

ICS 75.010

E 11

备案号: 43246—2014

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 6940—2013

页岩含气量测定方法

Measurement method of shale gas content

2013—11—28 发布

2014—04—01 实施

国家能源局 发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 仪器设备与材料	2
5 样品采集	2
6 页岩含气量测试流程	3
7 页岩含气量测定方法	3
8 页岩含气量计算	4
9 游离气含量和溶解气含量计算方法	6
10 检测报告	6
11 质量评价	7
附录 A (资料性附录) 页岩含气量测试系统和残余气测试仪	8
附录 B (资料性附录) 检测报告	9
附录 C (资料性附录) USBM 直接法损失气量计算图和页岩累积测量气量曲线图	11
参考文献	13

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由石油地质勘探专业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国石油天然气股份有限公司中石油勘探开发研究院廊坊分院，中国石油化工股份有限公司华东分公司石油勘探开发研究院，中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司勘探开发研究院。

本标准主要起草人：刘洪林、闫刚、李晓波、丁安徐、张鉴、薛华庆、郭伟。

页岩含气量测定方法

1 范围

本标准规定了页岩岩心的含气量测定方法。

本标准适用于页岩钻井过程中获取的页岩岩心样品的含气量测定。

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 6949—2010 煤的视相对密度测定方法

SY/T 5336—2006 岩心分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

页岩含气量 shale gas content

页岩含气量是指单位质量页岩中所含天然气折算到 0℃，101.325kPa 时的体积。根据赋存状态，页岩气包括吸附气、游离气和溶解气；按测量过程分为解吸气、残余气、损失气。

3.2

解吸气量 desorbed gas

解吸气量是指一定质量页岩样品装入样品解吸罐中密封后，在一定温度、压力、时间条件下从页岩样品中解吸出来的气体体积。本标准中解吸气含量是指单位质量页岩所含的解吸气体积。

3.3

残余气量 residual gas

残余气量是指一定质量页岩样品经解吸后粉碎释放出的气体体积。本标准中残余气含量是指单位质量页岩中所含的残余气体积。

3.4

损失气量 lost gas

损失气量是指一定质量页岩样品从井底开始解吸到封罐之前所解吸出的气体体积，可用 USBM 法进行回归计算。本标准中损失气含量是指单位质量页岩中所含的损失气体积。

3.5

损失时间 lost time

对于清水或泥浆取心，损失时间为地面暴露时间加上井下时间（起钻至岩心到达井口时间）的一半。钻井循环介质为泡沫或空气条件下，损失时间为钻遇地层到岩心封罐的时间。

3.6

游离气量 free gas

页岩中游离气量主要是指以游离状态赋存于页岩孔隙和微裂缝中的天然气体积。游离气量是指根据本标准指定的计算方法，计算所得的天然气体积。本标准中游离气含量是指单位质量岩石中所含的游离气体积。

3.7

溶解气量 dissolved gas

溶解气量是指溶解在页岩所含水和油中的天然气体积。溶解气量是指根据本标准指定的计算方法，计算所得的天然气体积。本标准中溶解气含量是指单位质量页岩中所含的溶解气体积。

4 仪器设备与材料

- 4.1 解吸罐：材质抗压、抗碰撞，内径 7cm～12cm，高度 20cm～30cm，0.3MPa 压力下保持气密性。
- 4.2 气体计量检测装置：量程宜大于 500cm³，精度高于 1cm³。
- 4.3 恒温装置：模拟地层温度，精度 ±2℃。
- 4.4 页岩含气量测试系统，参见 A.1。
- 4.5 残余气量测试仪，参见 A.2；残余气样品罐容量大于 200g，0.3MPa 压力下保持气密性。
- 4.6 电子天平：最大量程 30kg，精度高于 1g。
- 4.7 温度计：-30℃～50℃，精度 ±1℃。
- 4.8 气压表：60kPa～500kPa，精度 ±1kPa。
- 4.9 便携式样品切割器。
- 4.10 UPS 不间断电源。
- 4.11 软管：内径宜小于 6mm。
- 4.12 快速接头。
- 4.13 气体收集装置。
- 4.14 填料：对页岩气不产生吸附和反应的石英砂，宜用粒径 2mm～10mm 石英砂。
- 4.15 密封检测装置。
- 4.16 配套相应的数据处理软件。

5 样品采集

5.1 采样前准备

5.1.1 检测气路密封性

页岩含气量测试系统、解吸罐和残余气量测试仪，使用前应进行气密性检测，0.3MPa 压力下 2h 保持压力不变。

5.1.2 恒温装置温度设定

在页岩样品装入解吸罐前，应将恒温装置温度调至解吸温度，解吸温度分两个阶段设定，前 3h 解吸温度采用岩心提升过程中的钻井液循环温度，3h 后解吸温度采用地层温度。

5.2 采样原则

5.2.1 采样时间

- 5.2.1.1 从钻遇地层到出心所用的时间宜小于 24h，时间越短越好。

5.2.1.2 所选岩心样品尽快装罐，时间不超过 30min，采样时间应尽量缩短。

5.2.2 样品量

样品量以充满解吸罐为宜，如页岩岩心采取量不足又需要采样测定时，根据现场取心实际情况及设备使用情况进行适当调整，并在备注中说明。

5.3 采样步骤

5.3.1 采样

岩心出筒后，尽快选择并量取样品，剔除杂物并称重。

5.3.2 装样

所采样品按钻遇地层顺序迅速装罐并密封。解吸罐中空隙用填料充填。

5.3.3 记录

采样时，应同时记录以下有关资料：

- a) 地质资料：井号、井位、地层时代、地温梯度、地层温度。
- b) 钻井液资料：钻井液性质、钻井液出口温度。
- c) 时间参数：采样日期、钻遇地层时间、起钻时间、到达井口时间、封罐时间。
- d) 样品资料：原始编号、取心深度、取样深度、取心筒次、解吸罐号、样品质量。
- e) 记录表格：参见 B.1。

6 页岩含气量测试流程

测试人员提前进入现场，安装调试仪器设备，待岩心从取心筒取出，快速选取待测样品，进行解吸气量测试，之后进行残余气量测试，然后进行数据处理，提交测试报告，具体流程如图 1 所示。

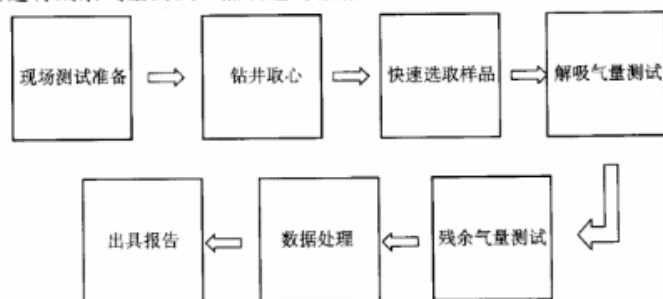


图 1 页岩含气量测试流程图

7 页岩含气量测定方法

7.1 解吸气量测定方法

7.1.1 页岩气解吸

将装有页岩样品并密封好的解吸罐迅速置于已达设定温度的页岩含气量测试系统的恒温装置中，设定温度方法见 5.1.2，用软管将解吸罐与气体计量检测装置连接，开始进行解吸并定时进行气体体

积数据采集，记录环境温度和大气压力数据。

7.1.2 测定时间间隔

样品装罐后，以不大于 5min 间隔测满 1h，然后以不大于 10min 间隔测满 1h，以不大于 15min 间隔测满 1h，以不大于 30min 间隔测满 5h，累计测满 8h。连续解吸 8h 后，每间隔一定时间采集相关数据，直至解吸终止限。

7.1.3 解吸终止限

持续自然解吸到连续 3d 每天解吸量不大于 5cm^3 ，结束解吸测定。

7.2 残余气量测定方法

7.2.1 取解吸后的样品 3 份，每份大于 100g，分别装入残余气量测试仪的密封样品罐中进行粉碎，粉碎后静置 5min 以上。

7.2.2 将气体计量检测装置与残余气量测试仪密封样品罐的管路连接，每间隔 1h 进行一次气体体积数据采集，连续采集 4h，记录气体体积、环境温度、大气压力数据，参见 B.2。

7.2.3 残余气含量取 3 份样品测量结果的平均值。

8 页岩含气量计算

8.1 气体体积换算

自然解吸和残余气测定所得的气体体积应换算到温度 0°C 、压力 101.325kPa 下。换算公式见公式 (1)：

$$V_{\text{sp}} = \frac{273.15 p_m \cdot V_m}{101.325 \times (273.15 + T_m)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{sp} ——标准状态下的气体体积， cm^3 ；

p_m ——大气压力， kPa ；

T_m ——环境温度， $^\circ\text{C}$ ；

V_m ——气体体积， cm^3 。

8.2 解吸气含量计算

解吸气含量计算见公式 (2)：

$$G_{\text{sd}} = V_d / m_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

G_{sd} ——解吸气含量， cm^3/g ；

V_d ——解吸气量， cm^3 ；

m_1 ——样品总质量， g 。

8.3 残余气含量计算

残余气含量计算见公式 (3)：

$$G_{\text{or}} = V_r / m_r \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

G_{or} ——残余气含量, cm^3/g ;

V_r ——残余气量, cm^3 ;

m_r ——残余气样品质量, g 。

8.4 损失气含量计算

8.4.1 损失时间计算

损失时间根据钻遇地层时间和岩心密封时间等确定, 对于清水或泥浆取心, 计算见公式 (4):

$$t_1 = \frac{t_3 - t_2}{2} + (t_4 - t_3) \quad \dots\dots\dots (4)$$

钻井循环介质为泡沫或空气条件下, 计算见公式 (5):

$$t_1 = t_4 - t_3 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

t_1 ——损失时间, h ;

t_2 ——钻遇地层时间, hh : mm : ss ;

t_3 ——起钻时间, hh : mm : ss ;

t_4 ——岩心到达井口时间, hh : mm : ss ;

t_5 ——岩心封罐时间, hh : mm : ss 。

8.4.2 损失气量计算方法

损失气量计算采用 USBM 直接法。以标准状态下累积解吸量为纵坐标, 时间的平方根为横坐标作图。在解吸气量与时间的平方根的图中, 反向延长线与纵坐标轴的截距的绝对值为损失气量, USBM 直接法损失气量计算图参见 C.1 和 C.2。

8.4.3 损失气含量计算

损失气含量计算见公式 (6):

$$G_{\text{sl}} = V_{\text{lost}} / m_t \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

G_{sl} ——损失气含量, cm^3/g ;

V_{lost} ——损失气量, cm^3 。

8.5 页岩含气量计算

页岩含气量计算见公式 (7):

$$G_s = G_{\text{sl}} + G_{\text{st}} + G_{\text{or}} \quad \dots\dots\dots (7)$$

8.6 计算数值精度要求

页岩含气量数据修约到小数点后两位。

9 游离气含量和溶解气含量计算方法

9.1 游离气含量计算

游离气含量计算见公式 (8)：

$$G_{sf} = \frac{\phi(1 - S_w - S_o)}{\rho_b B_g} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

G_{sf} ——游离气含量， cm^3/g ；
 ϕ ——岩石总孔隙度，用百分数表示；
 S_w ——含水饱和度，用百分数表示；
 S_o ——含油饱和度，用百分数表示；
 ρ_b ——岩石视密度， g/cm^3 ；
 B_g ——气体体积系数。

岩石总孔隙度、含水饱和度、含油饱和度的测定参照 SY/T 5336—2006 执行，岩石视密度测定参照 GB/T 6949—2010 执行。

9.2 溶解气含量计算

溶解气含量计算见公式 (9)：

$$G_{sd} = \frac{\phi S_w R_{sw}}{\rho_b B_w} + \frac{\phi S_o R_{so}}{\rho_b B_o} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

G_{sd} ——溶解气含量， cm^3/g ；
 R_{sw} ——地层条件下，甲烷在地层水中的溶解度， m^3/m^3 ；
 R_{so} ——地层条件下，甲烷在油中的溶解度， m^3/m^3 ；
 B_w ——水体积系数；
 B_o ——油体积系数。

9.3 计算数值精度要求

页岩含气量数据修约到小数点后两位。

10 检测报告

检测报告应包括以下要素：

- 解吸气量测定原始记录（参见 B.1）。
- 残余气量测定原始记录（参见 B.2）。
- 页岩含气量测定结果（参见 B.3）。
- USBM 直接法损失气量计算图（参见 C.1 和 C.2）。
- 页岩累积测量气量曲线图（参见 C.3）。
- 相关情况说明。

11 质量评价

11.1 样品采集质量

11.1.1 样品未能按时提心或样品到达井口后，未能在 30min 内装罐密封，应在记录中注明。

11.1.2 如页岩岩心采取率太低，样品量较少时，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。

11.2 测定操作质量

11.2.1 测定过程出现堵塞，或仪器设备发生故障，未能及时处理时，应在报告中说明，并将该样品作为参考样。

11.2.2 测定过程发现错记或漏记，应及时补救并加以说明。

11.3 评价结论

11.3.1 合格样品

如未发现 11.1 和 11.2 中的问题，按规范测定的样品，视为合格样品，页岩含气量测试结果可直接应用。

11.3.2 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，其测值仅作为参考。

11.3.3 测试无效

有严重失误，测值无效。

附录 A

(资料性附录)

页岩含气量测试系统和残余气测试仪

A.1 页岩含气量测试系统

页岩含气量测试系统包括：恒温装置、解吸罐、软管、气体计量检测装置、气体收集装置、气压表、温度计（如图 A.1 所示）。

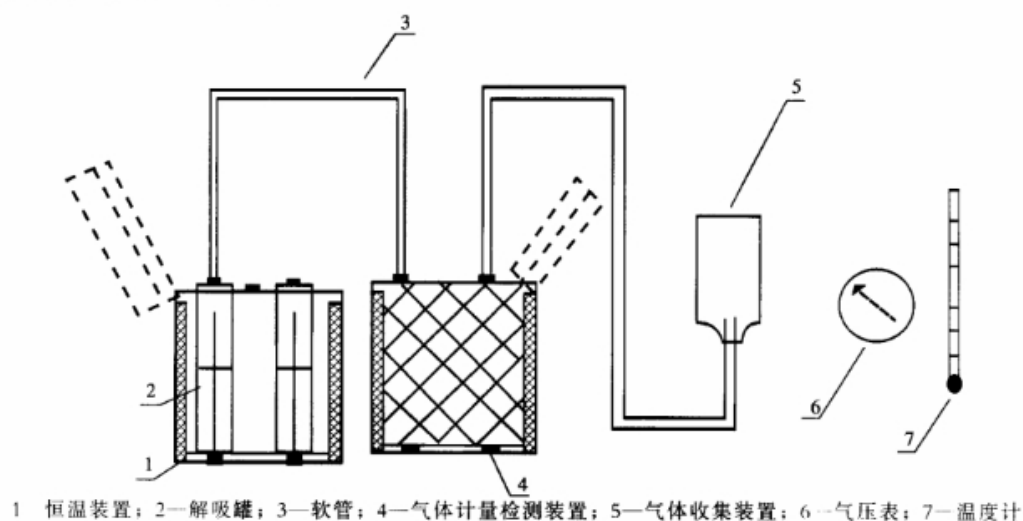


图 A.1 页岩含气量测试系统示意图

A.2 残余气量测试仪

残余气量测试仪主要部件包括：电机、气体计量检测装置、密封样品罐、快速接头、软管、温度计、气压表（如图 A.2 所示）。

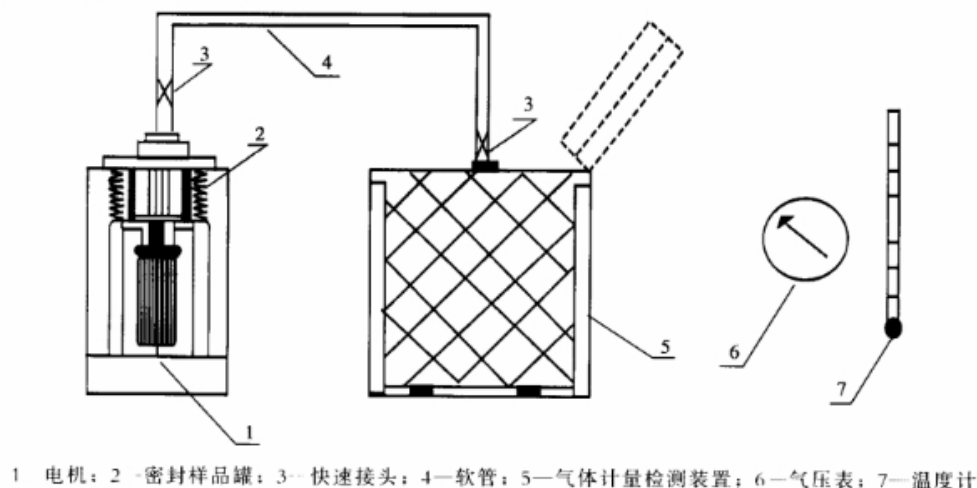


图 A.2 残余气量测试仪示意图

附 录 B
(资料性附录)
检测报告

B.1 解吸气量测定原始记录见表 B.1。

B.2 残余气量测定原始记录见表 B.2。

B.3 页岩含气量测定结果见表 B.3。

表 B.1 解吸气量测定原始记录表

井号/井位		取心深度 m		采样日期 y - m - d	
取心筒次		取样深度 m		层 位	
原始编号		解吸罐号		钻遇地层时间 h: m	
钻井液出口温度 ℃		样品质量 g		起钻时间 h: m	
钻井液性质		地温梯度 ℃/100m		到达井口时间 h: m	
地层温度 ℃		封罐时间 h: m			

日期 y - m - d	时间 h: m	大气压 kPa	环境温度 ℃	解吸温度 ℃	初始体积 cm ³	终止体积 cm ³	计量体积 cm ³

检测人:

复核人:

表 B.2 残余气量测定原始记录表

井号_____

原始编号_____

第一份样品测定：样品质量 (g)_____

测定日期 y-m-d	测定时间 h:m	间隔时间 min	读数		气体体积 cm ³	环境温度 ℃	大气压 kPa	备注
			起始	终止				
		60						
		60						
		60						
		60						

第二份样品测定：样品质量 (g)_____

测定日期 y-m-d	测定时间 h:m	间隔时间 min	读数		气体体积 cm ³	环境温度 ℃	大气压 kPa	备注
			起始	终止				
		60						
		60						
		60						
		60						

第三份样品测定：样品质量 (g)_____

测定日期 y-m-d	测定时间 h:m	间隔时间 min	读数		气体体积 cm ³	环境温度 ℃	大气压 kPa	备注
			起始	终止				
		60						
		60						
		60						
		60						

检测人：

复核人：

表 B.3 页岩含气量测定结果表

序号	原始编号	取样深度 m	质量 g	解吸 ¹ 气含量 cm ³ /g	残余 ² 气含量 cm ³ /g	损失 ³ 气含量 cm ³ /g	页岩含气量 cm ³ /g

检测人：

复核人：

附录 C
(资料性附录)

USBM 直接法损失气量计算图和页岩累积测量气量曲线图

C.1 USBM 直接法损失气量计算图 (直线回归方法) 如图 C.1 所示。

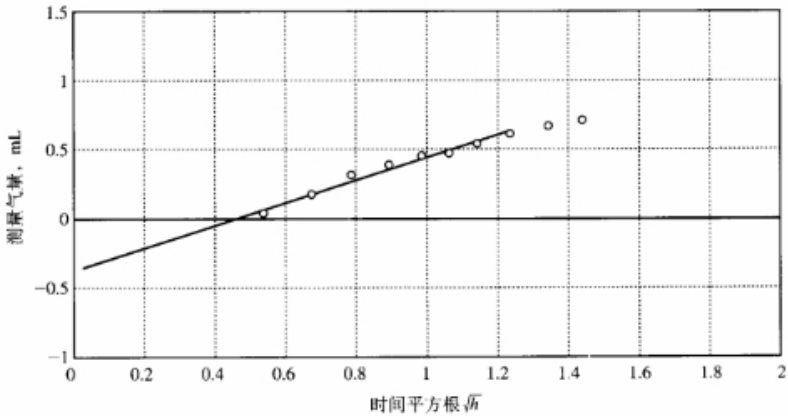


图 C.1 ××井××层××样品 USBM 直接法损失气量计算图

C.2 USBM 直接法损失气量计算图 (曲线回归方法) 如图 C.2 所示。

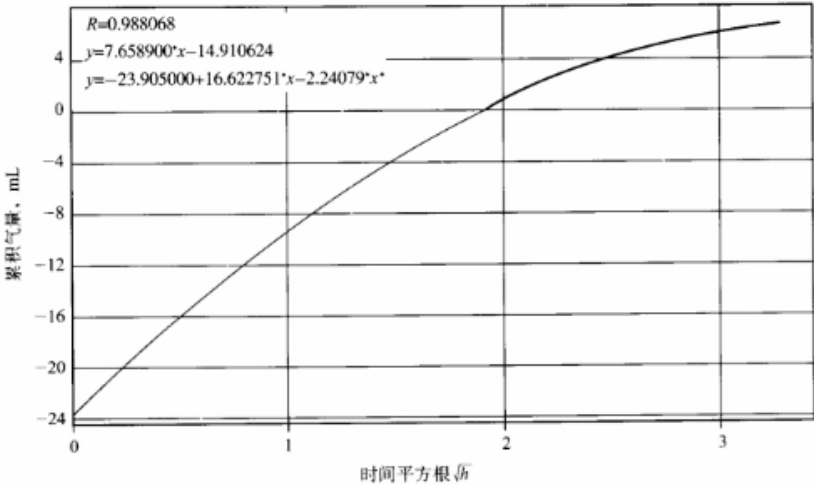


图 C.2 ××井××层××样品 USBM 直接法损失气量计算图

C.3 页岩累积测量气量曲线图如图 C.3 所示。

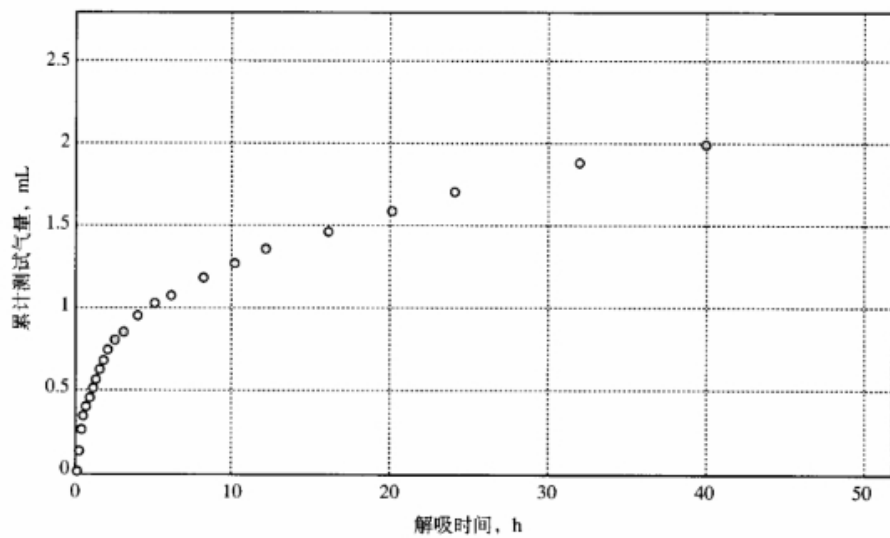


图 C.3 ××井××层××样品累积测量气量曲线图

参 考 文 献

- [1] GB/T 19559—2008 煤层气含量测定方法
-