



中华人民共和国国家标准

GB/T 19559—2021

代替 GB/T 19559—2008

煤层气含量测定方法

Method of determining coalbed methane content

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 仪器设备 1

5 样品采集 3

6 测定方法及流程 4

7 数据处理 6

8 成果报告 8

9 质量评述 8

附录 A（资料性） 自然解吸原始记录表 10

附录 B（资料性） 残余气测定原始记录表 11

附录 C（资料性） 损失气计算图（直接法） 12

附录 D（资料性） 煤层气累计解吸曲线图 13

附录 E（资料性） 煤层气含量测试结果表 14

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 19559—2008《煤层气含量测定方法》，与 GB/T 19559—2008 相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版的第 2 章)；
- b) 增加了解吸罐示意图(见 4.1)；
- c) 更改了自然解吸测定步骤解吸罐关闭要求(见 6.1.1,2008 年版的 5.1.1)；
- d) 更改了气样采集步骤中软管连接方法(见 6.3.1,2008 年版的 5.3.1)；
- e) 增加了损失气量估算的最少点数要求(见 7.2.2)；
- f) 增加了气体组分计算中扣除空气的要求(见 7.4)；
- g) 更改了吸附时间计算的要求(见 7.6,2008 年版的 6.6)；
- h) 增加了质量评述中部分内容(见 9.3.2)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国煤炭工业协会提出。

本文件由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本文件起草单位：中煤科工集团西安研究院有限公司。

本文件主要起草人：张培河、降文萍、李小彦、杜新锋、宋孝忠、田新娟、刘娜娜、李林。

本文件于 2004 年首次发布，2008 年第一次修订，本次为第二次修订。

煤层气含量测定方法

1 范围

本文件规定了煤芯样品的煤层气含量测定方法。

本文件适用于煤炭和煤层气勘探开发中获取的烟煤和无烟煤煤芯样品煤层气含量测定，褐煤煤芯样品的煤层气含量测定参考执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

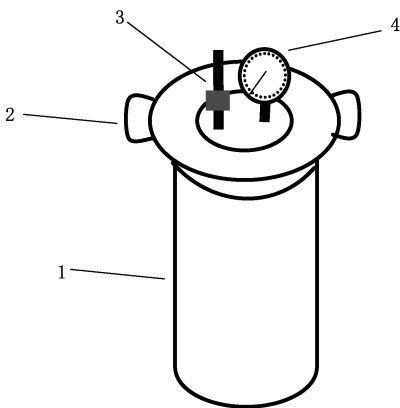
GB/T 13610 天然气的组成分析 气相色谱法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 仪器设备

4.1 解吸罐：解吸罐如图 1 所示，圆柱形，高 30 cm 以上，容积 1 000 cm³ 以上，0.3 MPa 压力下保持气密性。



标引序号说明：

- 1——罐体；
- 2——罐盖；
- 3——气阀；
- 4——压力表。

图 1 解吸罐示意图

4.2 气体计量器:气体计量器如图 2 所示,最小刻度不大于 10 cm^3 。

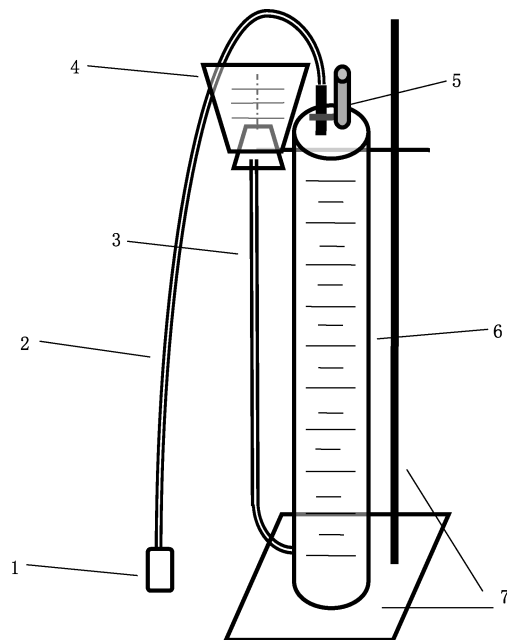
4.3 恒温装置:温控 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 温度计: $-30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 气压计: $60\text{ kPa} \sim 106\text{ kPa}$,分度值 0.1 kPa 。

4.6 电子秤 10 kg ,感量 0.005 kg 。

4.7 标准筛: 0.25 mm (60 目)。



标引序号说明:

1——快速接头;

2——排气管;

3——排水管;

4——锥形瓶;

5——气阀;

6——量筒;

7——计量器底座和支架。

图 2 气体计量器示意图

4.8 球磨罐:容积不小于 500 cm^3 , 0.3 MPa 压力下保持气密性。

4.9 球磨机:可将煤样粒度磨碎至 0.25 mm 以下。

4.10 软管:长度约 1 m 。

4.11 气样瓶或气体采样袋: 250 cm^3 。

4.12 气相色谱仪:符合 GB/T 13610 天然气的组成分析方法要求。

4.13 填料:对煤层气不产生吸附和反应的圆柱体、玻璃球、空芯管等。

5 样品采集

5.1 仪器设备准备

5.1.1 解吸罐

所有解吸罐(4.1)使用前应进行气密性检测。气密性检测可通过向罐内注空气至 0.3 MPa 以上,关闭后搁置 12 h 压力不降方可使用。

5.1.2 气体计量器

使用前,给气体计量器(4.2)量筒装满水,调节量筒液面至零刻度,检测计量器密闭性能。

5.1.3 恒温装置

在煤样装罐前,应将恒温装置(4.3)温度调至储层温度,并使其达到设定温度。

5.2 采样原则

5.2.1 样品质量

每次装罐的煤样不应少于 800 g。

如煤芯采取率不足又需要采样测定时,最低样量不应少于 300 g,且只做解吸气测定,并在备注中说明该样品因样量不足测试结果仅供参考。

5.2.2 采样时间

用于煤层气含量测定的煤样从钻遇煤层或起钻开始到煤样被装入解吸罐密封实际所用的时间。

采样时间应满足以下要求:

- a) 从起钻到煤样提升至井口所用的时间规定为:井深每 100 m 提芯时间不应超过 2 min;
- b) 样品到达地面后,应在 10 min 内装入解吸罐密封。

5.3 采样步骤

5.3.1 采样前准备

钻遇煤层前,采样人员应达到现场,并将仪器设备安装调试进入工作状态。

5.3.2 煤芯采取及装样要求

煤芯提出井口后,尽快打开岩芯管;快速拍照测量煤芯长度、拍照或录像、剔除夹矸及杂物,迅速按煤芯上下顺序装入解吸罐。煤芯装至距解吸罐口 1 cm 处密封。如采取的样量不足以装满罐,应根据样品量在罐底加适量填料(4.13)。解吸罐中空体积最大不应超过罐内体积的 1/4。

5.3.3 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) 时间参数:钻遇煤层时间、提芯时间、煤芯至井口时间、煤样封罐时间、采样日期;
- c) 样品参数:罐号、样品编号、空罐质量、样品质量、样品形态;
- d) 记录表格:见附录 A 的表 A.1。

6 测定方法及流程

6.1 自然解吸

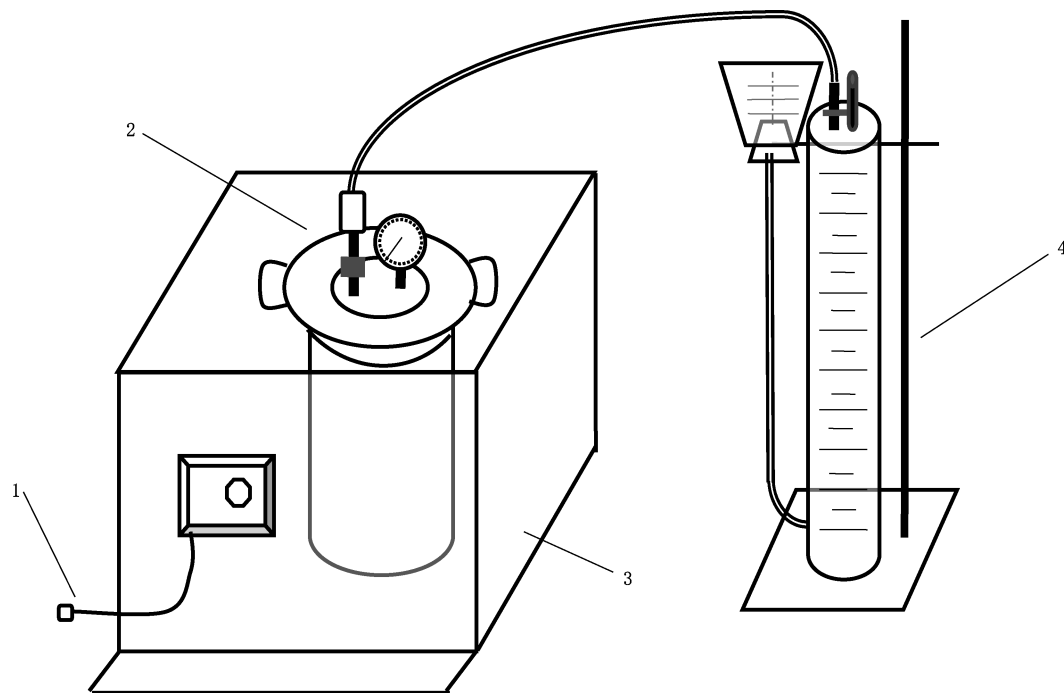
6.1.1 解吸步骤

应将装有样品并密封好的解吸罐迅速置于储层温度下的恒温装置中解吸,用软管(4.10)将解吸罐与气体计量器连接(见图 3)。

测试时,打开解吸罐阀门,使罐内解吸气进入计量器量筒,调整量筒液面,持锥形瓶使之水面与量筒水面对齐读数,记录解吸前后量筒水面读数,计算气体体积,关闭解吸罐阀门。同时记录当时的环境温度和大气压力,并分别填在表 A.1 中。

下次测定,记下该点量筒读数,减去上次量筒读数得到解吸气体积。以后重复测定,并按照上述记录测定数据。

如量筒不能再容纳下次测定气体时,排出筒内气体(需要采集气样时应取气样后再排出),调节计量器至初始状态,然后关闭阀门重复以上步骤继续测定。



标引序号说明:

1——恒温装置电源;

2——解吸罐;

3——恒温装置;

4——气体计量器。

图 3 煤层气含量测试装置示意图

6.1.2 测定时间间隔

自然解吸时每间隔一定时间测定一次,其时间间隔视罐内压力而定。

样品装罐第一次 5 min 内测定,然后以 10 min 间隔测满 1 h(测试 6 次),再以 15 min 间隔测满 1 h

(测试 4 次)、以 30 min 间隔测满 1 h(测试 2 次),然后以 60 min 间隔测试 1 次,最后以 120 min 间隔测定 2 次,累计测满 8 h。

连续 8 h 后,可视解吸罐的压力表确定适当的解吸时间间隔,最长不超过 24 h。

6.1.3 解吸终止限

自然解吸持续到连续 7 d 平均每天解吸量不大于 10 cm^3 ,结束解吸测定。

6.1.4 残余气测定样品采取、煤岩观测描述、工业分析

自然解吸结束后开罐,进行煤岩观测描述,描述内容包括宏观煤岩类型、裂隙发育情况、夹矸等。然后将样品风干、称量空气干燥基样品质量。

迅速取 300 g ~ 500 g 样品,捣碎至 2 cm ~ 3 cm 大小,装入球磨罐(4.8)密封进行残余气测定。对剩余样品送样进行工业分析及其他项目分析。

6.2 残余气测定

6.2.1 测定方法

将用于残余气测定的球磨罐固定在球磨机(4.9)上,破碎 2 h ~ 4 h,放入恒温装置,待恢复储层温度后观测气体量,读出的气体体积数,连同环境温度、大气压力、解吸时间等一并记录在附录 B 的表 B.1 中。之后按每 24 h 间隔进行解吸测定。

6.2.2 残余气测定终止限

按 6.1.3 执行。

6.2.3 称量计算

残余气测定结束后开罐,用 0.25 mm(60 目)标准筛(4.7)筛分样品,称量筛下煤样质量,进行残余气含量计算。

6.3 气样采集及气成分测定

6.3.1 气样采集

解吸气测定过程中,需要采集气样进行气成分分析。准备软管和气样瓶(4.11)若干及采集气样所需水槽。采用排水集气法。

气体计量器量筒内气体体积大于 400 cm^3 时,把软管接在气体计量器气阀上,玻璃瓶置入水槽充满水,打开量筒的气阀并提升锥形瓶,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。待气体收集到约 150 cm^3 后,在水槽中拔下软管并盖上瓶塞。然后在瓶子外贴上标签,倒置箱中,等待送实验室进行气体组分分析。

6.3.2 采集气样的数目和频率

气体样品采集原则是在大量气体解吸出时采集。

自然解吸阶段采集气样 3 个,分别在解吸的第 1d、3d、5d 采集。

煤层气含量低的样品,也可适当提前采集气样。

6.3.3 气成分分析

采集的气样及时送实验室,按 GB/T 13610 进行气体组分分析。

6.4 快速气含量测定

如需快速获取气含量结果,按照 5.3.2 在现场采集煤芯样品 400 g ~ 500 g 装入球磨罐,先自然解吸 8 h(方法同 6.1.1、6.1.2),然后球磨破碎 15 min ~ 30 min(灰分较高或高煤级的煤破碎 60 min),放入恒温装置,待恢复储层温度后开始测定;然后重复破碎、解吸,直到连续两次破碎、解吸的气量均小于 10 cm³ 时,快速气含量测定结束。

每次测定,在记录表中记下球磨时间、解吸时间、解吸气体积及环境温度和大气压力。

现场筛分称量,求得原样的煤层气含量结果。然后将样品送实验室进行工业分析,精确计算气含量结果。

7 数据处理

7.1 解吸气体积校正

自然解吸和残余气测定所得的气体体积应进行标准状态校正,换算到温度 0 °C、压力 101.325 kPa 下。气体体积校正公式见式(1):

$$V_{\text{STP}} = \frac{273.15 \times P_m \times V_m}{101.325 \times (273.15 + T_m)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{STP} ——标准状态下的气体体积,单位为立方厘米(cm³);

P_m ——大气压力,单位为千帕(kPa);

T_m ——大气温度,单位为摄氏度(°C);

V_m ——测试的气体体积,单位为立方厘米(cm³)。

7.2 损失气量计算

7.2.1 损失气时间计算

在钻井循环介质为清水和泥浆时,取芯筒提至井筒一半时的时间作为零时间;钻井循环介质为泡沫或空气时,钻遇煤层时间作为零时间。

损失气时间为从零时间到封罐的时间。

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见式(2):

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

式中:

t_L ——损失气时间;

t_1 ——钻遇煤层时间;

t_2 ——提芯时间;

t_3 ——煤芯到达井口时间;

t_4 ——煤芯封罐时间。

——钻井循环介质为泡沫或空气条件下损失气时间计算公式见式(3):

$$t_L = t_4 - t_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

7.2.2 损失气量计算方法

损失气量计算方法采用直接法。解吸初期,解吸量与时间平方根成正比。以标准状态下累计解吸量为纵坐标,损失气时间(t_L)与解吸时间(t)和的平方根为横坐标图,将最初解吸的各点(不少于 10 个)连接,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 C 的图 C.1。

7.3 气含量计算基准

煤层气含量测定结果用两种方式表达:空气干燥基、干燥无灰基。

7.4 气体组分计算

各种气体组分的浓度,按照 GB/T 13610 的规定计算,并依据空气中氧气和氮气比例关系扣除相应空气含量。

7.5 煤层气含量计算

7.5.1 损失气含量计算

损失气含量计算见式(4):

$$G_{CL} = \frac{V_{LOST}}{m_T} \dots\dots\dots (4)$$

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);
- m_T ——样品总质量,单位为克(g)。

7.5.2 自然解吸气含量计算

自然解吸气含量计算见式(5)和式(6):

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

$$V_D = \sum_1^i V_{STP,i} \dots\dots\dots (6)$$

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 ——校正到标准状态下的自然解吸气体积总量,单位为立方厘米(cm^3);
- m_T ——样品总质量,单位为克(g);
- i ——自然解吸测试的数量;
- $V_{STP,i}$ ——自然解吸每次测试的气体体积换算到标准状态下的体积量。

7.5.3 残余气含量计算

残余气含量计算见式(7):

$$G_{CR} = \frac{V_R}{m_T} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- G_{CR} ——残余气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);
- V_R ——校正到标准状态下的残余气体积总量,单位为立方厘米(cm^3);

m_T ——残余气测试的样品质量,单位为克(g)。

7.5.4 煤层气含量计算

煤层气含量 G_C 等于损失气含量 G_{CL} 、实测的自然解吸气含量 G_{CD} 和残余气含量 G_{CR} 之和,即式(8):

$$G_C = G_{CL} + G_{CD} + G_{CR} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

G_C ——煤层气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

G_{CL} ——损失气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

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

G_{CR} ——残余气含量,单位为立方厘米每克(cm^3/g)。

7.6 吸附时间计算

吸附时间是指煤样所含气体被解吸出 63.2% 时所用的时间,一般以天为单位。计算方法如下:

a) 首先,按照式(9)计算出占总气量 63.2% 所对应的气体体积:

$$V_{63.2\%} = V_T \times 63.2\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

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

V_T ——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)。

注:残余气总量根据残余气含量换算到全部解吸样品质量下的气体体积。

b) 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)。

c) 然后,在累计体积数据中找出所对应的区间的的时间,即为吸附时间。

样品运送途中,如环境温度低于储层温度时,应从累计时间中扣除路途时间,吸附时间不包括运送时间,否则视解吸曲线而定。

7.7 计算数值精度要求

煤层气含量数据修约到小数点后两位有效数字。

8 成果报告

煤层气含量测定成果报告主要包括:自然解吸原始记录表(见附录 A)、残余气测定原始记录表(见附录 B)、损失气计算图(见附录 C)、累计解吸曲线图(见附录 D)、煤层总气含量测定结果表(见附录 E)、气组分分析结果、工业分析结果等。

文字说明和有关分析,如采样情况说明、实验过程说明等。

9 质量评述

9.1 要求

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,质量评述内容包括样品采集、测定操作和结论。

9.2 样品采集质量评述

9.2.1 样品未能按时提芯或样品到达井口后,未能在 10 min 内装罐密封,应在记录中注明。

9.2.2 如煤芯采取率太低,样量较少时,应记录实际样量,在质量评述中说明相应分析不能进行的原因。

9.3 测定操作质量评述

9.3.1 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。

9.3.2 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。

9.4 质量评述结论

9.4.1 合格样品

如未发现 9.1 和 9.2 中的问题,按规范规定的样品,视为合格样品,煤层气含量测试结果可直接应用。

9.4.2 参考样品

采样及测定过程中发生问题,致使测定未能按规范执行,或样品干燥基灰分超过 40%,其测值仅作参考。

9.4.3 报废

如有严重失误,则样品报废,测值无效。

附录 A

(资料性)

自然解吸原始记录表

表 A.1 给出了自然解吸原始记录表格式。

表 A.1 自然解吸原始记录表

采样地点_____ 样品编号_____ 钻遇煤层时间_____ 提钻暴露时间/min _____
 井 号_____ 解吸罐号_____ 提芯时间_____ 装样暴露时间/min _____
 采样深度/m _____ 空罐质量/g _____ 到达井口时间_____ 储层温度/℃ _____
 煤层名称_____ 样罐质量/g _____ 封罐时间_____ 采样日期_____

[illegible]

采样人: 实验人: 审核人: 第 页/共 页

附 录 B
(资料性)
残余气测定原始记录表

表 B.1 给出了残余气测定原始记录表格式。

表 B.1 残余气测定原始记录表

样品编号_____井号_____煤层名称_____

储层温度/℃_____样品质量/g_____测试日期_____

[illegible]

实验人: 审核人: 第 页/共 页

附录 C
(资料性)
损失气计算图(直接法)

图 C.1 给出了损失气计算图(直接法)格式。

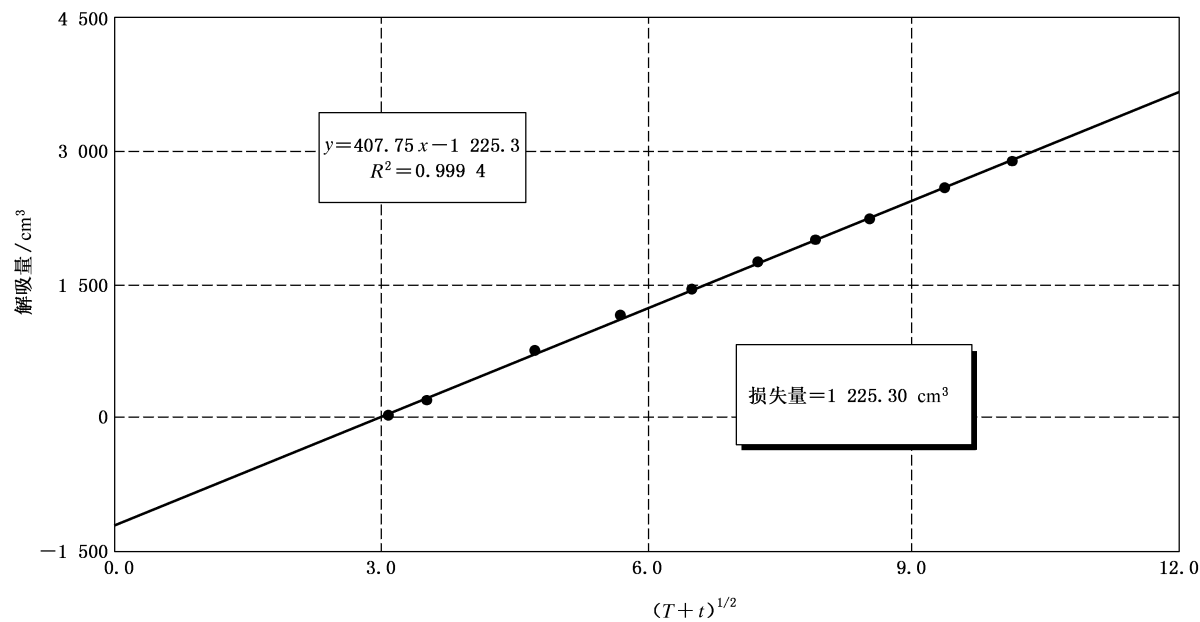


图 C.1 ××井××煤层××样品损失气计算图

附录 D
(资料性)
煤层气累计解吸曲线图

图 D.1 给出了煤层气累计解吸曲线格式。

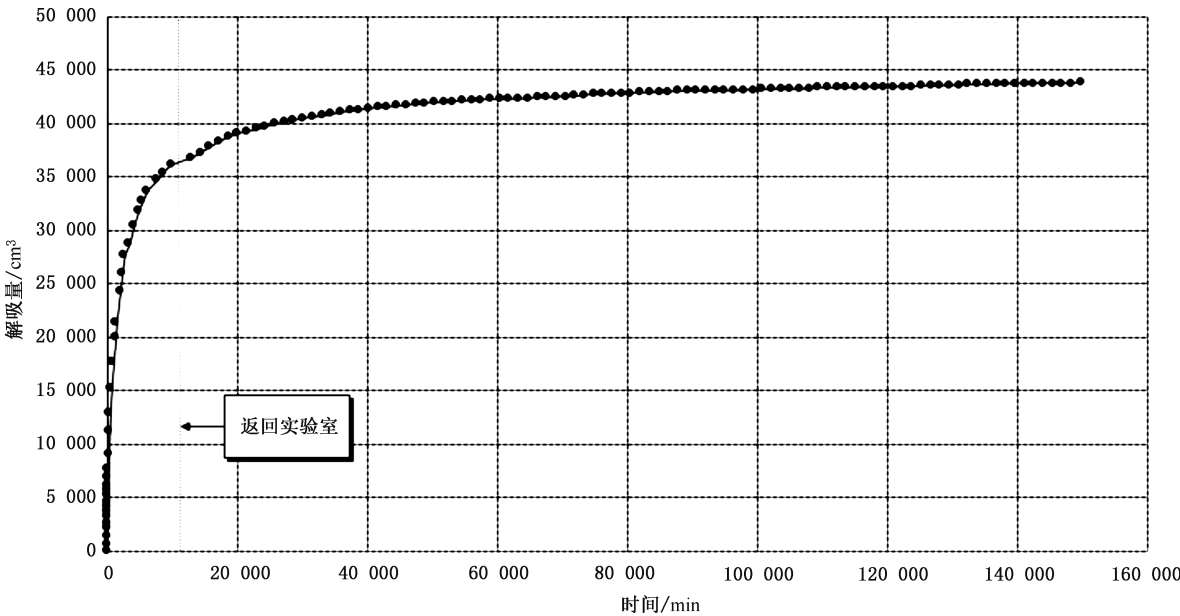


图 D.1 ××井××煤层××样品累计解吸曲线图

附 录 E
(资料性)
煤层气含量测试结果表

表 E.1 给出了煤层气含量测试结果表格式。

表 E.1 煤层气含量测试结果表

样品 编号	解吸样品质量 g		解吸 气量 cm ³	损失 气量 cm ³	残余样质量 g		残余 气量 cm ³	总气含量 cm ³ /g		甲烷含量 cm ³ /g		吸附 时间 d
	空气干 燥基	干燥无 灰基			空气 干燥基	干燥 无灰基		空气干 燥基	干燥无 灰基	空气干 燥基	干燥无 灰基	