

唯是创新
加油争气

页岩气含量测定方法

丁安徐

中国石化华东分公司石油勘探开发研究院 ● 2012年2月



汇报提纲

1

项目概况

2

页岩气含气量测试技术发展现状

3

主要技术内容确定依据

4

标准主要内容



1 项目概况

任务来源

地标委2011年计划

2010. 8

中石化华东分公司企标项目
《页岩气含气量测定方法》

2011. 6

中石化油田部先导项目
《页岩气含气量测试技术方法研究》

中石油廊坊分院

中石化华东研究院

制订《页岩气含量测定方法》



1 项目概况

编制原则

- ▲ 在GB/T 19559-2008 《煤层气含量测定方法》基础上
- ▲ 实用性、先进性
- ▲ 国内外页岩气含气量测试技术调研
- ▲ 页岩气钻井现场比对测试和室内实验研究
- ▲ 制订《页岩气含量测定方法》行业标准



汇报提纲

1

项目概况

2

页岩气含气量测试技术发展现状

3

主要技术内容确定依据

4

标准主要内容



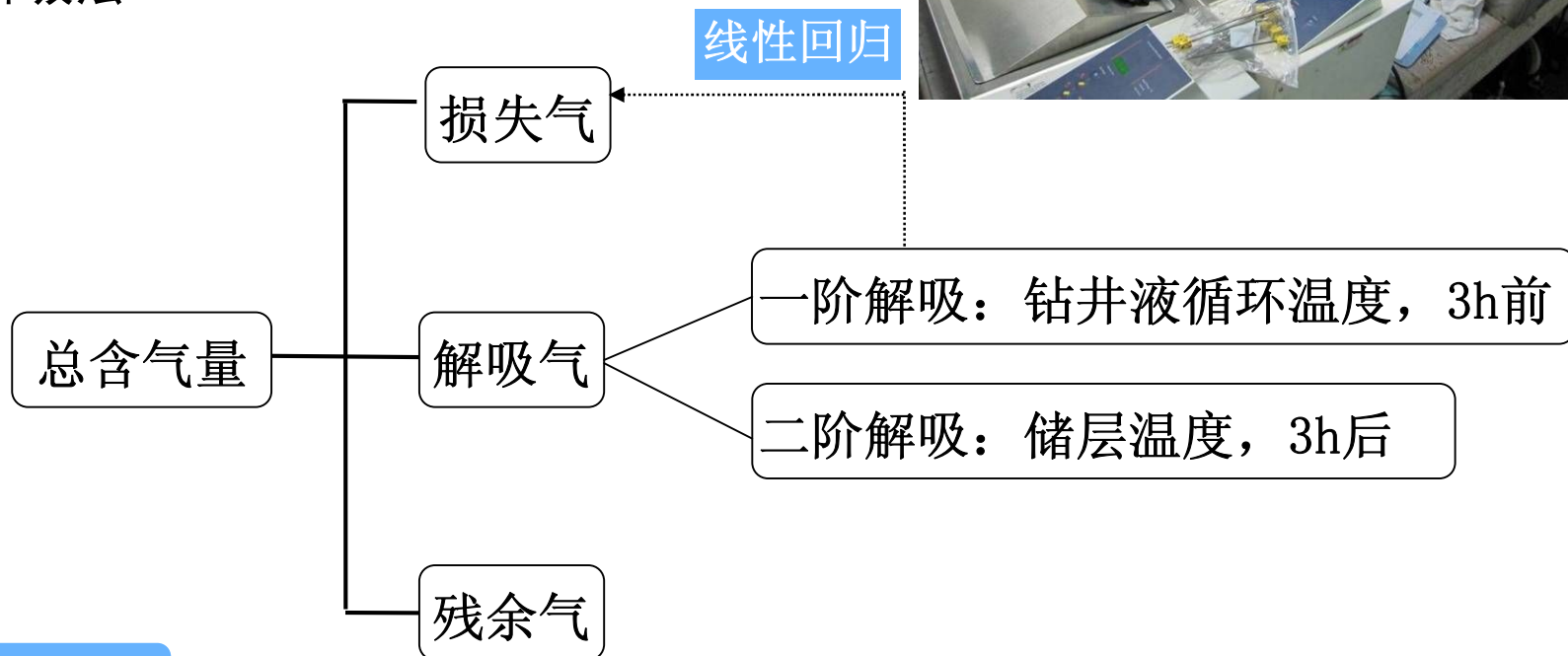
2 页岩气含气量测试技术发展现状

国外现状

2010年宣页1井

按测定过程划分含气量

自然解吸法



Weatherford



2 页岩气含气量测试技术发展现状

国外现状

按测定过程划分含气量

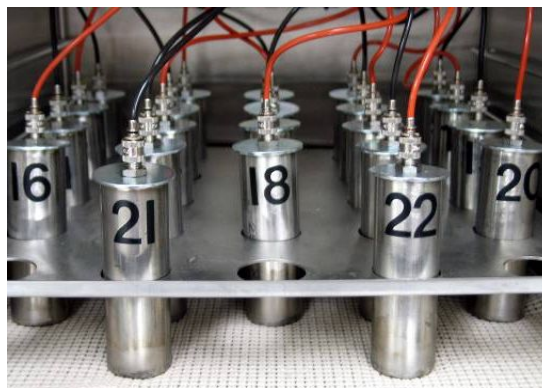
含气量=

Lost Gas (损失气)

+ Measured Gas (测量气)

+ Residual Gas (残余气)

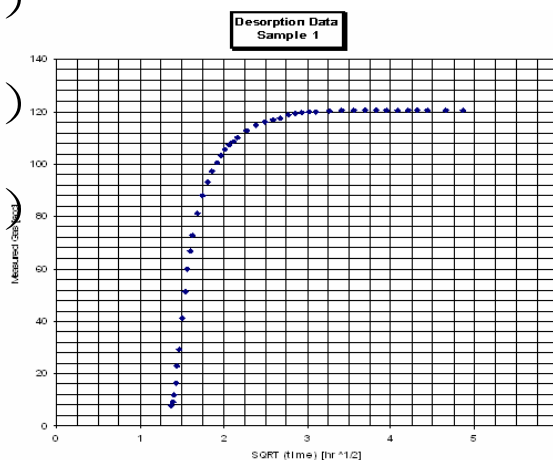
SCAL



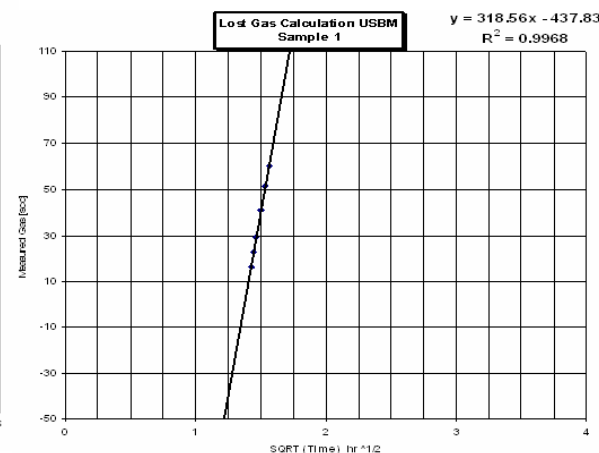
解吸罐



现场解吸样品



解吸曲线



损失气计算



2 页岩气含气量测试技术发展现状

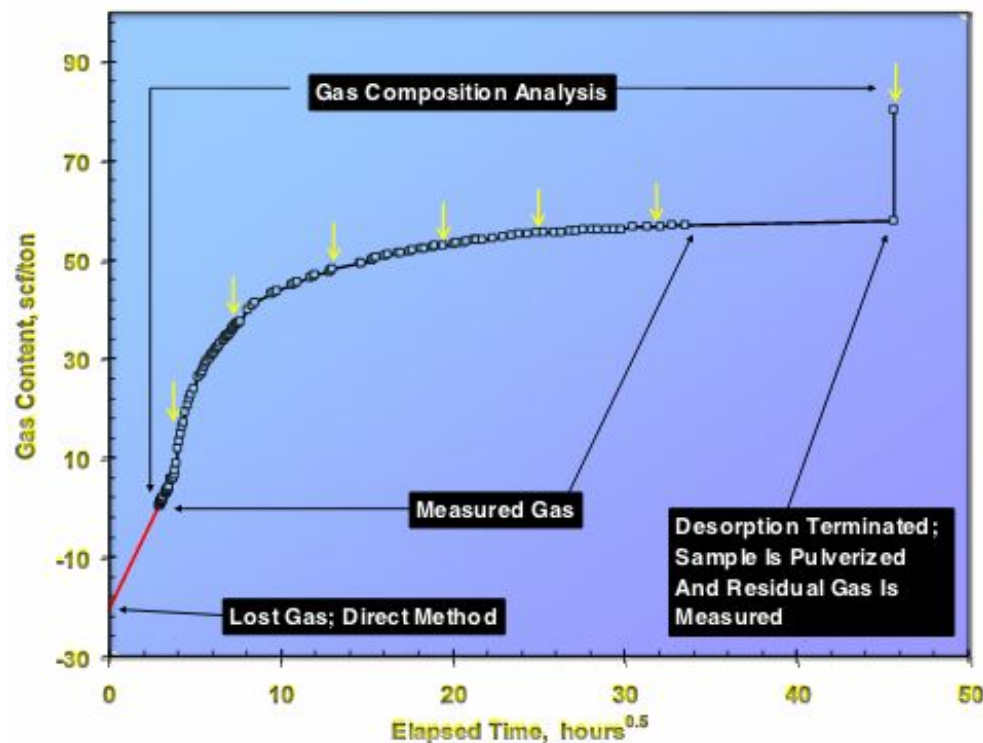
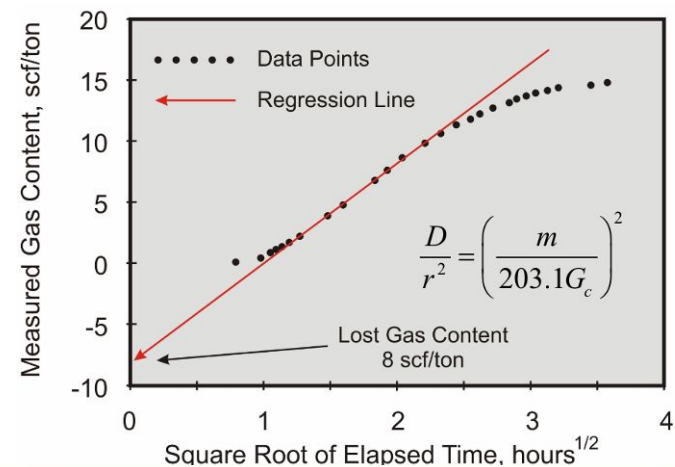
国外现状

按测定过程划分含气量

含气量=

Lost Gas (损失气)
+ Measured Gas (测量气)
+ Residual Gas (残余气)

EGI.UTAH

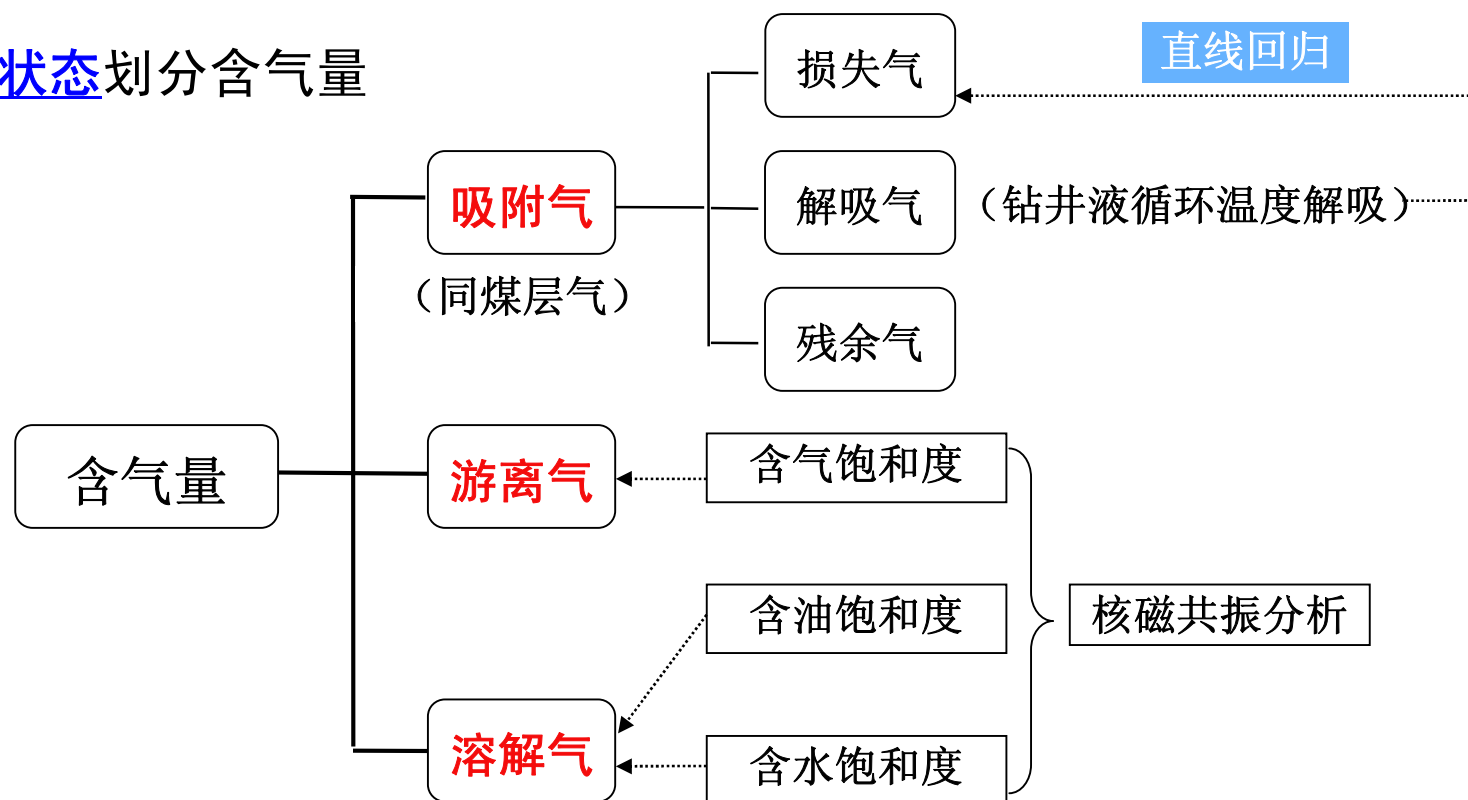




2 页岩气含气量测试技术发展现状

国内现状

按赋存状态划分含气量



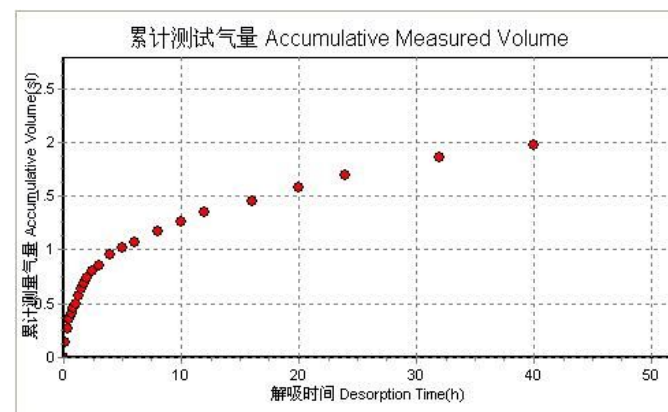
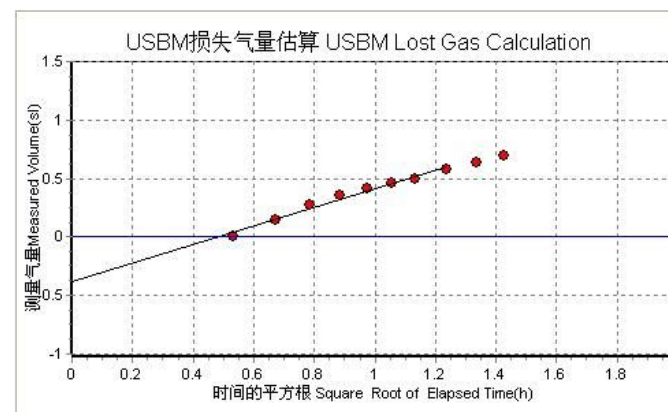
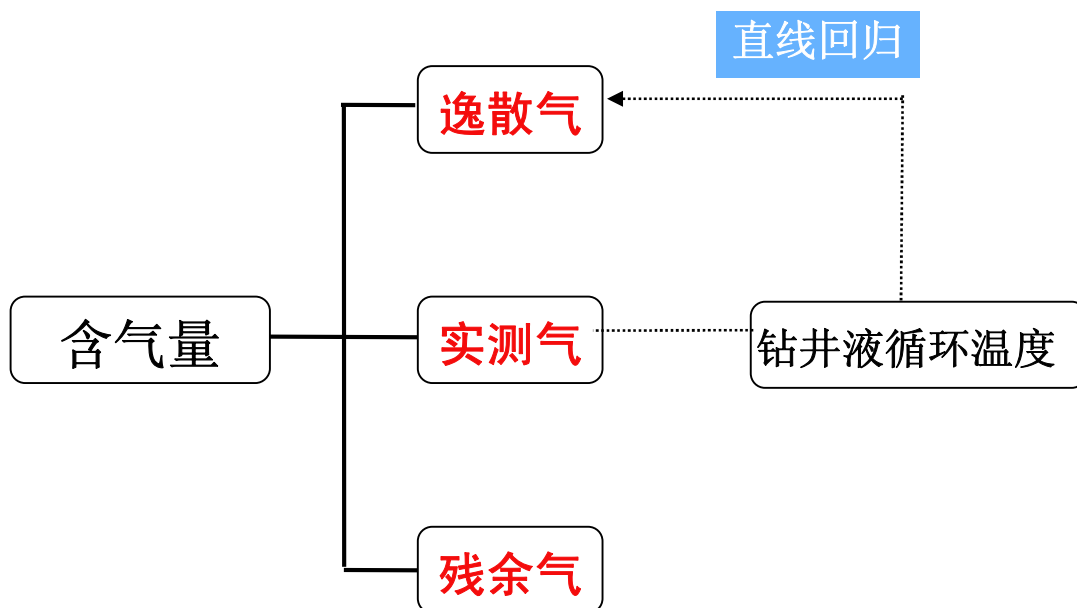
廊坊 早期



2 页岩气含气量测试技术发展现状

国内现状

按测定过程划分含气量



廊坊 当前



2 页岩气含气量测试技术发展现状

对比项目	威德福、UTAH	SCAL、Intertek	中石油早期	中石油当前
含气量划分	损失气、解吸气、 残余气 (测定过程)	损失气、测量气、 残余气 (测定过程)	游离气、吸附气、 溶解气 (赋存状态)	逸散气、测量气、 残余气 (测定过程)
损失气计算方法	直线法	直线法	直线法	直线法
样品直径	全直径	25.4mm小柱子	全直径	全直径
解吸温度	前3h循环温度 3h后储层温度	储层温度	循环温度	循环温度
充填物	细砂	—	无	无
加热方式	水浴	电温控箱	电加热	电加热
计量方式	计量管手动	流量计自动	计量管手动	计量管手动 流量计自动



汇报提纲

1

项目概况

2

页岩气含气量测试技术发展现状

3

主要技术内容确定依据

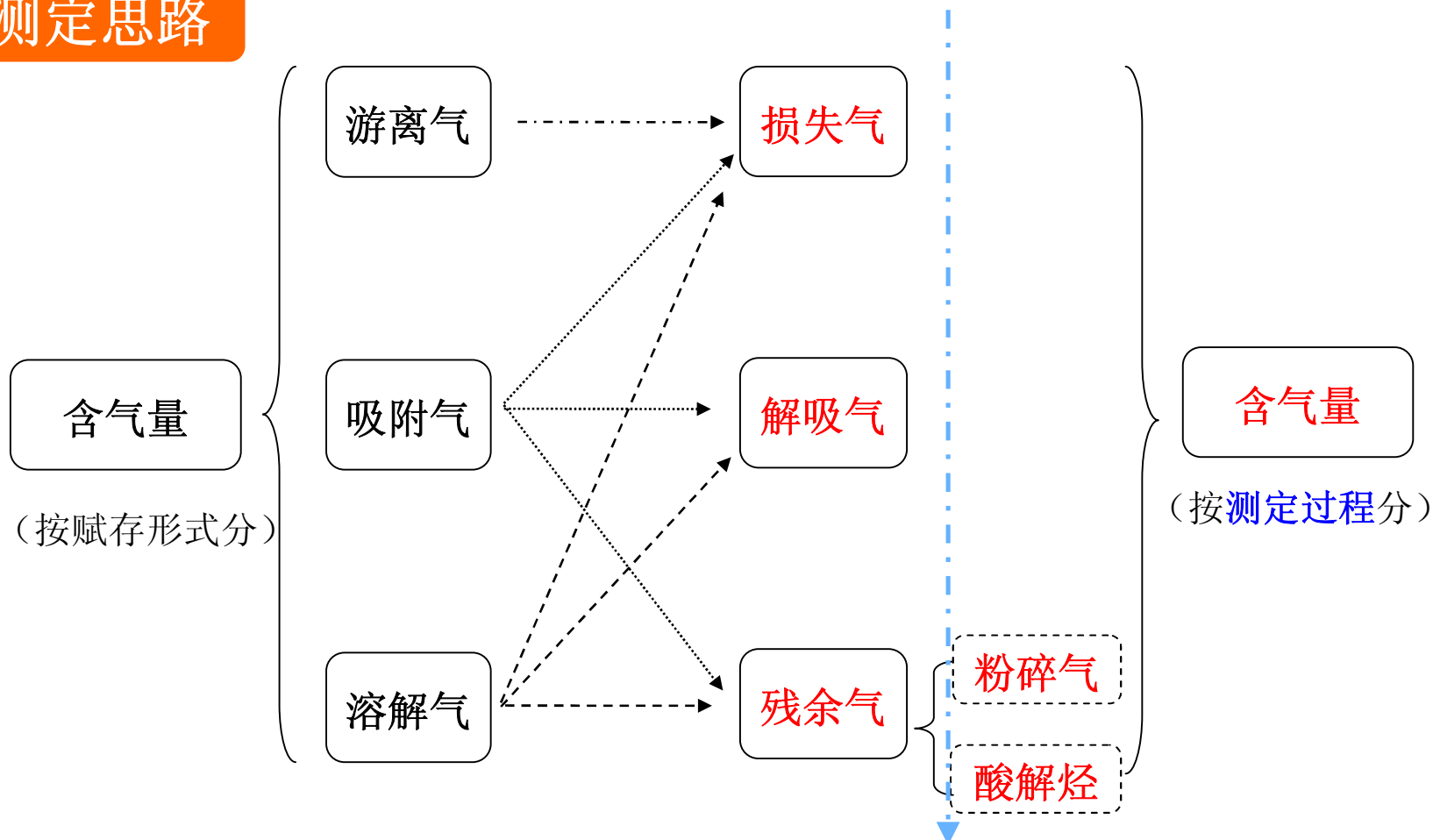
4

标准主要内容



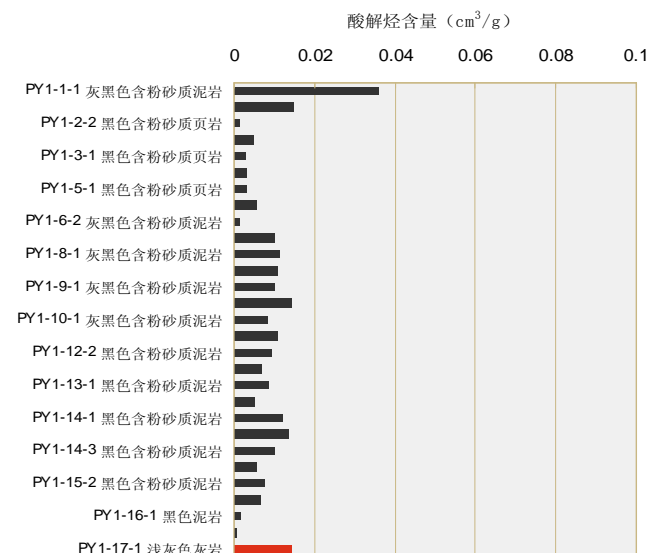
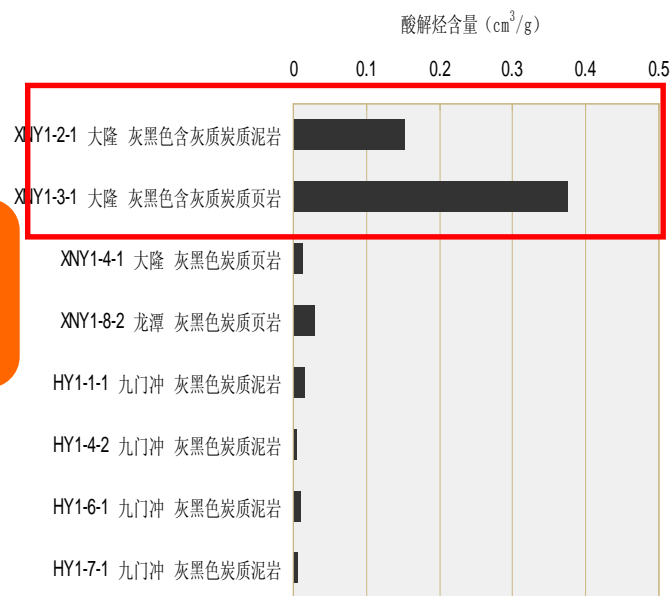
3 页岩气含量测定方法

测定思路

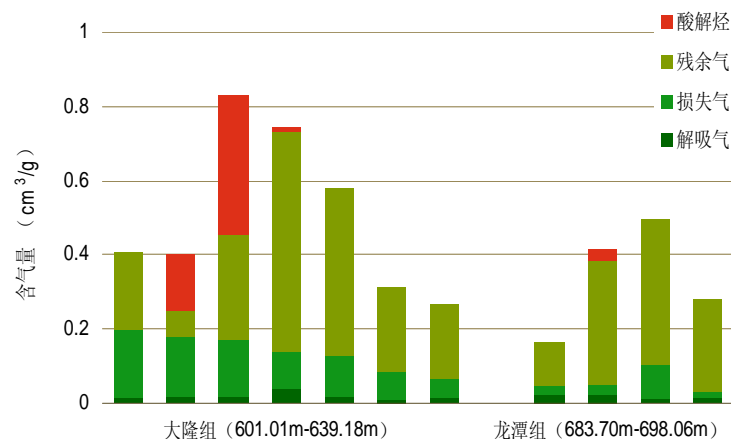
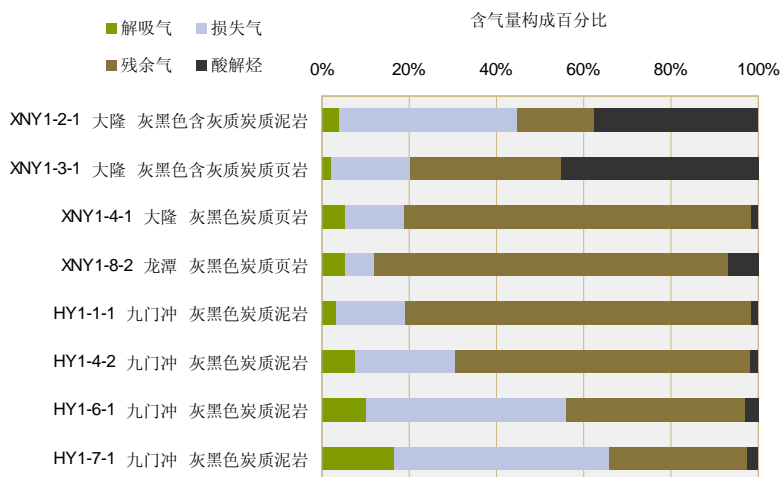


- ▲ 实验测试过程难以区分“游离气、吸附气、溶解气”
- ▲ 国内外同行均采用“测定过程”划分含气量

酸解烃 不容忽视



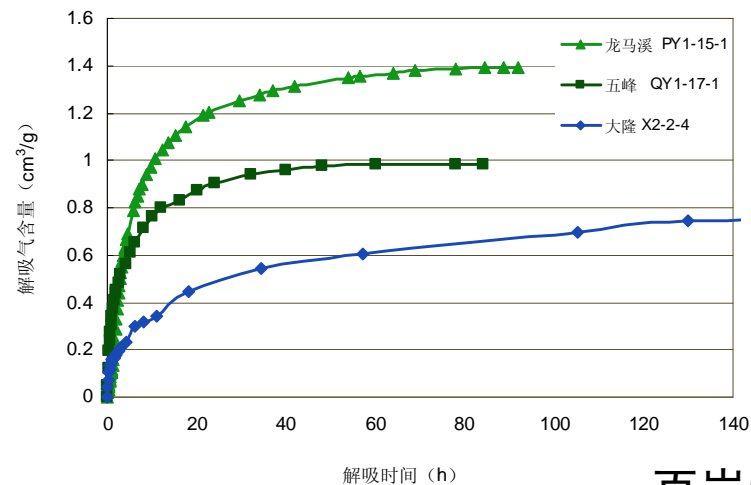
- 所有页岩在酸解后都有烃类物质产出，部分样品C1-C5均有出现
- 含灰质泥岩酸解烃含量较高，灰岩和纯泥岩酸解烃含量普遍较低



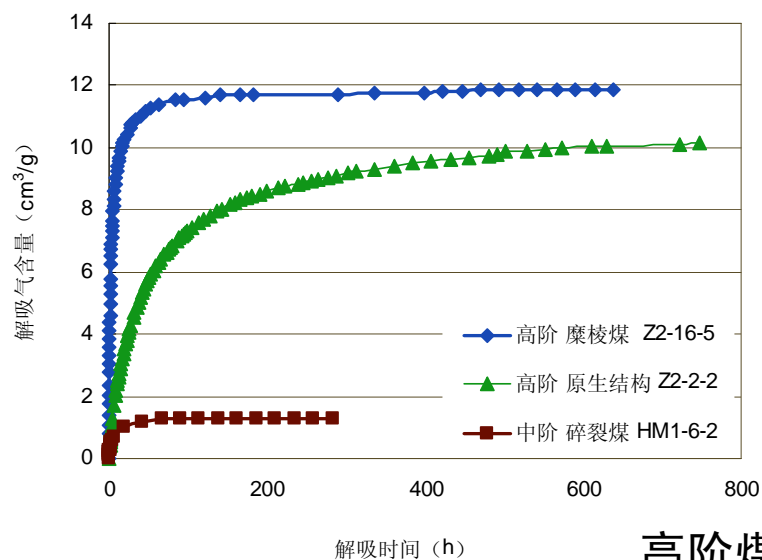
- 酸解烃含量最高值达到0.38m³/t，其占总气量的比例达45%

解吸曲线

龙马溪页岩与高阶原生结构煤似



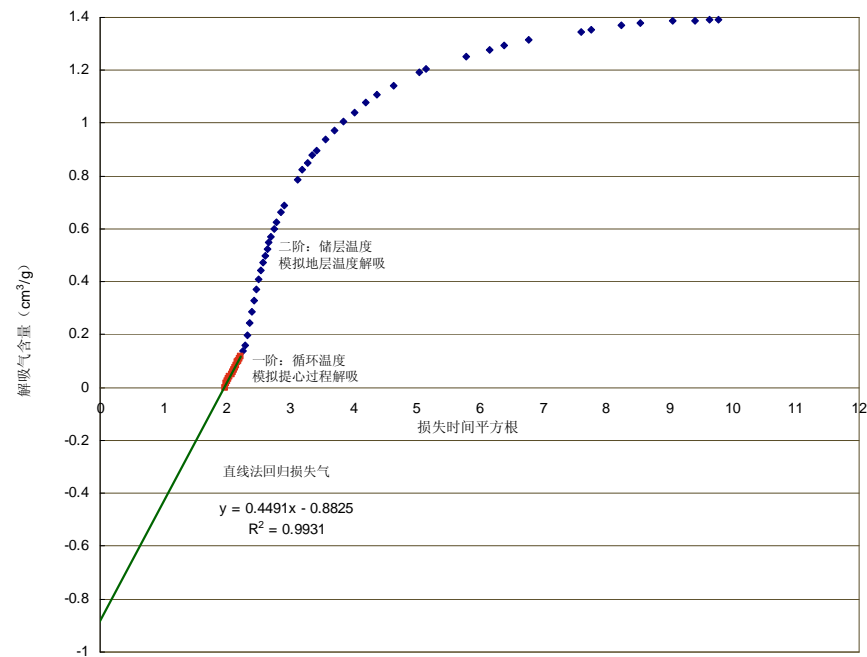
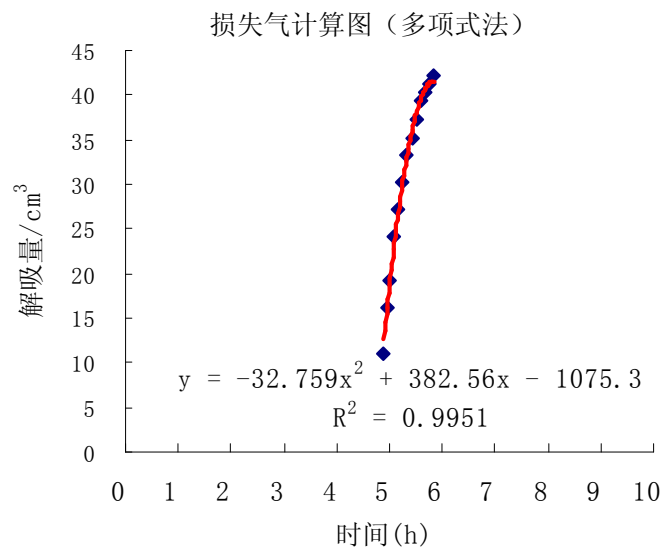
页岩和解吸曲线



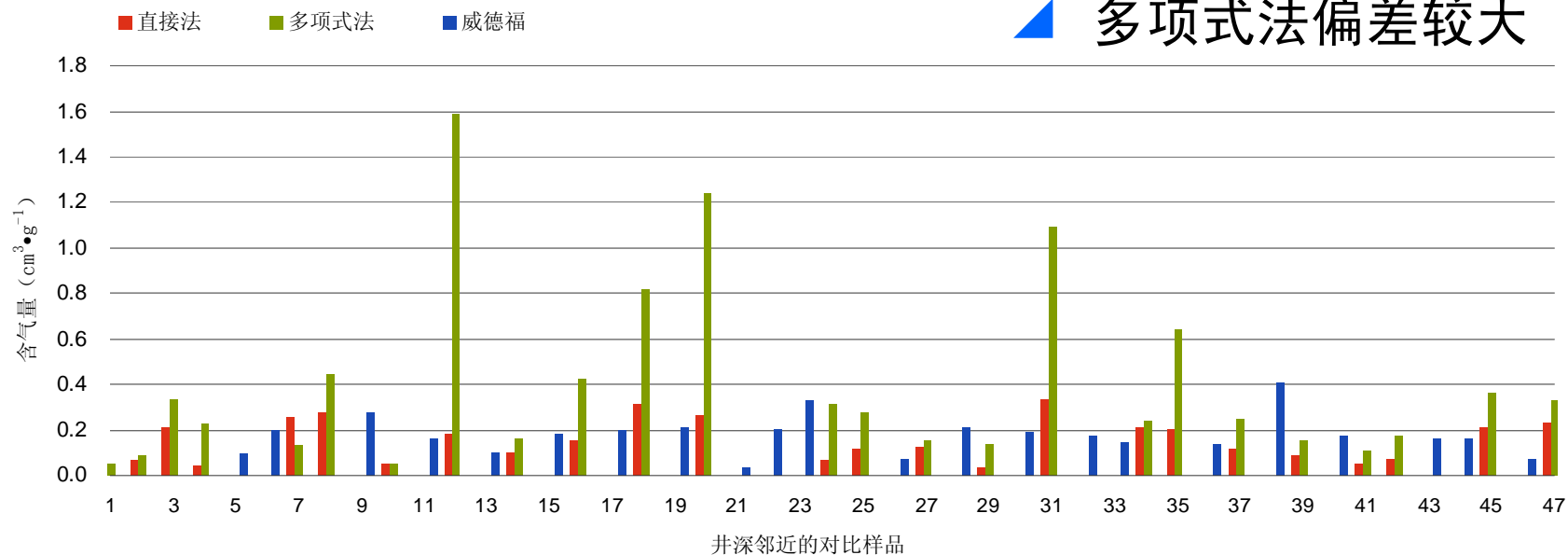
高阶煤和解吸曲线



损失气计算



- ▲ 直线法与威德福接近
- ▲ 多项式法偏差较大





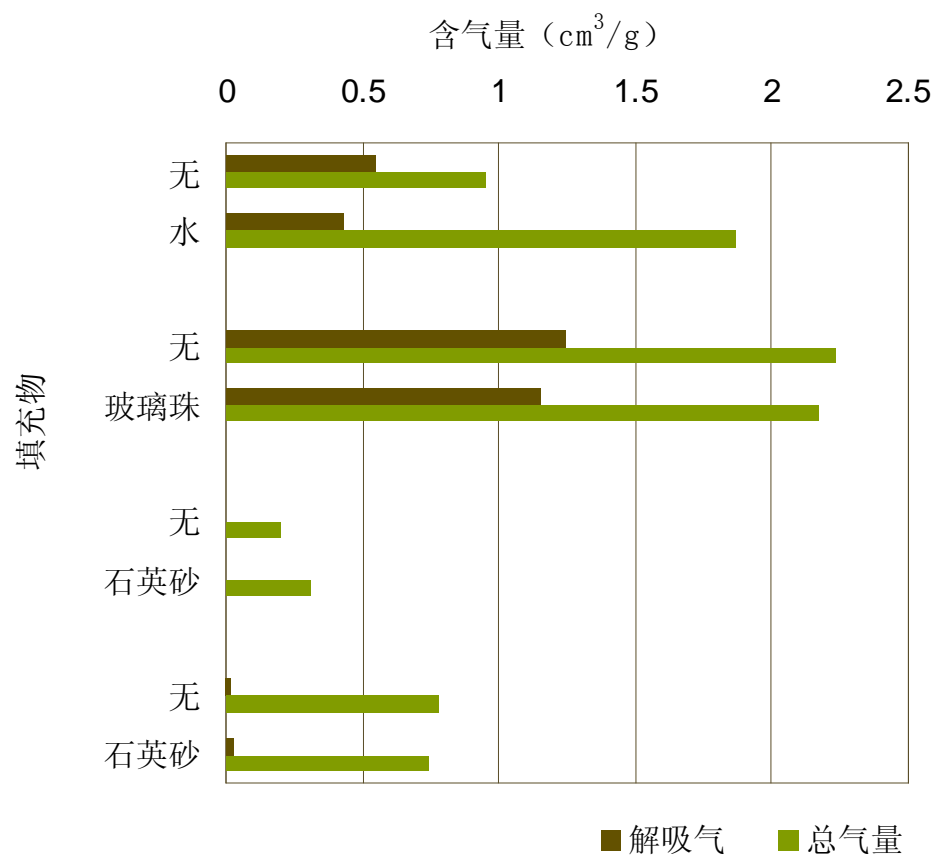
3 页岩气含量测定方法

填充物

水——会降低实测气量

玻璃珠——影响较小

石英砂——无明显影响



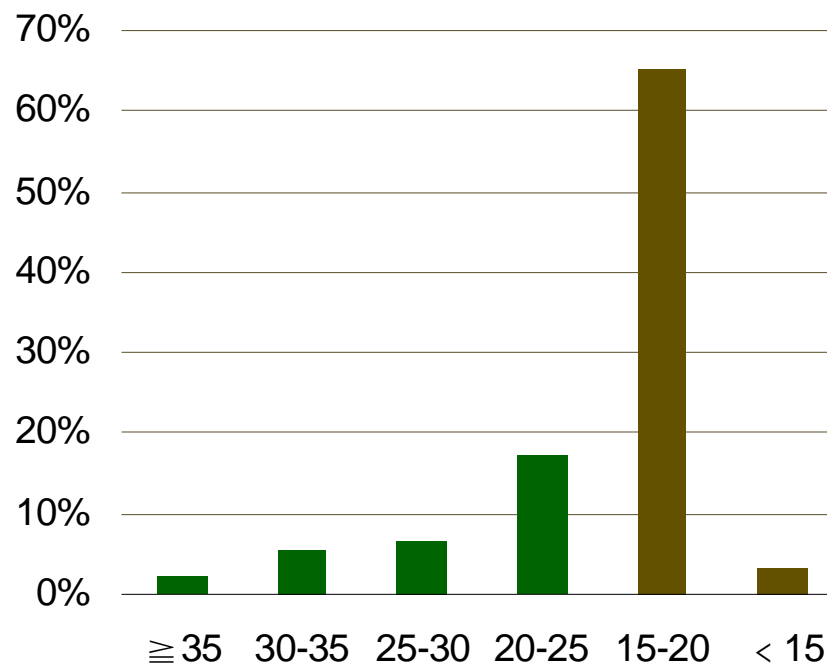
- 在同等物理条件下，解吸罐中所置换出的空气体积与解吸出的页岩气体积相等
- 在无特殊要求时，建议**不使用填充物**



3 页岩气含量测定方法

提心时间

	损失时间	每100米提心时间
最大值	2090.00	83.9
最小值	168.00	14.6
平均值	491.60	21.3



每100米提心时间 (min)

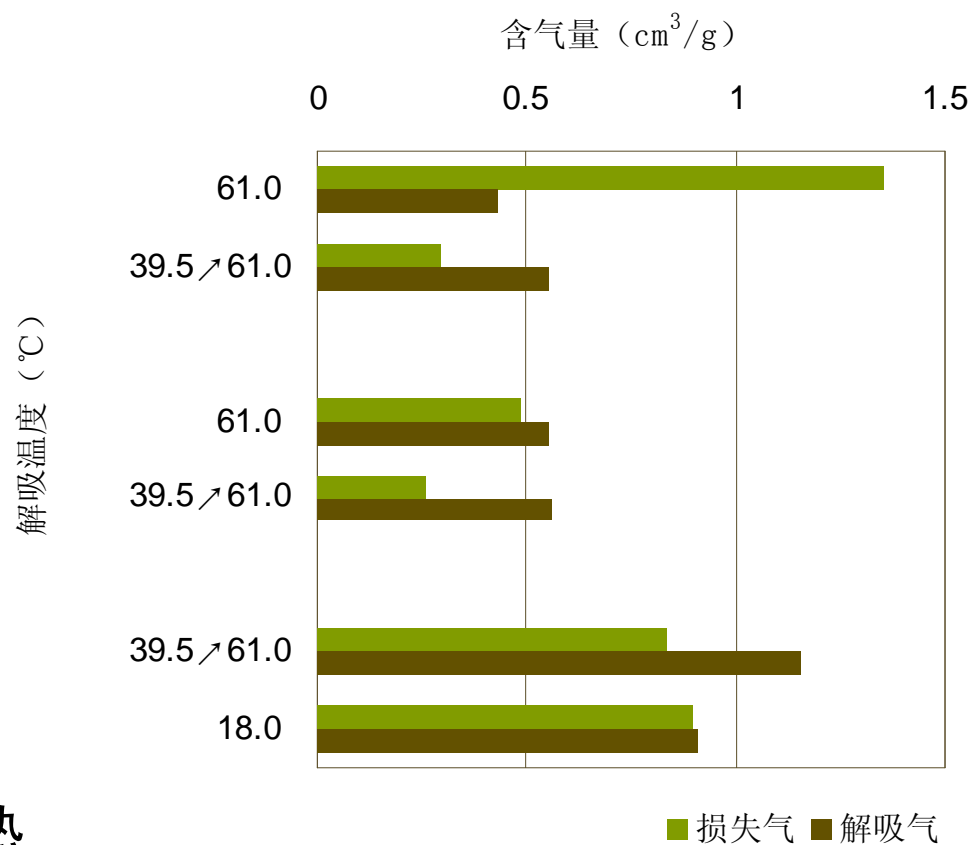
- ▲ 常规取心，提心时间较长
- ▲ 每100m要求不超过20min，则有68.5%符合要求
- ▲ 总损失时间长，影响数据准确性
- ▲ 尽可能缩短损失时间



3 页岩气含量测定方法

解吸温度

直接采用储层温度
解吸比采用钻井液循环
温度的数据将高出86.4%

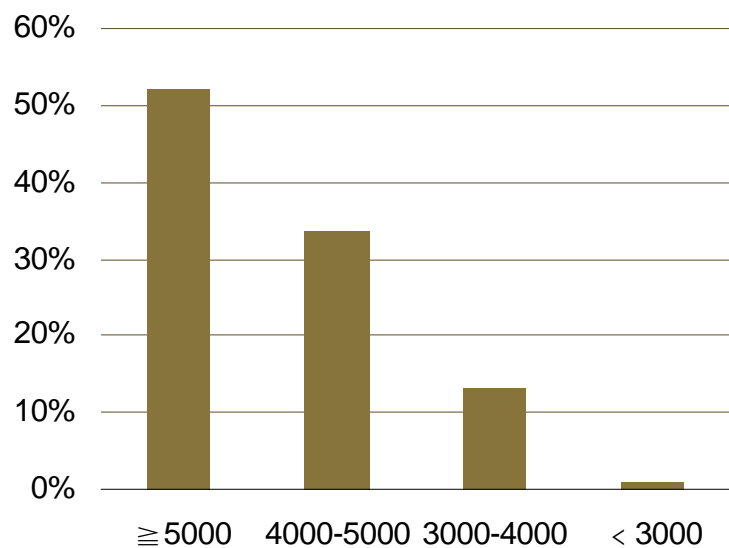


- 岩样装罐前，解吸温度下预热
- 前1h解吸温度采用岩心提升过程中的钻井液循环温度
- 1h后解吸温度采用储层温度。



3 页岩气含量测定方法

样品量



样品质量 (g)

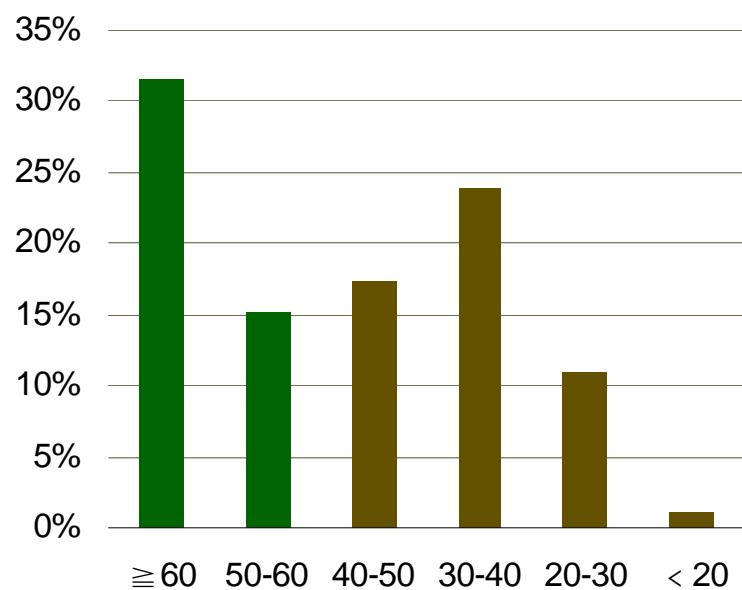
	样品质量	样品体积	解吸罐容积	体积比
最大值	6412.70	2419.89		
最小值	2491.00	940.00		
平均值	4909.50	1852.64	2000	92.6%

装罐的岩样体积不应小于解吸罐容积的90%



3 页岩气含量测定方法

采样时间



地面暴露时间 (min)

地面暴露时间	样品数量	百分比
≥ 60	29	31.5%
50-60	14	15.2%
40-50	16	17.4%
30-40	22	23.9%
20-30	10	10.9%
< 20	1	1.1%

▲ 地面暴露时间要求为不大于50min，则有53.3%的样品符合要求



3 页岩气含量测定方法

解吸气测定

以**2 min**间隔测定共**5**次

以**5 min**间隔测定**10**次

以**10 min**间隔测定**6**次

随着解吸速率变小，可以延长时间间隔

连续解吸**8 h**后，可视解吸气量确定适当的测定时间间隔，不超过**24 h**

连续**3**天每天解吸气量占已解吸气总量的比例不大于**1%**，结束解吸测定

残余气测定

a) 粉碎气测定

粉碎至粒径不大于**0.25 mm**

恢复至储层温度下测定气体体积

b) 酸解烃测定

利用测定粉碎气后的样品进行酸解烃测定

执行**SY/T 6009.1-2003**

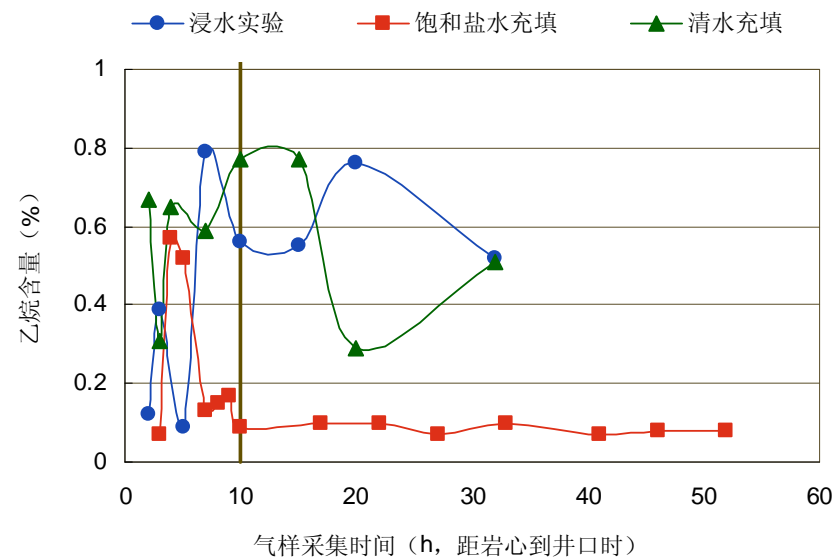
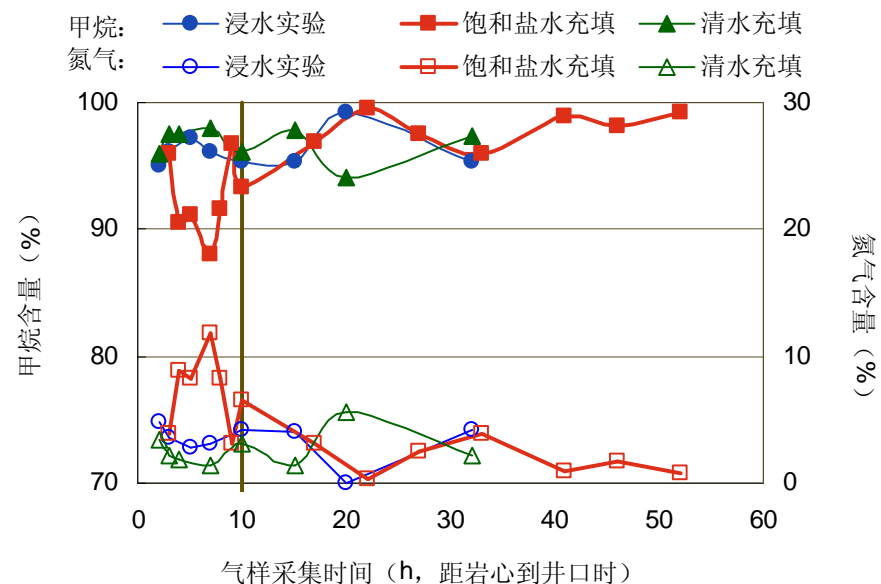
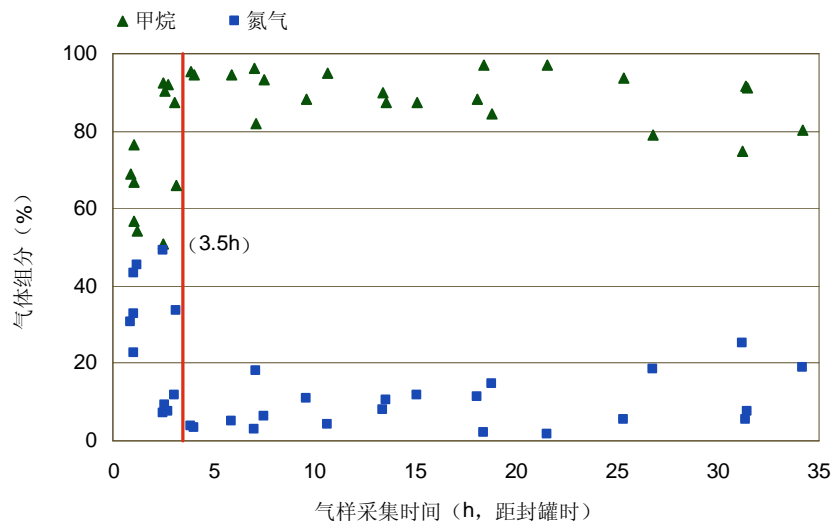




3 页岩气含量测定方法

气样采集时间

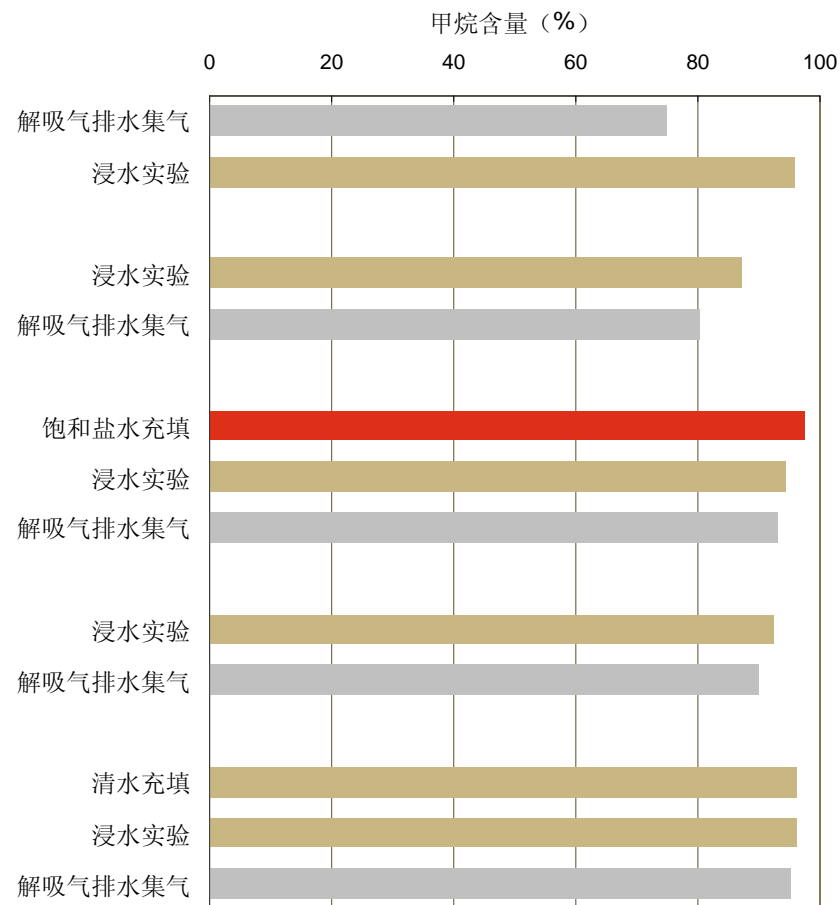
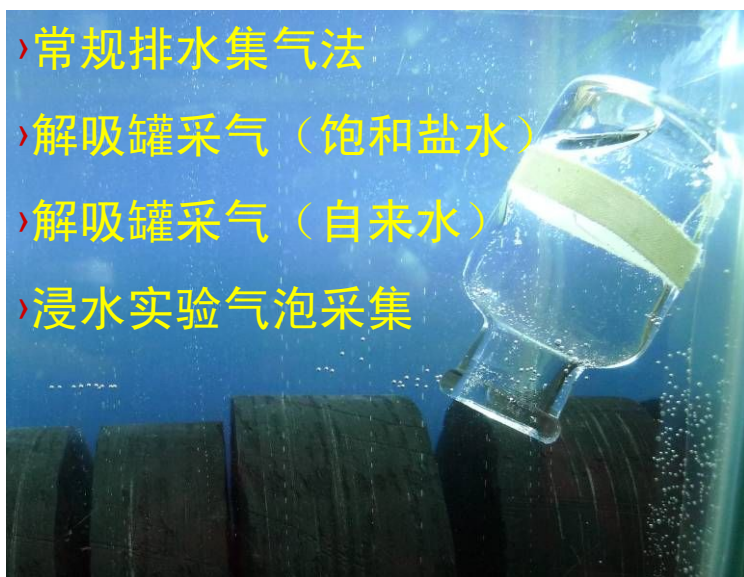
- 解吸气测定过程**3.5h前**采集气样容易受解吸罐及测量系统的**空气污染**
- 在隔绝空气条件下，解吸初期10h所测定的气体组分小范围变化
- 解吸气**组分随时间变化较小**





3 页岩气含量测定方法

气样采集方式



▲ 甲烷含量顺序:

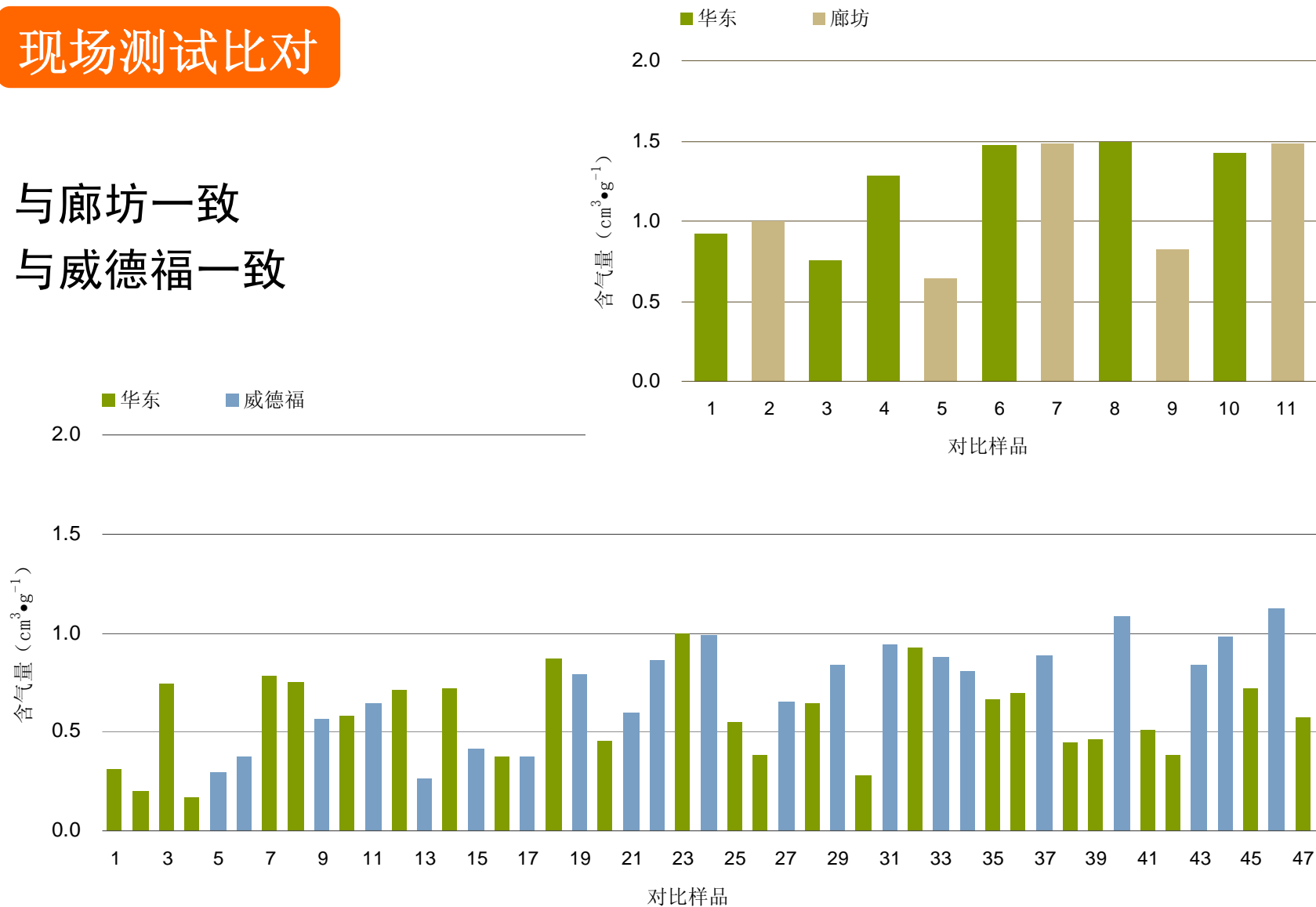
饱和盐水充填 > 清水充填、浸水实验 > 解吸气排水集气



3 页岩气含量测定方法

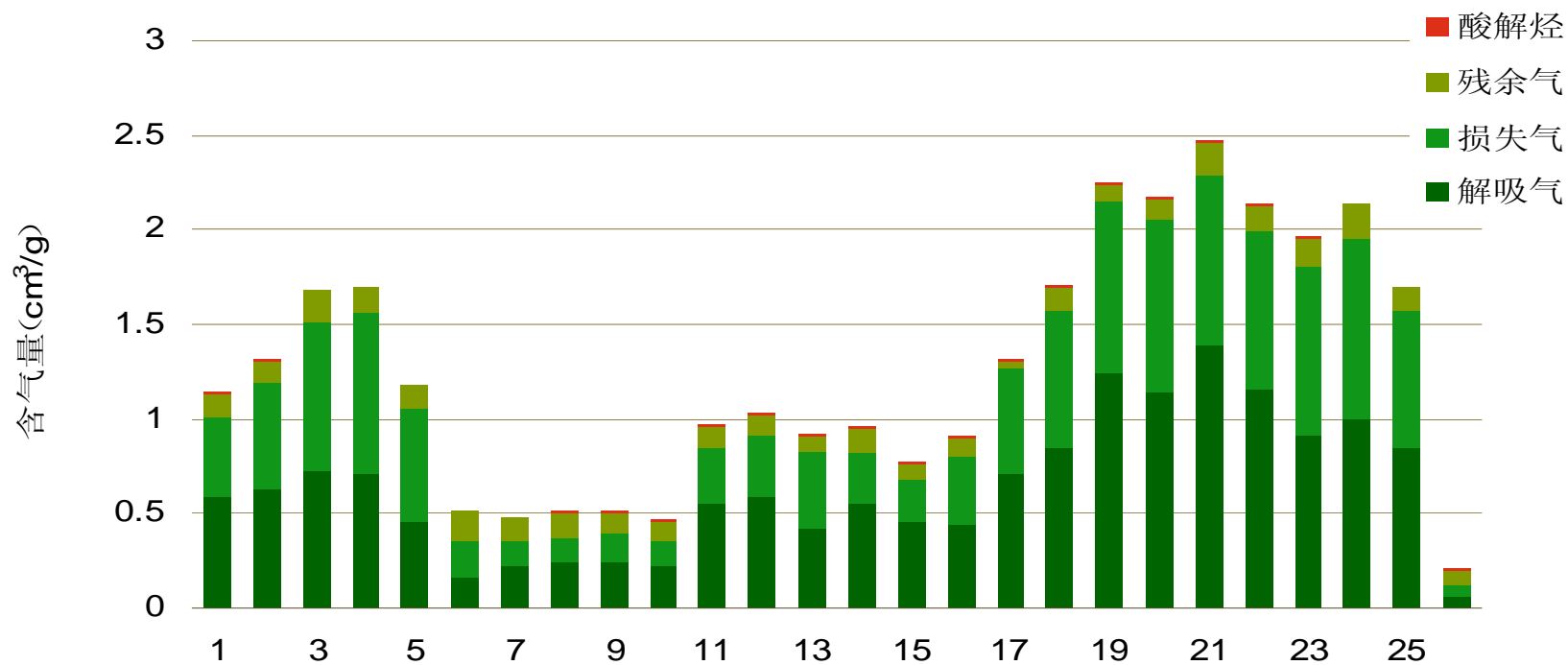
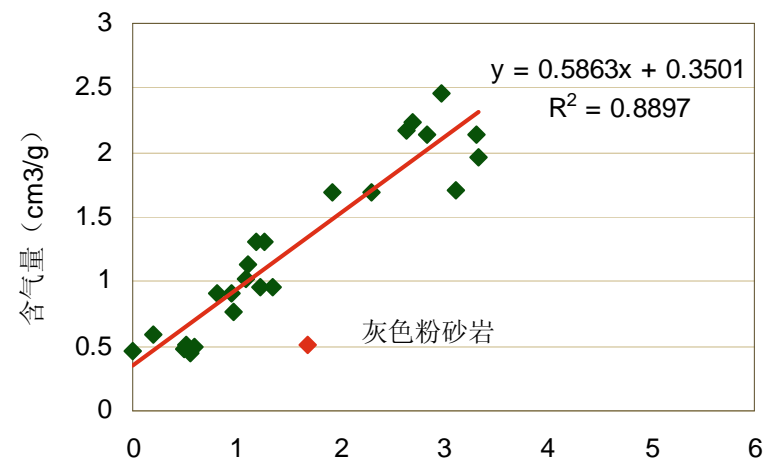
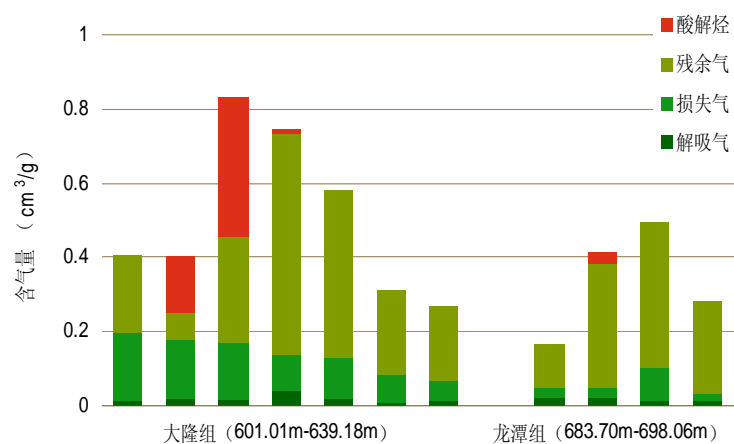
现场测试比对

与廊坊一致
与威德福一致



现场应用

含气量与TOC相关系数高





汇报提纲

1

项目概况

2

页岩气含气量测试技术发展现状

3

主要技术内容确定依据

4

标准主要内容



4 标准主要内容

框架结构

- ▲ 范围
- ▲ 规范性引用文件
- ▲ 术语和定义
- ▲ 仪器设备
- ▲ 样品采集
- ▲ 测定方法及流程
- ▲ 数据处理
- ▲ 检测报告
- ▲ 质量评述

ICS 75.010
E11

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T XXXX—XXXX

页岩气含量测定方法

Determination of shale gas content

（送审讨论稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国石油天然气集团公司 发布



4 标准主要内容

范围

- ▲本标准规定了页岩气含量测定的仪器设备、样品采集、测定方法及流程、数据处理、检测报告及质量评述等内容的程序和要求。
- ▲本标准适用于页岩气钻井中获取的页岩样品的页岩气含量测定及组分分析，其他方式获取的样品可参照执行。



4 标准主要内容

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，仅所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 13610 天然气的组成分析 气相色谱法

▲SY/T 6009.1-2003 油气化探试样测定方法第1部分：酸解烃测定 气相色谱法



4 标准主要内容

术语和定义

损失时间 Loss time

用于计算损失气量的时间。

在钻井循环介质为清水和泥浆时，指从取心筒提至井深一半时到封罐的时间。

在钻井循环介质为泡沫或空气时，指从钻遇页岩层时到封罐的时间。



4 标准主要内容

仪器设备

- ▲解吸罐：容积不小于2000mL，0.3MPa压力下保持气密性。
- ▲计量器：最小刻度不大于0.2mL。
- ▲恒温装置：温控精度为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- ▲温度计：量程为 $-30^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。
- ▲气压计：量程为60kPa \sim 106kPa，分度值为0.1kPa。
- ▲电子秤：最大量程为10kg，感量为0.05kg。
- ▲标准筛：孔径为0.25mm（60目）。
- ▲残余气测定装置：容积不小于500mL。
- ▲气样瓶：容积不小于50mL。
- ▲气相色谱仪：气相色谱仪符合GB/T 13610天然气的组成分析方法要求。
- ▲酸解烃测定装置：酸解烃测定装置符合SY/T 6009.1-2003酸解烃测定方法要求
- ▲填料：对页岩气不产生吸附和反应的物质（如玻璃球、石英砂等）。



4 标准主要内容

样品采集

采样前准备

▲ 解吸罐

所有用于页岩气含量测定的解吸罐，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，静置12 h，压力不降方可使用。

▲ 恒温装置

在岩样装罐前，应将恒温装置温度调至解吸温度，并使其达到设定温度。解吸温度分二个阶段设定，前1 h解吸温度采用岩心提升过程中的钻井液循环温度，即钻井液入口温度与出口温度的中间值，1 h后解吸温度采用储层温度。

▲ 采样人员

钻遇页岩层前，采样人员应到达现场，并将仪器设备安装调试至工作状态。



4 标准主要内容

样品采集

采样原则

▲样品质量

每次装罐的岩样**体积不应小于解吸罐容积的90%**，如岩心收获率不足又需要测定时，应在页岩气含量测定结果表中说明样品情况。

▲采样时间

样品到达地面后，应在**40 min**内装入解吸罐并密封。



4 标准主要内容

采样步骤

▲岩心采样

待岩心提出井口，尽快打开岩心筒。采样人员协助钻井地质人员快速拍照并简要描述，剔除杂物（如岩心受到污染，应用干抹布擦除污染物），迅速按岩心顺序装入解吸罐并密封。

▲装样要求

页岩气含量测定的样品应满足5.2.1要求，如岩心收获率不足又需要采样测定时，用填料充填解吸罐，剩余空间应小于解吸罐容积的10%。

▲参数记录

采样时，应同时收集有关参数，并记录在解吸气测定原始记录表，格式参见附录A。至少应收集以下参数：

地质参数：井号、层位、岩性、采样深度、储层温度；

钻井参数：钻井液性质、钻井液入口温度、钻井液出口温度；

时间参数：钻遇储层时间、开始提心时间、到达井口时间、封罐时间、采样日期

样品参数：罐号、原始编号、样品编号、空罐质量、样罐质量、样品质量；



4 标准主要内容

解吸气测定

▲解吸步骤

将装有样品并密封好的解吸罐迅速置于已达解吸温度的恒温装置中，迅速将解吸罐与计量器连接，观测并记录气体体积，同时记录当时的环境温度、大气压力，并填写在解吸气测定原始记录表中。

按一定时间间隔重复测定，并按6.1.1.1要求记录数据。

▲测定时间间隔

样品装罐第一次测定为封罐后2 min，以2 min间隔测定共5次，然后以5 min间隔测定10次，以10 min间隔测定6次。随着解吸速率变小，可以延长时间间隔，如15 min、30 min、1 h、2 h、4 h，累计测满8 h。

连续解吸8 h后，可视解吸气量确定适当的测定时间间隔，最长不超过24 h。



4 标准主要内容

解吸气测定

解吸气测定终止限

解吸持续到连续3天每天解吸气量占已解吸气总量的比例不大于1%，结束解吸测定。

称量

解吸结束后开罐，在储层温度将样品烘干8 h。

将样品碎至直径为2 cm~3 cm大小，取200 g~300 g，装入残余气测定装置进行残余气测定。



4 标准主要内容

残余气测定

▲粉碎气测定

用残余气测定装置将样品粉碎至粒径不大于0.25 mm，待恢复储层温度后测定气体体积，将测定的气体体积，连同环境温度、大气压力、解吸时间等一并记录在残余气测定原始记录表中，格式参见附录B。

按每10 min间隔进行解吸测定，并按6.2.1.1要求记录数据，连续5次读数为0结束测定。

残余气测定结束后开罐，用0.25 mm（60目）标准筛筛分样品，称量筛下岩样质量，并在残余气测定原始记录表中记录粒径不大于0.25 mm的样品质量。

▲酸解烃测定

利用6.2.1粉碎、筛分的样品进行酸解烃测定，选取粒径不大于0.25 mm的样品5 g，按照SY/T 6009.1-2003进行酸解烃测定。



4 标准主要内容

气样采集

▲气样采集步骤

气样采集采用排水集气法，准备气样瓶若干及采集气样所需的水槽。

采取质量不低于1000 g的岩心样品，将岩心样品装入解吸罐，并用饱和盐水充满剩余空间。

将装有岩心样品的解吸罐和充满水的气样瓶一起浸没在水槽中，打开解吸罐气阀，待气阀内空气排出后，将气样瓶对准解吸罐出气口，使解吸罐中气体直接进入气样瓶，待气体收集到约30 mL后（需要进行特殊分析的气样应至少收集100 mL），在水槽中盖上瓶塞。

气样瓶上贴上标签并倒置，送实验室进行气体组分分析。

▲气样采集数量

每一个目的层分上、中、下三段各采集1个气样。

▲气体组分分析

采集的气样及时送实验室，按GB/T 13610进行气体组分分析。



4 标准主要内容

数据处理

▲气体体积校正

解吸气测定和残余气测定所测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）：

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

▲损失时间计算

钻井循环介质为清水和泥浆条件下损失时间计算公式见式（2）：

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

钻井循环介质为泡沫或空气条件下损失时间计算公式见式（3）：

$$t_L = t_4 - t_1$$



4 标准主要内容

数据处理

▲ 损失气量计算方法

损失气量计算采用直接法。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10个点连线，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C。

▲ 页岩气含量计算

根据测定过程，页岩气含量包括损失气含量、解吸气含量和残余气含量三部分，残余气含量包括粉碎残余气含量和酸解烃含量两部分。

页岩气含量数据修约到两位有效数字。



4 标准主要内容

▲检测报告

页岩气含量测定检测报告主要包括：

页岩气含量测定结果表（参见附录E）；

损失气量计算图（参见附录C）；

累计解吸曲线图（参见附录D）；

气体组分分析结果；

文字说明，如采样情况说明、实验过程说明等。

▲质量评述

取心过程异常，或样品到达井口后未能在40 min内装罐密封，应在记录中注明。

如岩心收获率太低，样量较少时，应记录实际样量。

如在取心、采样、测定过程中出现其他异常情况，应在记录中注明。



欢迎加入

非官方、纯实验技术

QQ群: 187828708 非常规实验

（廊坊院、西安院、黑龙江煤田、煤层气国家工程中心、华东局、西南局、胜利、江汉、江苏、浙江、无锡所、杭州所、广州所、石大、地大、矿大.....

谢谢！