



中华人民共和国国家标准

GB/T 28753—2012

煤层气含量测定 加温解吸法

Determining of coalbed gas content—Heating desorption

2012-11-05 发布

2013-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法提要 1

4 仪器设备 1

5 样品采集 2

6 测定步骤 3

7 数据处理 5

8 测定报告 6

附录 A（规范性附录） 解吸气体体积测定及样品采集记录格式 7

附录 B（规范性附录） 残余气体体积测定及样品制取记录格式 8

附录 C（规范性附录） 损失气体体积直接法计算格式 9

附录 D（规范性附录） 煤层气含量测定报告格式 10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:中煤科工集团西安研究院、中煤科工集团沈阳研究院。

本标准主要起草人:张慧、庞湘伟、杨杰、肖文钊、姜文忠、黑磊、景兴鹏、宋孝忠、田新娟。

煤层气含量测定 加温解吸法

1 范围

本标准规定了以加温解吸的方式测定煤层气含量的方法提要、仪器设备、样品采集、测定步骤、数据处理和测定报告。

本标准适用于煤炭和煤层气勘查过程中获取的烟煤和无烟煤煤芯样品的气含量测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 212 煤的工业分析方法

GB 474 煤样的制备方法

GB/T 13610 天然气的组成分析 气相色谱法

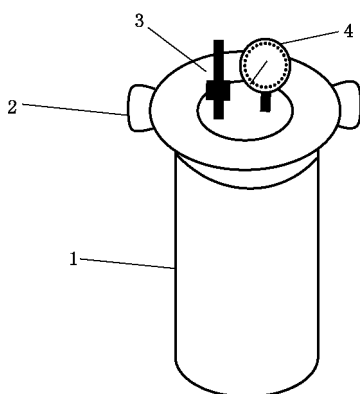
GB/T 19559 煤层气含量测定方法

3 方法提要

煤层气含量由损失气、解吸气和残余气三部分组成。本标准通过增加温度以提高解吸速率,缩短解吸气和残余气的测定周期的方法测定煤层气含量。

4 仪器设备

4.1 解吸罐:解吸罐如图1所示,圆柱形,高40 cm、容积1 000 cm³以上,0.3 MPa压力下保持气密性。



说明:

1——罐体;

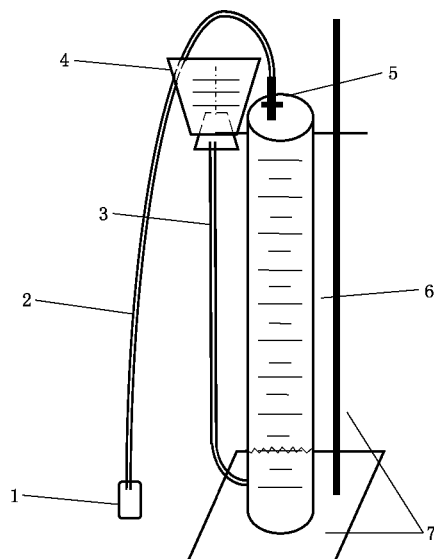
2——罐盖;

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 。



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

- 4.3 恒温水浴:温控精度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。恒温水浴内有效空间高度应超过解吸罐高度 $10\text{ cm}\sim 20\text{ cm}$ 。
- 4.4 球磨罐:容积不小于 500 cm^3 , 0.3 MPa 压力下保持气密性。
- 4.5 球磨机:可将煤样粒度磨至 0.25 mm 以下。
- 4.6 气压计: $60\text{ kPa}\sim 106\text{ kPa}$,分度值 0.1 kPa 。
- 4.7 温度计: $-30\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.8 电子秤: 10 kg ,感量 1 g 。
- 4.9 气样瓶:容积 250 cm^3 ,配备软瓶塞和气样瓶箱。
- 4.10 软管:长度约 $0.6\text{ m}\sim 1.0\text{ m}$ 。
- 4.11 填料:对煤层气不产生物理、化学作用的,大小可放入解吸罐(4.1)的圆柱体或玻璃球。
- 4.12 标准筛: 0.25 mm (60 目)。

5 样品采集

5.1 采样前的准备

- 5.1.1 钻遇煤层之前,采样人员应到达现场,安装调试仪器设备,使其进入工作状态。
- 5.1.2 解吸罐(4.1)使用前应进行气密性检测:向罐内注空气至压力大于 0.3 MPa ,关闭气阀,搁置 12 h 以上,压力下降不超过 0.1 kPa ,方可使用。
- 5.1.3 气体计量器(4.2)使用前应提前装满水,液面调至零刻度,静置 10 min ,检测有无漏水,量筒内

的水面不下降,方可使用。

5.1.4 将恒温水浴(4.3)温度调至煤层的储层温度,并保持恒温。

5.2 采样要求

5.2.1 样品质量

每次解吸罐装样的质量不得少于 800 g。

5.2.2 采样时间

采样时间应满足以下要求:

——从起钻到煤样提至井口的时间:井深每 100 m,提芯时间不超过 2 min。

——样品到达地面后,应在 10 min 之内装罐密封。

5.2.3 煤芯采取

待煤芯提至井口,快速打开取芯管、拍照和简要描述及计量,剔除夹矸及杂物后,按煤层剖面顺序将煤样迅速装入解吸罐并密封。

5.2.4 装样要求

煤样装至距解吸罐口 1 cm 以下处。

样量不足时,视样量的多少在罐底加适量填料(4.11)。解吸罐中空容积最大不得超过罐内容积的 1/4。

5.2.5 参数记录

采集样品时,应按附录 A 的格式记录。

6 测定步骤

6.1 自然解吸

6.1.1 将装有煤样的解吸罐立即放入按煤层储层温度调节好的恒温水浴(5.1.4),进行自然解吸。

6.1.2 将解吸罐与气体计量器连接(见图 3),调整气体计量器液面,记录量筒起始刻度。缓慢打开解吸罐气阀,持锥形瓶使之水面与量筒水面对齐,记录量筒刻度。二者之差即为解吸气体体积,同时记录环境温度和气压。按附录 A 记录。

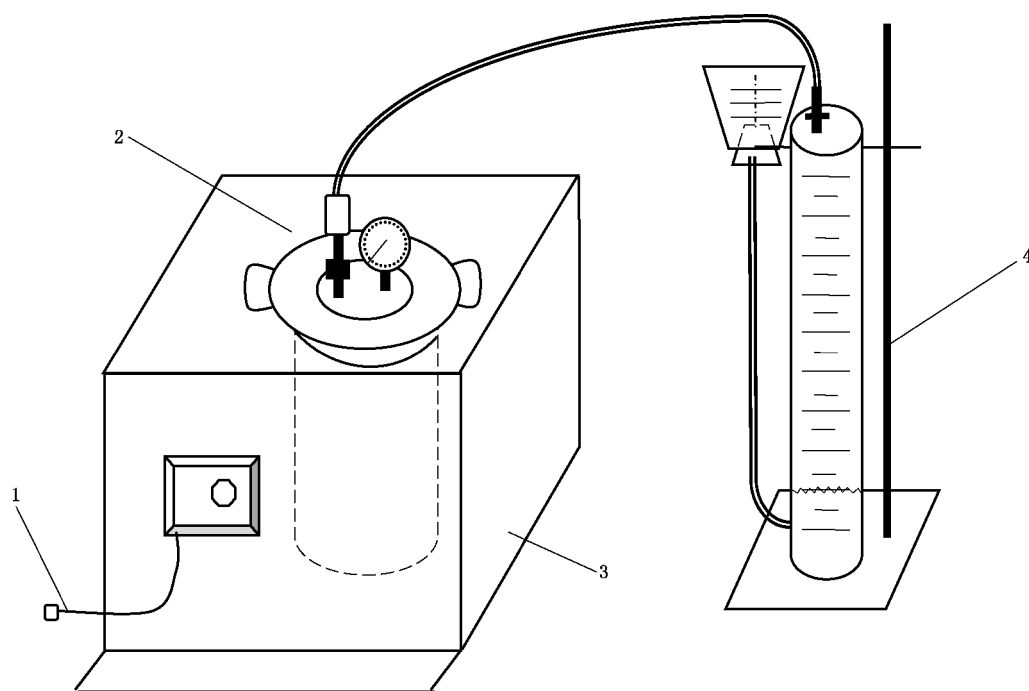
6.1.3 自解吸罐密封时起,5 min 内测定第一次,此后每隔 5 min 测定一次,连续测定不少于 1 h。自然解吸 1 h 后,即可进行加温解吸(6.2)。

6.2 加温解吸

6.2.1 将恒温水浴设定为 50 ℃。若煤层储层温度高于 50 ℃时,按煤层储层温度设定。

6.2.2 测定时间间隔为 1 h(在保持如图 3 所示连接时,解吸罐上的气阀可始终保持打开状态),加温解吸初期,可视气量大小适当缩短测定时间间隔。按附录 A 记录。

6.2.3 加温解吸终止条件为:按测定时间间隔为 1 h 计,连续 3 次,每次测定的气体体积均小于 20 cm³ 时,终止解吸。



说明:

- 1——恒温水浴电源;
- 2——解吸罐;
- 3——恒温水浴;
- 4——气体计量器。

图 3 煤层气含量测试装置示意图

6.3 气样采集及组成分析

6.3.1 解吸过程中,需采集气样至少 2 个,其中,自然解吸阶段至少采集 1 个,加温解吸阶段至少采集 1 个。

6.3.2 采样前准备软管(4.10)、气样瓶(4.9)若干及水槽等。

6.3.3 宜在气体计量器量筒内气体体积大于 400 cm^3 时采集气样。把软管接在气体计量器的气阀上,气样瓶充满水后倒置于水中,打开气阀并提升水容器,将软管内空气排除后插入气样瓶,让气体通过软管流向瓶中。待气体收集到 $150\text{ cm}^3 \sim 200\text{ cm}^3$ 后,在水槽中拔下软管并盖上瓶塞。在瓶子外贴上标签,倒置于气样瓶箱中。

6.3.4 采集的气样应及时送实验室,并按 GB/T 13610 进行气体组成分析。

6.4 残余气测定

6.4.1 加温解吸终止后,打开解吸罐,称量空气干燥基煤样。应尽可能缩短残余气煤样暴露空气的时间。

6.4.2 将煤样碎至小于 $2\text{ cm} \sim 3\text{ cm}$,缩分后取 400 g ,装入球磨罐(4.4)密封,其余煤样按照 GB 474 制样,按 GB/T 212 进行煤的工业分析。

6.4.3 将装有煤样的球磨罐置于球磨机(4.5)上,球磨 $2\text{ h} \sim 4\text{ h}$ (根据煤样硬度适当择取时间)。球磨之后,放入 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 恒温水浴解吸,残余气测定的时间间隔和终止限按 6.2.3 执行。

6.4.4 残余气煤样制取、残余气测定应按附录 B 的格式记录。

6.4.5 残余气测定结束后,开罐,用 0.25 mm 标准筛(4.12)筛分样品,筛下煤样质量作为残余气含量

计算的空气干燥基基准。

7 数据处理

7.1 气体体积校正

测定的解吸气和残余气气体体积应进行标准状态校正,换算为温度 0℃、压力 101.33 kPa 下的气体体积。校正公式如下:

$$V_{\text{STP}} = \frac{273.15 \times p_m \times V_m}{101.33(273.15 + T_m)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{STP} ——标准状态下的气体体积,单位为立方厘米(cm^3);

p_m ——环境压力,单位为千帕(kPa);

T_m ——环境温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

V_m ——实测气体体积,单位为立方厘米(cm^3)。

7.2 损失气体积计算

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,钻遇煤层时间为零时间。

损失气时间为从零时间到封罐的时间。

钻井循环介质为清水和泥浆条件下损失气时间计算公式:

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

钻井循环介质为泡沫或空气条件下损失气时间计算公式:

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

式(2)和(3)中:

t_L ——损失气时间,单位为分钟(min);

t_1 ——钻遇煤层时间,单位为分钟(min);

t_2 ——起钻时间,单位为分钟(min);

t_3 ——煤芯到达井口时间,单位为分钟(min);

t_4 ——煤芯装入解吸罐密封时间,单位为分钟(min)。

7.2.2 损失气体积计算方法

损失气体积采用直接法计算,按初始解吸量与时间的平方根成正比之关系推算。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(30 min 左右)测定的有效数据点线性拟合,该拟合直线在纵坐标轴的截距为损失气体积,损失气计算图如附录 C 所示。

7.3 煤层气含量计算

7.3.1 计算基准

煤层气含量的计算和测定结果均应用空气干燥基和干燥无灰基两种方式表示。

7.3.2 计算方法

煤层气含量等于损失气含量、解吸气含量、残余气含量之和。计算公式如下:

$$G_C = \frac{V_L + V_D}{m_T} + \frac{V_R}{m_R} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

G_C —— 煤层气含量，单位为立方厘米每克(cm^3/g)；

V_L —— 损失气体积，单位为立方厘米(cm^3)；

V_D —— 解吸气体积(6.1 和 6.2 测得的气体体积之和)，单位为立方厘米(cm^3)；

V_R —— 残余气体积，单位为立方厘米(cm^3)；

m_T —— 样品总质量，单位为克(g)；

m_R —— 测定残余气的样品质量，单位为克(g)。

7.4 气体组分浓度计算

各种气体组分的浓度，按 GB/T 13610 的规定计算。

7.5 计算数值精度要求

煤层气含量测定结果保留 2 位小数。

8 测定报告

8.1 报告内容

煤层气含量的测定结果均应用空气干燥基和干燥无灰基基准报出。其测定报告的格式见附录 D。与气含量计算有关的分析结果：煤的工业分析、气体组成分析、损失气体积计算图等一并报出。

8.2 测定结果评述

- 8.2.1 严格按本标准的要求测定的煤层气含量数据为合格测定结果。
- 8.2.2 测定过程中出现了表 1 中所述的偏离，测定结果仅供参考，测定报告应同时注明具体的偏离现象。
- 8.2.3 测定中严重偏离表 1 所述内容时，则测值无效，样品报废。

表 1 质量评述内容

序号	项 目	评 述 内 容
1	仪器设备	解吸罐、气体计量器等有漏气，并得到及时处理
2		球磨罐气阀出现堵塞，并得到及时处理
3	样品采集	样品质量不符合 5.2.1 要求
4		钻孔提芯时间不符合 5.2.2 规定
5	煤芯样品	煤样污染严重，不易处理
6		录井煤屑

附 录 A
(规范性附录)

解吸气体体积测定及样品采集记录格式

解吸气体体积测定及样品采集记录格式见表 A.1。

表 A.1 解吸气体体积测定及样品采集记录表

采样地点 _____ 煤样编号 _____ 钻遇煤层时间 h min s 提钻暴露时间/min _____
 井 号 _____ 解吸罐号 _____ 起 钻 时 间 h min s 装样暴露时间/min _____
 地 层 _____ 空罐质量/g _____ 到达井口时间 h min s 储 层 温 度/℃ _____
 煤层名称 _____ 样罐质量/g _____ 封 罐 时 间 h min s 采 样 深 度/m _____
 采样日期 _____ 煤样质量/g _____ 煤样描述(按柱、块、粒、粉) _____

日期	时间	间隔 min	量筒读数 cm ³	气体体积 cm ³	气温 ℃	气压 kPa	恒温水浴温度 ℃	备 注
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					

采样：

校核：

检测：

第 页/共 页

附 录 B
(规范性附录)

残余气体体积测定及样品制取记录格式

残余气体体积测定及样品制取记录格式见表 B.1。

表 B.1 残余气体体积测定及样品制取记录表

煤样编号 _____ 采样地点 _____ 空气干燥基煤样/g _____
开罐时间 _____ h min 封罐时间 _____ h min 煤样暴露时间/h _____
球磨后筛下煤样质量/g _____ 球磨时间/h _____ 测定时间 _____ h min

日期	时间	间隔 min	量筒读数 cm ³	气体体积 cm ³	气温 ℃	气压 kPa	恒温水浴温度 ℃	备 注
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
			—					
煤样描述(按柱、块、粒、粉,并描述煤样受污染、湿度、浸水等情况):								
描述: 描述日期:								

开罐: 校核: 检测:

附录 C

(规范性附录)

损失气体直接法计算格式

损失气体直接法计算格式见图 C.1:

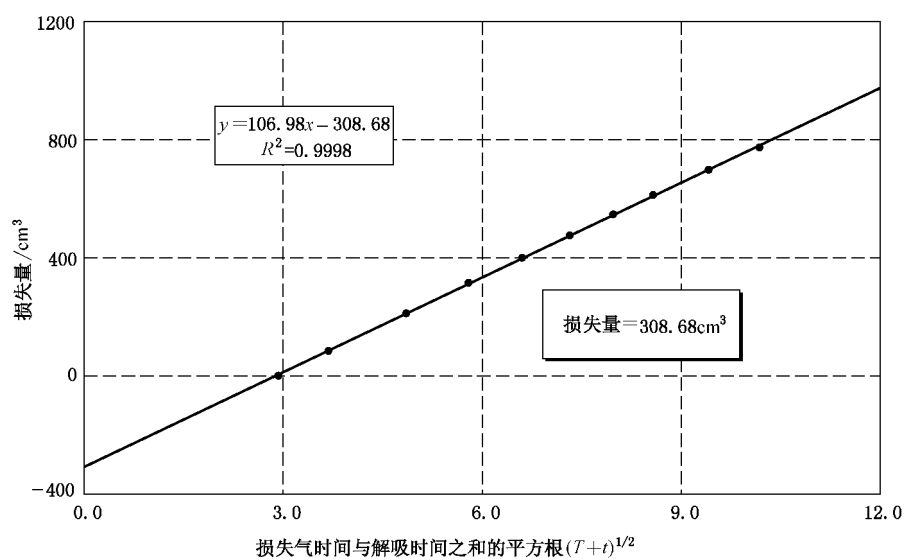


图 C.1 煤样损失气体直接法计算图

附 录 D
(规范性附录)

煤层气含量测定报告格式

煤层气含量测定报告格式见表 D.1。

表 D.1 煤层气含量测定报告

样品号	解吸样质量 g		解吸 气量 cm ³	损失 气量 cm ³	残余气样质量 g		残余 气量 cm ³	总气含量 cm ³ ·g ⁻¹		甲烷含量 cm ³ ·g ⁻¹		测定结 果评述	备 注
	空 气	干 燥			空 气	干 燥		空 气	干 燥	空 气	干 燥		
	干燥基	无灰基			干燥基	无灰基		干燥基	无灰基	干燥基	无灰基		

依据标准：

审 核：

检 测：

报出日期： 年 月 日