



中华人民共和国国家标准

GB/T 19559—2004

煤层气含量测定方法

Method of determining coalbed methane content

2004-06-18 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准充分参照了美国天然气研究所的煤层气测定方法(A Determining Coalbed Gas Content)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 为规范性的附录。

本标准由中联煤层气有限责任公司提出并归口。

本标准由中联煤层气有限责任公司和煤炭科学研究总院西安分院负责起草。

本标准主要起草人:李小彦、张遂安、王 强、杨 杰。

煤层气含量测定方法

1 范围

本标准规定了煤芯和煤屑样品的气含量测定方法。

本标准适用于煤层气井中获取的烟煤和无烟煤煤芯或煤屑样品的气含量测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 212—2001 煤的工业分析方法(eqv ISO 11722:1999)

GB 474—1996 煤样的制备方法(eqv ISO 1988:1975)

GB/T 3715—1996 煤质及煤分析有关术语(eqv ISO 1213-2:1995)

GB/T 13610—1992 天然气的组成分析 气相色谱法

3 仪器设备

解吸罐:容积 $>1\ 000\ \text{cm}^3$,0.2 MPa 压力下保持气密性;

计量器:量筒量程 $>800\ \text{cm}^3$,最小刻度 $10\ \text{cm}^3$;

恒温装置:温控 $\pm 1^\circ\text{C}$;

温度计: $-30^\circ\text{C}\sim 50^\circ\text{C}$;

气压计: $80\sim 106\ \text{kPa}$,分度值 $0.1\ \text{kPa}$;

球磨机;

电子秤: $10\ \text{kg}$,感量 $0.05\ \text{kg}$;

筛子: $0.25\ \text{mm}$ (60目);

气样瓶: $250\ \text{cm}^3$;

气相色谱仪:符合 GB/T 13610—1992 要求;

数据分析系统:微机及相应的数据处理软件。

4 样品采集

4.1 采样前准备

4.1.1 解吸罐

所有用于煤层气含量测定的解吸罐,使用前必须进行气密性检测。气密性检测可通过向罐内注空气至表压 $0.2\ \text{MPa}$ 以上,关闭后搁置 $12\ \text{h}$,压力不降方可使用。

4.1.2 计量器

使用前,计量器装水,调节计量器至初始状态,检测计量器密闭性能。

4.1.3 恒温装置

在煤样装罐前,将温度调至储层温度或送样单位的技术要求温度,并使恒温装置达到设定温度。

4.2 采样原则

以煤芯样品为主,煤屑样品为辅。

4.2.1 样品质量

每次装罐的煤样质量不得少于 800 g。

如煤芯采取率不足又需要采样测定时,最低样量不得少于 300 g,只做解吸气测定,在备注中说明仅做参考。

4.2.2 采样时间

采样时间是指用于气含量测定的煤样从割芯到煤样被装入解吸罐密封所用的实际时间。

从割芯到煤样提升到井口所用的提芯时间不得超过规定时间,即:煤层深度 ≤ 500 m,提芯时间不超过 10 min;煤层深度 500 m~1 000 m,提芯时间不超过 20 min;煤层深度大于 1 000 m,提芯时间不超过 30 min。

样品到达地面后,必须在 10 min 内装入解吸罐密封。

4.3 采样步骤

取芯开始,煤层气含量测定人员(至少 2 名)必须到达现场,将仪器设备安装调试进入工作状态。

4.3.1 煤芯采样

待煤芯提出井口,尽快打开岩芯管,煤层气含量测定技术人员协助钻井地质技术人员快速拍照并简要描述后,剔除夹矸及杂物(如若煤芯受到泥浆污染,应适当用洁净抹布擦净或用清水快速冲洗煤芯),迅速按煤层剖面顺序装入解吸罐并迅速密封,不得按压。

4.3.2 煤屑采样

开泵循环,待煤屑到达振动筛后,挑选较纯部分收集到样品箱,迅速用清水冲洗钻井液,然后装入解吸罐并迅速密封。

4.3.3 装样要求

气含量测定的样品要求装至距罐口 1 cm 处。如采取的样量不足于装满罐,应在装样前据实际样品量在罐底加入适量填料。解吸罐罐内空体积最大不得超过罐内体积的四分之一。如解吸罐内空体积过大,应进行空体积测定,以校正气含量测定值。

填料可选择对煤层气不产生吸附和反应的物质,如玻璃圆柱体、玻璃球等。

4.3.4 参数记录

采样时,应同时收集以下有关参数。

- a) 地质参数:井号、井位、煤层名称、地层时代、埋深、储层温度;
- b) 钻井参数:钻压、转速、钻井循环介质、排量、泵压;
- c) 时间参数:

煤芯样品—钻遇煤层时间、割芯起钻时间、煤芯提至井口时间、煤样装罐结束时间、采样日期;

煤屑样品—钻遇煤层时间、开泵时间、样品到达振动筛时间、装罐结束时间、采样日期、泥浆密度、迟到时间等;

- d) 样品参数:罐号、样品编号、空罐重、样重、样品类型;

- e) 记录表格:煤芯样品见附录 A,煤屑样品见附录 B。

5 测定方法及流程

5.1 自然解吸

5.1.1 解吸步骤

将装有样品并密封好的解吸罐迅速置入已达储层温度(或送样单位要求温度)的恒温装置中,迅速用软管将解吸罐与计量器连接,调整计量器液面,使罐中的解吸气进入量筒,持锥形瓶使之水面与量筒水面对齐读数,记录量筒读数。记录观测的气体体积,同时记录当时的大气温度、大气压力,分别填写在附录 A 或附录 B 的表格中。记下该点量筒读数,减去上次量筒读数得到解吸气体积。

按照第 5.1.2 所确定的时间间隔重复进行解吸量测定,并按照上述内容记录测定数据。

如量筒不能再容纳下次测定的气体时,排出量管内的气体(需要采集气样时应先取气样再排出),调节计量器至初始状态,然后关闭放气阀门重复以上步骤继续测定。

5.1.2 测定时间间隔

自然解吸时,每间隔一定时间测定一次,其时间间隔依气量大小和罐内压力而定。装罐结束第一次测定为 5 min,以后每 10 min、15 min、30 min、60 min 间隔各测定 1 h,然后 120 min 测定 2 次,直至累计满 8 h。

连续解吸 8 h 后可视解吸罐的压力表表压确定适当的解吸时间间隔,最长为 24 h。

5.1.3 解吸终止限

自然解吸持续到连续 7 天每天平均解吸量小于或等于 10 cm^3 ,结束解吸测定。

5.1.4 称重、缩分、工业分析

自然解吸结束后开罐,进行煤岩观察描述,描述内容包括宏观煤岩类型、裂缝发育情况、夹矸等。然后将样品称重、风干,称空气干燥基样品重量,计算样品总重量。选代表性煤样 400 g~500 g,捣碎成 2 cm~3 cm 大小,装入球磨罐或破碎机密封进行残余气测定;同时选取代表性样品碎至 0.20 mm,按照 GB/T 212—2001,分别测定煤样的水分、灰分、挥发分等。

根据需要,也可设置其他分析项目。

5.2 残余气测定

5.2.1 测定方法

将自然解吸后的样品装入球磨罐,将球磨罐置于球磨机上破碎 2 h~4 h,然后放入恒温装置,待恢复储层温度后观测气体逸出量,读出的气体体积数,连同大气温度、大气压力、解吸时间等一并记录在附录 C 的表格中。之后按照自然解吸方法进行解吸。

5.2.2 残余气测定终止限

连续 7 天,解吸的气量平均小于或等于 10 cm^3 ,则残余气测定结束。

5.2.3 称重计算

残余气测定结束后开罐,将样品倒出风干,用 0.25 mm(60 目)筛子筛分,称量筛下煤样质量,作为计算残余气含量的重量基准。

5.3 气样采集及气成分测定

5.3.1 气样采集

解吸气与残余气测定过程中,需要采集气样进行气成分分析。准备 1 m 长软管和气样瓶(250 cm^3 玻璃瓶)若干及采集气样所需的水槽。

气样采集采用化学实验常用的排水集气法,即:在量筒内气体体积 $> 400 \text{ cm}^3$ 时,把软管接在气阀上,玻璃瓶置入水槽充满水,打开量筒气阀并提升锥形瓶,将软管内空气排除后插入玻璃瓶,让气体通过软管流向瓶中。待气体收集到 150 cm^3 后,在水槽中拔下软管并盖上瓶塞。在瓶子上贴上标签,倒置箱中,送实验室进行气体组分分析。

5.3.2 采集气样的数目和频率

自然解吸阶段采集气样 3 个,煤芯样品分别在解吸的第 4 h、第 24 h、第 4 天采集;煤屑样品根据解吸气量参照煤芯样品执行。

5.3.3 气组分分析

采集的气样,及时送实验室,按 GB/T 13610—1992 进行气体组分分析。

6 数据处理

6.1 解吸气体积校正

自然解吸和残余气测定所测得的气体体积必须进行逐点气体体积校正,换算到标准状态下(温度 20°C 、压力 101.33 kPa)气体体积。气体体积校正公式如下:

$$V_{STP} = \frac{293.15 \times P_m \times V_m}{101.33 \times (273.15 + T_m)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V_{STP} ——标准状态下的气体体积,单位为立方厘米(cm^3);
- P_m ——大气压力,单位为千帕(kPa);
- T_m ——大气温度,单位为摄氏度($^{\circ}C$);
- V_m ——气体体积(解吸计量读数),单位为立方厘米(cm^3)。

6.2 损失气量计算

6.2.1 损失气时间计算

在钻井介质为清水和泥浆时,岩芯筒提至井筒一半时的时间作为零时间;钻井介质为泡沫或空气时,钻遇煤层时间为零时间。损失气时间为从零时间到装罐结束的时间。其计算公式如下:

钻井循环介质为清水和泥浆条件下损失气时间计算公式:

$$t_L = \frac{t_3 - t_2}{2} + (t_4 - t_3) \dots\dots\dots (2)$$

钻井介质为泡沫或空气条件下损失气时间计算公式:

$$t_L = (t_3 - t_1) + (t_4 - t_3) \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- t_L ——损失气时间,单位为分(min);
- t_1 ——钻遇煤层时刻,单位为日:时:分:秒;
- t_2 ——起钻时刻,单位为日:时:分:秒;
- t_3 ——煤芯到达地面时刻,单位为日:时:分:秒;
- t_4 ——煤芯装入解吸罐密封时刻,单位为日:时:分:秒。

6.2.2 损失气量计算方法

本标准规定损失气量采用直接法计算。

直接法(The Direct Method)是据解吸初期解吸量与时间平方根的成正比关系进行确定。以标准状态下累计解吸量为纵坐标,损失气时间与解吸时间之和的平方根为横坐标作图。将最初解吸的呈直线关系的各点连线,延长直线与纵坐标轴相交,则直线在纵坐标轴的截距为损失气量,参见附录 E。

6.3 气含量计算的基准

煤层气含量测定结果有两种表达方式,一种是空气干燥基气含量,另一种是干燥无灰基气含量。

空气干燥基:定义为解吸罐内剔除夹矸和杂物后空气风干的样品重量;

干燥无灰基:与煤质分析基准一致,即为空气干燥基重量减去灰分、水分重量。

6.4 气体组分计算

各种气体组分的浓度,按 GB/T 13610—1992 的规定计算。

6.5 煤层气含量计算

根据测定过程,煤层气含量计算分为损失气含量、解吸气含量和残余气含量三部分。

6.5.1 损失气含量计算

$$G_{CL} = V_{lost}/m_T \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- G_{CL} ——损失气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);
- V_{lost} ——损失气体积,单位为立方厘米(cm^3),气体组分按自然解吸气体组分分析结果;
- m_T ——样品总重量,单位为克(g),分为空气干燥基和干燥无灰基。

6.5.2 自然解吸气含量计算

$$G_{CD} = V_D/m_T \dots\dots\dots (5)$$

式中:

G_{CD} ——实测的自然解吸气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

V_D ——实测的自然解吸气体积,单位为立方厘米(cm^3);

m_T ——样品总重量,单位为克(g),分空气干燥基和干燥无灰基。

6.5.3 残余气含量计算

$$G_{CR} = V_R/m_R \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

G_{CR} ——残余气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

V_R ——残余气体积,单位为立方厘米(cm^3);

m_R ——残余气样品重量,单位为克(g),分空气干燥基和干燥无灰基。

6.5.4 气含量计算

煤层气含量 G_C 等于损失气含量 G_{CL} 、自然解吸气含量 G_{CD} 和残余气含量 G_{CR} 之和,即:

$$G_C = G_{CL} + G_{CD} + G_{CR} \quad \dots\dots\dots(7)$$

6.6 吸附时间计算

吸附时间(τ)的意义是样品所含气体被解吸出 63.2% 时所用的时间,一般以天为单位。吸附时间的求取可采用图解法或计算方法求取。计算方法如下:

首先,计算出占总气量 63.2% 所对应的气体体积:

$$V_{63.2\%} = V_T \times 63.2\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$V_{63.2\%}$ ——占总气量 63.2% 所对应的气体体积,单位为立方厘米(cm^3);

V_T ——为损失气、自然解吸气和残余气体积总和,单位为立方厘米(cm^3)。

其次,计算各实测数据点的时间和各点的累计气体体积(标准状态);

然后,在累计体积数据中找出 $V_{63.2\%}$ 所在的区间;

最后,利用直线内插方法求出 $V_{63.2\%}$ 所对应的时间,即为 τ 值。

样品在运送途中的时间,如环境温度低于储层温度时,应从累计时间中扣除,吸附时间不包括运送时间。否则可不减去。

6.7 计算数值精度要求

煤层气含量数据保留 2 位小数。

7 测定报告

煤层气含量测定报告主要包括:

自然解吸原始记录(附录 A 或附录 B)、残余气测定原始记录(附录 C)、解吸曲线图(附录 D)、损失气计算图(附录 E)、工业分析报告、气组分分析报告和气含量测定成果报告(附录 F)等。

文字说明和有关分析,如采样情况说明、实验过程说明等。

8 质量评述

详细记录实施过程中采样、测定及仪器故障等实际情况,作为测定结果质量评估的依据,质量评述包括以下内容:

8.1 样品采集质量评述

8.1.1 样品未能按时提芯或样品到达地面后,未能在 10 min 以内装罐密封,应在记录中注明。

8.1.2 如采收率太低,样量较少时,应记录实际样重,在质量评述中说明相应分析不能进行的原因。

8.2 测定操作质量评述

8.2.1 如样品太碎测定过程出现堵塞,未能及时处理时,应在报告中说明,并将该样作为参考样。

8.2.2 测定过程错记、漏记或仪器设备漏气故障致使测值不准确,应说明。

8.3 质量评述结论

8.3.1 合格样品

如未发现 8.1 和 8.2 中的问题,按规范测定的样品,可直接应用,视为合格样品。

8.3.2 参考样品

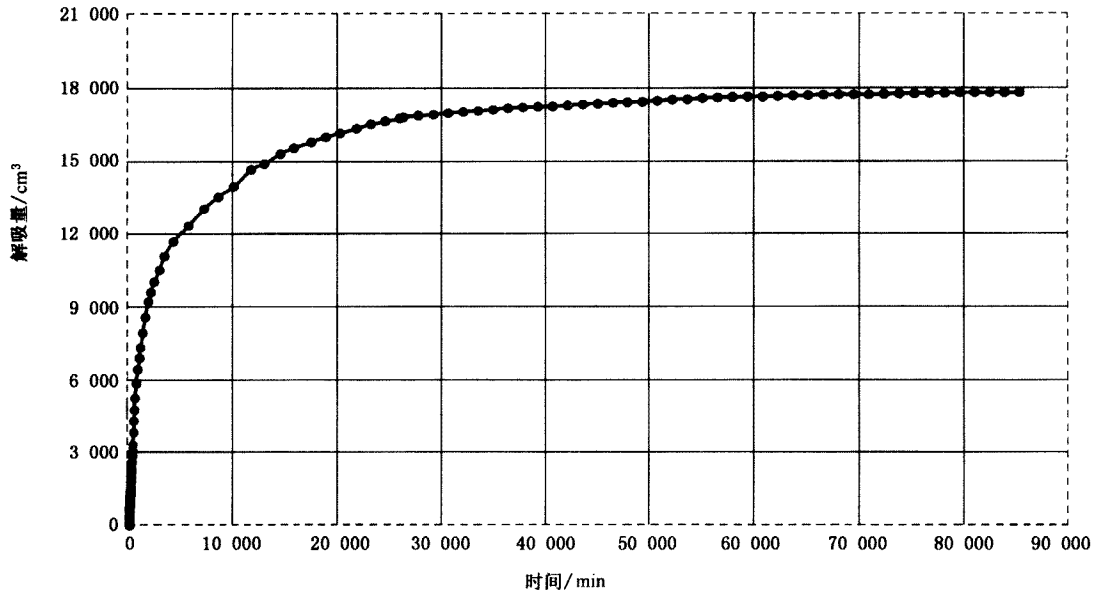
采样及测定过程中因发生问题,致使测定未能按规范执行,其测值仅作为参考。

本标准以煤芯样品测定为主,煤屑测定值可作为煤层气资源评价和生产决策的参考数据。

8.3.3 报废

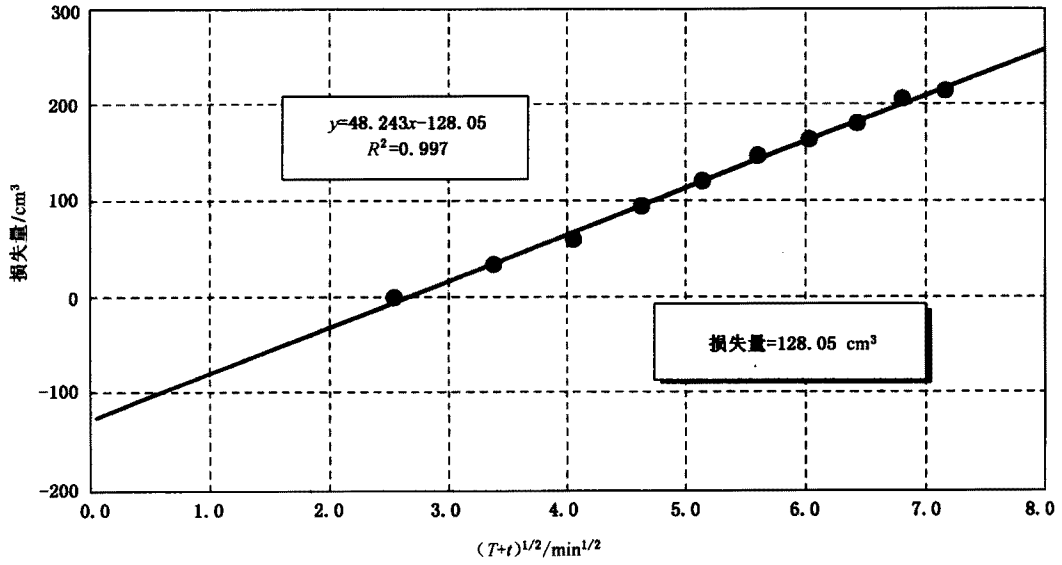
如有严重失误,则样品报废,测值无效。

附录 D
(规范性附录)
煤层气解吸曲线图



----井----煤层----样品累计解吸曲线图

附录 E
 (规范性附录)
 损失量直接法计算图



--- 井 --- 煤层 --- 样品损失量计算图

