

解吸法测量页岩含气量及其方法的改进

唐颖^{1,2} 张金川² 刘珠江² 李乐忠¹

1. 中海石油气电集团有限责任公司技术研发中心 2. 中国地质大学(北京)能源学院

唐颖等. 解吸法测量页岩含气量及其方法的改进. 天然气工业, 2011, 31(10): 108-112.

摘 要 页岩含气量是计算页岩原地气量的关键参数, 对页岩含气性评价、资源储量预测具有重要的意义, 在我国还是一个新的研究课题。为此, 介绍了页岩含气量测试的 3 种基本方法, 包括解吸法、等温吸附法及测井解释法, 并重点讨论了页岩含气量测试最直接的方法——解吸法的测试原理和实验方法。分析认为: 损失气含量是解吸法中误差较大的部分, 提高损失气量估算精度能提高含气量测试精度; 直线回归法估算损失气量误差大, 利用直线回归与多项式回归的加权平均或者采用非线性回归估算损失气量更为合理; 根据实测的解吸数据, 考虑扩散率随时间的变化情况, 运用迭代非线性回归, 可以精确确定损失气量。为减小实验系统误差, 还对目前通用的解吸实验设备提出了高精度的改进方案。

关键词 页岩气 含气量 测试方法 解吸法 损失气 非线性回归 误差 实验设备改进

DOI: 10.3787/j.issn.1000-0976.2011.10.026

1 页岩含气量及其测试方法

页岩含气量是计算页岩原地气量的关键参数, 对页岩含气性评价、资源储量预测具有重要的意义。

页岩含气量是指每吨页岩中所含天然气在标准状态(0℃, 101.325 kPa)下的体积。根据赋存状态, 页岩气由吸附气、游离气和溶解气 3 部分构成。吸附气是指吸附在干酪根和黏土颗粒表面的天然气, 其含量受有机碳含量、压力、成熟度、温度等因素控制^[1-3]。游离气是指游离在天然裂缝和粒间孔隙中的天然气, 其含量主要受地层压力、孔隙度、含气饱和度、温度等因素控制^[1-3]。溶解气在页岩含气量构成中所占比例十分微小, 在计算含气量时可以忽略不计。

页岩含气量测试是页岩储层评价、有利区优选的重要实验, 测试方法有解吸法、等温吸附法、测井解释法^[4]等, 其中解吸法是页岩含气量测试的直接方法, 也是最常用的方法, 等温吸附法和测井解释法是页岩含气量测试的间接方法。

1.1 解吸法

解吸法包括 USBM 法、改进的直接法、Smith-

Williams 法和曲线拟合法等, 其基本原理都是 USBM 法。USBM 法最早由 Bertard 提出, 后经美国矿业局改进和完善, 成为美国煤层含气量测试的工业标准, 其操作方法简单, 测试精度基本能够满足勘探阶段的要求。

解吸法测量页岩含气量时, 其准确性主要取决于两点: ①设法减少损失气量。保压取心被认为是最准确的方法, 但价格昂贵, 绳索取心可以缩短取心时间, 是国内含气量测试常用的取心方式, 在技术和资金都具备的条件下, 可以采用密闭取心、二次取心的方式, 在深井或含有多套层系的井中, 旋转式井壁取心能够取得很好的效果^[5-8]。②解吸时应模拟地层条件, 尤其是地温条件。这样既能反映页岩中气体在地层原始条件下的解吸速率, 又能使损失气量的估算更加准确。

1.2 等温吸附法和测井解释法

等温吸附法是通过页岩样品的等温吸附实验来模拟样品的吸附过程, 从而获得页岩的含气量。等温吸附反映了页岩对甲烷气体的吸附能力, 其结果往往比页岩的实际含气量大, 一般用来评价页岩的吸附能力, 确定含气饱和度的等级, 在求取页岩含气量大小时一

基金项目 国土资源部“中国重点海相地区页岩气资源潜力及有利区优选”(编号: 2009GYXQ15), 国家自然科学基金项目“页岩气聚集机理和成藏条件”(批准号: 40672087)。

作者简介 唐颖, 1986 年生, 助理工程师; 硕士毕业于中国地质大学(北京), 从事非常规天然气地质勘探与技术研发工作。地址: (100027) 北京市朝阳区东三环北路甲 2 号京信大厦。电话: (010) 84527533。E-mail: tangying@ sina.cn

般不用,只有缺少现场解吸数据时才用来定性比较不同页岩含气量的大小。

测井解释法是通过测井资料解释获得页岩含气量的方法。通过现代测井技术手段能够获得页岩的孔隙度、含气饱和度、矿物组成、地层温度、地层压力等参数^[9-11],测井解释法求取页岩含气量可以利用储层孔隙度及含气饱和度计算游离气含量,利用等温吸附曲线以及地层温度、压力计算地层的吸附气含量,页岩含气量即为游离气和吸附气之和。

2 解吸法测量页岩含气量

解吸法是测量页岩含气量最直接的方法,它能够在模拟地层实际环境的条件下反映页岩的含气性特征,因此被用来作为页岩气含量测量的基本方法。解吸法中页岩含气量由解吸气含量(V_d)、损失气含量(V_L)和残余气含量(V_r)3部分构成,测试基本流程如图1所示。

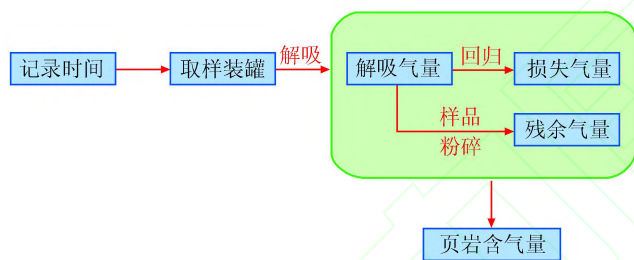


图1 解吸法测量页岩含气量流程图

2.1 解吸气测量

解吸气量是指页岩岩心装入解吸罐后在大气压力下自然解吸出的气体含量。现在广泛使用的页岩解吸气量测量装置主要分为解吸罐、集气量筒和恒温设备3部分,其基本构成如图2所示。

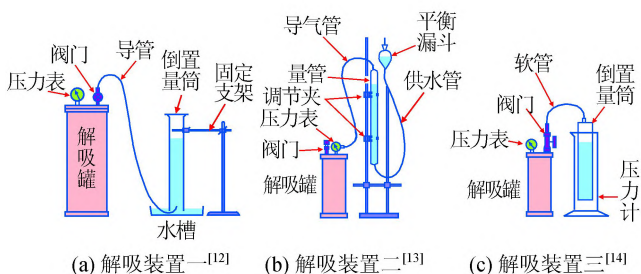


图2 解吸实验装置基本构成^[12-14]图

解吸气测量主要在钻井取心现场完成,在钻井过程中准确记录启钻、提钻、岩心到达井口及装罐结束的时刻,当岩心取出井口后,迅速装入解吸罐中,并使用细粒石英砂填满解吸罐空隙后密封,然后放入模拟地

层温度的恒温设备,让岩心在解吸罐中自然解吸,并按时间记录不同时刻的解吸气体积,直到解吸结束。

页岩样品解吸有自然解吸和快速解吸2种方式,自然解吸时间长,但测量结果更准确;快速解吸时间短,方便野外现场使用。自然解吸法中,装罐结束后5 min内测定第一次,以后每10、15、30、60 min间隔各测定1 h,然后120 min测定2次,累计满8 h后可视解吸罐的压力表确定适当的解吸时间间隔,最长为24 h,持续到连续7天每天平均解吸量小于或等于10 cm³,或在一周内每克样品的平均解吸量小于0.05 cm³/d,自然解吸结束^[15]。快速解吸时间为8 h,参照自然解吸的时间间隔记录不同时刻的解吸气体积,8 h后解吸结束。另外,快速解吸还可以通过适当提高解吸温度和连续观测,并择匹配的终止限,在煤层气中应用的准确率一般大于90%^[16]。

将现场解吸得到的解吸气总量(V_m)代入公式(1)校正成标准状态下的体积(V_s),然后除以样品质量即为岩心的解吸气含量(V_d)。

$$V_s = \frac{273.15 p_m V_m}{101.325 \times (273.15 + T_m)} \quad (1)$$

式中 V_s 为标准状态的解吸气体积, cm³; p_m 为现场大气压力, kPa; V_m 为实测解吸气体积, cm³; T_m 为现场大气温度, °C。

2.2 损失气量估算

损失气量是指钻头钻遇岩层到岩心从井口取出装入解吸罐之前释放出的气体体积。页岩损失气量通常通过 USBM 法直线回归获得。USBM 法估算页岩损失气量基于以下假设:岩样为圆柱形模型,扩散过程中温度、扩散速率恒定,扩散开始时表面浓度为零,气体浓度从颗粒中心扩散到表面的变化是瞬时的^[11]。根据扩散模拟,在解吸作用初期,解吸的总气量随时间的平方根呈线性变化,因此,将最初几个小时解吸作用的读数外推至计时起点,运用直线拟合可以推出损失气量(V_L),除以岩心质量即为样品的损失气含量(V_L)。

$$V_s = V_L + k \sqrt{t_0 + t} \quad (2)$$

式中 V_L (取绝对值) 为损失气量, cm³; k 为直线段斜率; t_0 为散失时间, min; t 为实测解吸时间, min。

利用最小二乘法把最初呈直线的实测解吸点进行回归即可求出 V_L , 另外,也可以通过图解法计算 V_L : 将不同时刻的 V_s 作为纵坐标,与其对应的 $\sqrt{t_0 + t}$ 作为横坐标作图,选取解吸最初呈近直线关系的各点连线的延长线与纵坐标相交,直线在纵坐标上的截距即为所求的损失气量(图3)。

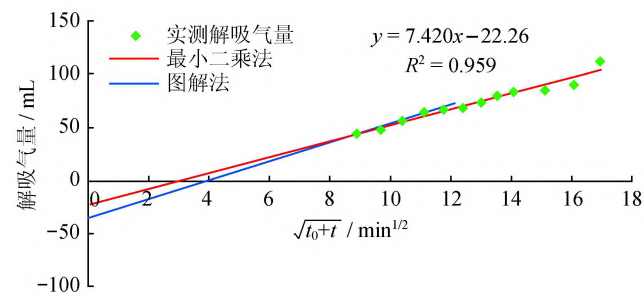


图3 USBM法估算页岩损失气量实例图(黔北地区)

USBM法确定的散失时间与取心时使用的钻井液类型有关。当使用清水或泥浆时,散失时间为提钻时间的一半加上在地面岩心装入解吸罐之前的处理时间;当使用空气或泡沫钻井时,散失气时间为从钻遇岩心到岩心装入解吸罐之间的时间^[17]。

2.3 残余气测量

页岩残余气量是指样品在解吸罐中解吸终止后仍留在岩心中的气体体积。残余气测量有破碎法、图示法和球磨法3种方法。破碎法可靠性较低;图示法由于以破碎法为基础,可靠性因此也较低;球磨法是目前测量残余气通用的方法^[18],其测量过程如下:自然解吸完毕后,取出部分样品称量后放入密封的球磨机中粉碎到0.246 4 mm(60目)以下,然后放入和储层温度相同的恒温装置自然解吸,直到每个样品一周内平均每天解吸量不大于 10 cm^3 时,解吸结束。快速解吸法中,要将样品反复破碎、解吸,直到连续两次破碎、解吸的气量小于 10 cm^3 时,快速解吸结束。解吸出来的气体量转换为标准状态下的体积除以样品质量即为页岩的残余气含量(V_r)。

中国煤层气残余气量在总含气量中一般小于10%,最高能达到30%^[19-20]。页岩渗透率和煤不同,页岩基质渗透率非常低,不像煤具有广泛的天然割理系统,页岩解吸速度很慢,特别是当岩心样品直径很大时,解吸时间更长。残余气是页岩总含气量的重要组成部分,在某些含气量较大的页岩里,自然解吸30 d后残余气量能占总含气量的50%^[21],因此,无论是自然解吸还是快速解吸都要重视残余气的测量,使用球磨法基本能够满足残余气测量的精度要求。

3 方法改进

解吸法是测量页岩含气量最直接的方法,广泛应用在页岩含气量测试中,因此,提高解吸法测量精度,能够更加准确地评价页岩气含气性,指导生产。损失气含量是解吸法中误差较大的部分,提高损失气量估

算精度可以使含气量测试结果更加准确。提高损失气估算精度可以从两个方面着手:①选择更准确的估算方法;②减小测试设备的系统误差。

3.1 损失气量估算方法改进

损失气是页岩含气量的重要组成部分,在钻井取心过程中,天然气散失不可避免,取心方式、测定方法、逸散时间以及估算方法都影响到损失气量的大小^[22]。

关于损失气量的估算,前人做了大量研究工作。Bertard将含气量测试结果与扩散率结合,推算损失气量^[12];Kissell通过早期解吸气测量结果直线外推获得损失气量^[17];Ulery和Hyman通过记录气体温度和大气压力,对Kissell的方法进行了改进,以利于将实测的损失气量校正至标准条件^[15];Yee提出多项式曲线拟合法,将解吸气量数据拟合成一个扩散方程,并对估算损失气量的各种方法进行了对比^[23],另外,Chase、Smith等、Mavor等也分别对煤层损失气量估算方法进行了研究^[24-26]。

损失气量的估算有直线回归法、多项式回归法以及非线性回归法。国内对损失气量估算多采用直线回归法^[27],直线回归法估算损失气量简单且容易操作,但是误差较大。Bertard实验结果表明,气体释放的速率与解吸最初20%的时间的平方根呈线性关系^[12]。当取心时间长,损失气量大时,直线回归估算的损失气量要比实际的损失气量小,另外由于取心过程造成岩心温度降低,解吸升温时模拟地层原始温度,在这过程中,岩心的温度是一个先降低又升高的变化过程。实验表明,由于温度变化造成的损失量估算结果同样比实际情况低^[28]。因此,在使用直线回归估算损失气量时,应当尽量少用或者不用解吸最初不稳定的点。

多项式回归法比直线回归法吻合性更强,但该方法估算出的损失气量通常比实际损失气量高。直线回归和多项式回归都是一种线性回归,简单且容易操作,其估算结果能够基本满足勘探阶段的要求。如果需求更准确,可以使用多项式回归和直线回归的结果作为估算损失气量的上、下界,或对直线回归和多项式回归的结果根据经验进行加权平均,这样比单一的使用直线回归或者多项式回归的结果更合理。

直线回归法对损失气量的解释是基于完全扩散方程早期时间的近似解,扩散速率与时间平方根成线性相关,理论假设是自然解吸过程中扩散速率恒定,而实际解吸中,页岩的扩散速率是随时间变化的函数。考虑到扩散速率与时间的相关性,将实测解吸气量通过非线性方程逼近,可以更准确地反应解吸的过程,使估算结果更准确,同时结合等温吸附曲线,进一步推算原

始气量、可采储量以及生产剖面。通过实例分析,非线性回归结果介于直线回归和多项式回归的结果之间,相关系数较高(图4)。

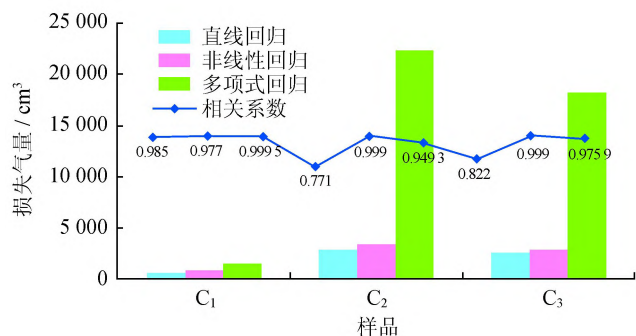


图4 直线回归、多项式回归、非线性回归结果对比图

(数据源自本文参考文献[6])

3.2 解吸实验设备改进

页岩含气量比煤层少,因此含气量测量需要更高分辨率的设备,特别是当测量的样品较小时,便无法采用煤层气测试设备。

目前国内外用于页岩解吸实验设备中使用了多段一定长度的导管连接解吸罐和量筒^[12-14,27],该系统存在以下缺点:①在装样后解吸罐中存在残余的空气,其存在会导致测量结果出现比较大的误差^[21],且导管在测试前也充满空气,当解吸气量微小时,收集到的解吸气体中甲烷含量很可能为零;②实验设备庞大,可移动性不强,不利于野外现场使用。

为了减小现有解吸设备精度低、可移动性不强的缺点,这里提出一种改进的解吸气测量设备及其实验方法,实验设备主要部件包括解吸罐、集气量筒和实验箱3部分^[29-31],其中:解吸罐底盖中部设有凸起,在装样时能够排除空气,顶盖中部与顶盖外缘之间为斜面,以便于收集微量的解吸气;集气量筒由标有刻线的筒体、排水孔、通气孔和调节阀构成,可以通过调节阀设置不同大小的孔径使量筒内部与外界连通;解吸罐通过快速链接扣直接与集气量筒相连。实验箱通过温控元件可以保持在设定的温度下恒温,在解吸实验时用来加热解吸罐并保持恒温,另外,恒温箱中部设有固定隔板,实验箱未使用时可以将解吸罐和集气量筒放置在内以便搬运。

页岩解吸实验前,需要在现场的温压条件下对解吸时排水孔径大小进行测量,其方法是向集气量筒内装入饱和盐水,封口朝下竖直放置,调整调节阀,选定盐水不会外流的最大孔径作为解吸时排水孔的打开孔径,之后关闭排水孔待用。在进行解吸气测量时,往实

验箱内装入清水,接通电源,将清水加热至岩心埋深对应的地层温度并保持恒温待用。在钻井现场取心时,打开解吸罐底盖,装入含气样品,并使用细粒石英砂填满解吸罐空隙后密封,将解吸罐顶盖朝上竖直放入实验箱内,将集气量筒内装满饱和盐水,将集气量筒封口朝下与解吸罐连通,并打开集气量筒的排水孔,排水孔孔径以实验前测定的孔径为准,定时记录集气量筒中的解吸气体积。实验结束后,关闭集气量筒的排水孔,并断开其与解吸罐的连通。

采用这样的设计后,整套解吸设备结构紧凑、体积小、气密性好、测量精确、便于移动和携带、操作简单快捷、适合野外现场使用、加热均匀,且其对应的实验方法操作方便简单,从而更加实用。

4 结论与认识

1)解吸法是测量页岩含气量最常用方法,其准确性取决于两点:①尽量减小取心时间,②解吸时模拟地层条件。对于要进行含气量测试的井,推荐使用绳索取心,对样品可以采用二次取心,减小损失气含量,提高实验精度。

2)损失气含量是影响含气量测试精度的最主要部分,直线回归和多项式回归方法简单、容易操作,其估算结果能够基本满足勘探阶段的要求。直线回归的测量结果通常比实际偏低,多项式回归的结果通常比实际情况偏高,可以使用二者的结果作为估算损失气量的上、下界,或者根据经验对二者的结果进行加权平均,这样比单一的使用直线回归或者多项式回归的数值更合理。

3)根据实测的解吸数据,考虑扩散率随时间的变化情况,运用迭代非线性回归,可以精确确定损失气量;改进的解吸设备利用毛细管原理封堵量筒中的水,减少了导管使用,减少了系统误差,能够提高实验测试精度。

参 考 文 献

- [1] MAVOR M. Barnett Shale gas-in-place volume including sorbed and free gas volume[C]// AAPG Southwest Section Meeting, 1-4 March 2003, Fort Worth, Texas, USA. Tulsa: AAPG, 2003.
- [2] 张金川, 金之钧, 袁明生. 页岩气成藏机理和分布[J]. 天然气工业, 2004, 24(7): 15-18.
- [3] 李新景, 胡素云, 程克明. 北美裂缝性页岩气勘探开发的启示[J]. 石油勘探与开发, 2007, 34(4): 392-400.
- [4] 李玉喜, 乔德武, 姜文利, 等. 页岩气含气量和页岩气地质评价综述[J]. 地质通报, 2011, 30(2/3): 308-317.

- [5] WAECHTER N B, HAMPTON G L, SHIPPS J C. Overview of coal and shale gas measurement: field and laboratory procedures [C] // 2004 International Coalbed Methane Symposium, May 2004, Tuscaloosa, Alabama, USA. Tuscaloosa: The University of Alabama, 2004.
- [6] SHTEPANI E, NOLL L A, ELROD L W, et al. A New regression-based method for accurate measurement of coal and shale gas content [J]. SPE Reservoir Evaluation & Engineering, 2010, 13(2): 359-364.
- [7] VASILACHE M A. Fast and economic gas isotherm measurements using small shale samples [EB/OL]. [2011-04-04]. <http://www.scalinc.com/AAPG2010.ppt>
- [8] BOWKER K A. Barnett Shale gas production, Fort Worth Basin: issues and discussion [J]. AAPG Bulletin, 2007, 91(4): 523-533.
- [9] BOYER C, KIESCHNICK J, LEWIS R E, et al. Producing gas from its source. Oilfield Review [J/OL]. [2011-04-07]. http://www.slb.com/media/services/resources/oilfield-review/ors06/aut06/producing_gas.pdf
- [10] 谭茂金, 张松扬. 页岩气储层地球物理测井研究进展 [J]. 地球物理学进展, 2010, 25(6): 2024-2030.
- [11] 齐宝权, 杨小兵, 张树东, 等. 应用测井资料评价四川盆地南部页岩气储层 [J]. 天然气工业, 2011, 31(4): 44-47.
- [12] BERTARD C, BRUYET B, GUNTHER J. Determination of desorbable gas concentration of coal (direct method) [J]. International Journal of Rock Mechanics and Mining Science, 1970, 7(1): 51-65.
- [13] TRW Energy Engineering Division. Desorbed gas measurement system—design and application [R]. Morgantown: TRW Energy Engineering Division, 1981.
- [14] CAMP B S, KIDD J T, LOTTMAN L K, et al. Geologic manual for the evaluation and development of coalbed methane [R]. Bessemer: GeoMet Inc., 1992.
- [15] ULERY J P, HYMAN D M. The modified direct method of gas content determination—applications and results [C] // 1991 Coalbed Methane Symposium Proceedings, May 13-17 1991, Tuscaloosa, Alabama. Tuscaloosa: The University of Alabama, 1991.
- [16] 庞湘伟. 煤层气含量快速测定方法 [J]. 煤田地质与勘探, 2010, 38(1): 29-32.
- [17] KISSELL F N, MCCULLOCH C M, ELDER C H. The direct method of determining methane content of coalbeds for ventilation design [M]. Washington DC: National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), 1973.
- [18] DIAMOND W P, LEVINE J R. Direct method determination of the gas content of coal: procedures and results [R]. Washington DC: National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), 1981.
- [19] 李小彦, 司胜利. 我国煤储层煤层气解吸特征 [J]. 煤田地质与勘探, 2004, 32(3): 27-29.
- [20] 张群, 杨锡禄. 煤中残余气含量及其影响因素 [J]. 煤田地质与勘探, 1999, 27(5): 26-28.
- [21] DECHER A D, HILL D G, WICKS D E. Log-based gas content and resource estimates for the Antrim Shale, Michigan Basin [C] // paper 25910-MS presented at the Low Permeability Reservoirs Symposium, 26-28 April 1993, Denver, Colorado, USA. New York: SPE, 1993.
- [22] 陈孟晋, 王红岩, 严启团, 等. 煤层含气量的测定及影响因素 [J]. 中国煤层气, 1997, 1: 27-30.
- [23] YEE D, SEIDLE J P, HANSON W B. Gas sorption on coal and measurement of gas content [R]. Tulsa: AAPG, 1993.
- [24] CHASE R W. Comparison of methods used for determining the natural gas content of coalbeds from exploratory cores [R]. Marietta: Dept. of Petroleum Engineering, Marietta College, 1979.
- [25] SMITH D M, WILLIAMS F L. New technique for determining the methane content of coal [C] // 16th Intersociety Energy Conversion Engineering Conference, 9-14 August 1981, Atlanta, Georgia, USA. New York: ASME, 1981.
- [26] MAVOR M J, PRATT T J, BRITTON R N. Improved methodology for determining total gas content [R]. Chicago: GRI, 1994.
- [27] 国家安全生产监督管理总局. AQ 1046—2007 地勘时期煤层瓦斯含量测定方法 [S]. 北京: 煤炭工业出版社, 2004.
- [28] MAVOR M J, CLOSE J C, PRATT T J. Summary of the completion optimization and assessment laboratory (COAL) site [R]. Chicago: GRI, 1991.
- [29] 张金川, 唐颖. 集气量筒: 中国, ZL201020147110.8 [P]. 2010-11-24.
- [30] 张金川, 唐颖. 解吸罐: 中国, ZL201020147098.0 [P]. 2010-11-24.
- [31] 张金川, 唐颖. 气体解吸多功能实验箱: 中国, ZL201020147107.6 [P]. 2010-11-24.

(修改回稿日期 2011-08-10 编辑 罗冬梅)