器中流体样品的质量丢失。(2)内置式针阀密封取样器技术,即类似于将高压阀门放置于高压釜内部密封而捕获流体,该技术的基本构件包括内置式取样容器、阀杆、针阀和密封件。其中,内置式取样容器为一端敞口、内外表面经钝化的钛合金金属容器,其在圆柱状釜腔内沿径向和轴向的空间位置可调;阀杆为一表面经钝化的钛合金金属杆,其一端制成圆锥状与取样器敞口内缘共同组成针阀机构,另一端位于高温压力容器以外的常温常压区,其中间部分贯穿位于高温高压区的密封件;密封件则由具耐高温、易变形且具增滑效果的石墨制成。在高温高压实验中,圆柱状高温压力容器沿轴向竖立,通过旋转位于常温压区的阀杆,可实现取样器内样品的原位密封。该内置式针阀密封取样器技术主要用于地学高温高压实验,但该技术在中也存在一些问题:石墨密封件无法避免与流体接触,因而会导致一定程度的样品污染;此技术中的阀杆与密封件之间的密封属热密封,阀杆的旋转需克服高温高压区阀杆与密封件之间的摩擦,阀杆在高温下的有限强度无疑会对此技术的使用温度和压力产生影响。(3)人工包裹体原位取样技术,其原理是在样品室内放置含显微裂纹(通常由热冲击产生)的透明矿物,其中透明矿物中的微裂纹与矿物所处的环境连通,在高温高压实验过程中,透明矿物在流体中发生溶解-重结晶过程,从而使得显微裂纹发生封闭形成一个一个的包裹体,此时样品体系中的流体即被包裹体原位并组成无损地封存。此技术可广泛用于高压釜、流动反应器、活塞圆筒以及多面体大腔体等高温高压实验装置,但人们在长期的实践中,发现此技术存在

如下弊端：此技术仅适合样品体系本身即含有人工包裹体的载体矿物的情形，否则会由于载体矿物的加入污染样品；由于包裹体封闭需经历较长时间的结晶生长才能完成，因此该技术几乎不能用于旨在开展动力学研究的高温高压实验；对于动力学过程较为缓慢的高温高压实验，则由于不同的包裹体的封闭时间不同从而导致不同的包裹体所俘获的流体组成存在差异，因此该技术也不适合用于动力学过程缓慢的高温高压实验。

[0004] 综上所述，原位取样技术对于含流体多相体系的高温高压实验具有极端重要性，然而目前所采用的各种原位取样技术都难以同时达到快速、单相态以及样品组成无损的要求，因此发展一种快速、单相态以及样品组成无损的高温高压原位取样技术，已成为当前含流体多相物质体系高温高压实验研究领域亟须解决的国际性难题。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题：提供一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置，以解决目前原位采样技术不能同时达到快速、单相态以及样品组成无损的问题。

[0006] 本发明的技术方案：

[0007] 一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置，包括压环、测温测压釜塞、密封环、取样釜塞和旋钮力杆，在釜体内设置一个取样器，取样器一端通过密封盖与旋钮力杆连接，取样器另一端通过基座固定在测温测压釜塞上，取样器与密封盖之间为螺纹连接，取样器与密封盖之间的空隙设有密封件，取样器上部有连通孔。

[0008] 上述的取样器内部有孔和螺纹，底部有插柄。

[0009] 前述的密封盖内部设有孔，外部有螺纹。

[0010] 前述的基座上开有插孔。

[0011] 前述的密封盖与旋钮力杆采用插销连接。

[0012] 本发明的有益效果：

[0013] 本发明在取样过程中，由于取样器与密封盖之间采用螺纹连接，通过在高压釜外部扭动旋钮力杆可实现取样器与密封盖之间的相对移动，进而实现取样器上连通孔的快速闭合，即本发明可实现高压釜内取样器在高温高压状态下的实时、快速和原位取样。同时密封盖的移动可顶住密封件，从而将取样器内的液体与釜内液体更好的隔绝开，并且由于自取样器密封一直到高压釜淬火卸压后取样器的取出，整个过程取样器一直处于密封状态，因此本发明具有取样过程中样品组成无损的特点。另外本发明通过调节取样器插柄的高度可实现多相共存体系中单相态流体的原位取样。综上所述，与现有技术相比，本发明能够有效解决目前原位采样技术不能同时达到快速、单相态以及样品组成无损的问题。

[0014] 附图说明：

[0015] 图 1 是本发明的纵剖面结构示意图。

[0016] 具体实施方式：

[0017] 如图 1，本发明一种用于高温高压反应釜的内置式原位取样装置，包括压环 1、测温测压釜塞 2、密封环 10、取样釜塞 11 和旋钮力杆 9。基座 4 焊接或用螺栓固定在测温测压釜塞 2 上；取样器 5 内部开有孔和螺纹，在取样器 5 上开一个连通孔 7，以使在实验进行时取样器 5 与釜内空间连结成一体，底部设有一个插柄，可以插入基座 4 上插孔中，以实现取样器 5 的固定，同时通过调节取样器插柄的高度可实现多相共存体系中单相态流体的原位

取样;密封盖 8 内部开有通孔,外部设有螺纹;取样器 5 与密封盖 8 采用螺纹连接;密封盖 8 与旋钮力杆 9 采用插销连接;取样器 5 与密封盖 8 之间设有密封件 6。

[0018] 本发明可应用于常温~500℃和常压~100MPa 条件下的流体原位取样。

[0019] 使用时,将固定有基座 4 的测温测压釜塞 2 装入釜体 3 中,然后向釜体内加入实验样品;用插销将取样器 5 的密封盖 8 固定在带插孔的旋钮力杆 9 上,再将密封件 6 和取样器 5 通过螺纹初步拧紧在密封盖 8 之上,且保证取样器 5 上的连通孔 7 处于开放的位置,然后将带有取样装置的旋钮力杆 9 整体装入釜体内,且保证取样器 5 插柄能卡入基座 4 的插孔内,以固定取样器的位置。最后将取样釜塞 11 装入高压釜并密封高压釜。实验结束后,通过转动置于高压釜外部的旋钮力杆 9 而带动密封盖 8 的螺纹向下走而挤压密封盖 8 和取样器 5 之间的密封件 6,使密封件 6 产生形变而达到线密封效果,从而使高温高压状态下方解石溶解平衡的流体被密封于取样器 5 内。高压釜淬火卸压后取出取样器 5,由于取样器 5 在高温高压下密封以后已和釜内溶液隔绝,不再与釜内物质发生物质交换或反应,因此取样器 5 内的冷凝液可以代表高温高压状态时的流体化学组成,通过分析取样器 5 内的冷凝液即可准确获得该高温高压水流体条件下的实验数据。同时在实验中通过调节取样器插柄的高度可实现多相共存体系中单相态流体的原位取样。

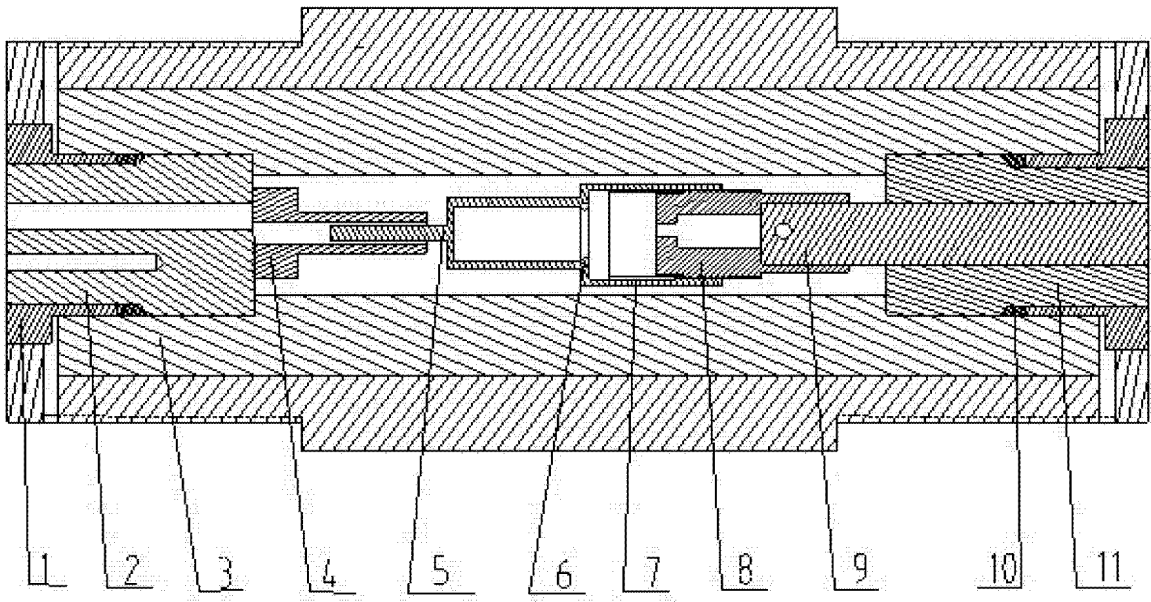


图 1