

# 煤层气等温吸附测试技术研究

张明波

(山西省地质矿产研究院,太原 030001)

**摘要:**为了解决目前现有等温吸附仪器样品缸在试验过程中煤粒容易带入气路,造成系统污染,甚至造成气路堵塞,影响测试准度等问题,提出了对等温吸附样品缸及实验方法的改进方案。实验结果表明,该方案能有效提高等温吸附实验效率和准确度,过滤系统可拆卸,避免气路污染,易于清理,节约资源,对煤层等温吸附准确测试和煤层气研究评价、开发利用有重要意义。

**关键词:**等温吸附样品缸;样品损失;系统污染;过滤层;测试精度

中图分类号:TD712

文献标识码:A

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



## Isothermal Adsorption Test Technology of Coalbed Methane

ZHANG Mingbo

(Shanxi Institute of Geology and Mineral Resources, Taiyuan 030001, China)

**Abstract:** In the test of the sample cylinder of existing isothermal adsorption instrument, coal particles are easily brought into air channels, causing system contamination and blockage of the the air channels, as well as affecting the test precision. To solve the issues, this paper proposed an improved plan for the isothermal adsorption sample cylinder and experimental methods. Experimental results show that the method can effectively improve the efficiency and accuracy of the isothermal adsorption experiment. The filter system is detachable, which could avoid air channel contamination, be easy to clean, and save resources. It is of great significance for the accurate test on the coal seam isotherm adsorption and for the evaluation, development, and utilization of coalbed methane.

**Key words:** isothermal adsorption sample cylinder; sample loss; system contamination; filter layer; test precision

等温吸附是一种计算煤层气储量的关键性参数,也是煤层气是否具有开采价值及设计开采方案的重要指标之一。目前,等温吸附曲线测试通常采用体积法和质量法测试。体积法是最常用的方法,GB/T 19560-2008 国标规定<sup>[1]</sup>,体积法测试煤的等温吸附试验方法是将达到平衡水分的煤样样品(60~80目煤粒),置于密封罐中,在储层温度下,采用不同压力测定达到吸附平衡时煤粒吸附甲烷等试验气体的体积;然后根据 Langmuir 单分子层吸附理论,计算求出表征煤对甲烷等试验气体吸附量及吸附常数的曲线<sup>[2-3]</sup>;但在试验的过程中需要用到试验样品缸,现有的样品缸在试验过程中煤粒容易带入气路,

造成系统污染,煤粒在高压充放气过程易进一步破碎,造成气路堵塞,电磁阀关闭不严,煤粒带入系统造成煤样损失,所测吸附量偏低,影响测试准度。本文就采用美国 TerraTek 等温吸附仪测试过程中存在的问题进行探讨和改进,对于提高测试工作效率、测试精度,提高测试成功率,准确获取储层含气量参数,从而科学指导我国煤层气勘查与开发具有重要意义。

## 1 高压等温吸附试验样品缸工作原理

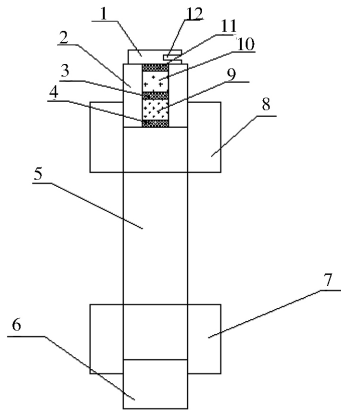
### 1.1 高压等温吸附试验样品缸结构

改进的高压等温吸附缸包括通气盖、缸盖、100目滤网、80目滤网、缸体、缸底、底部固定环、顶部固

\* 收稿日期:2020-03-17

作者简介:张明波(1974—),女,山东菏泽人,本科,工程师,从事煤层气测试工作,E-mail:zmbjys@126.com。

定环、二级石英砂过滤层、一级石英砂过滤层、120目滤网、通气孔。新研制的高压等温吸附样品缸结构如图1所示。



1—通气盖;2—缸盖;3—滤网(100目);4—滤网(80目);5—缸体;  
6—缸底;7—底部固定环;8—顶部固定环;9—二级石英砂过滤层;  
10—一级石英砂过滤层;11—滤网(120目);12—通气孔  
图1 新研制的高压等温吸附样品缸

Fig. 1 New high-pressure isothermal adsorption sample cylinder

## 1.2 试验方法及原理

使用该高压等温吸附试验样品缸时,装有60~80目煤样的样品缸需用氦气清洗缸体。清洗时氦气从气路口分别通过120目滤网、二级石英砂、100目滤网、一级过滤石英砂、80目过滤网,最后进入缸体。清洗后,废气逆过程排出,用氦气重复标定缸体4次,以确定样品缸的体积和煤样的密度。每次标定气体,按上述程序气体进入和排出。试验过程中还需用高纯甲烷清洗基准缸,然后充气大于预估平衡压力后,打开基准缸和样品缸的阀门,使气体进入样品缸,使之压力相等后关闭阀门,监测压力随时间变化直至达到平衡。整个试验压力平衡点从1 MPa到大于储层压力,当储层压力小于8 MPa时最少需做6个测点;大于8 MPa时,测点更多。每个点气体从基准缸到样品缸充气,排出时都要按上述步骤进行。通过采用该方法,样品缸有效避免样品损失、系统污染,提高了测试精度。

## 2 等温吸附应用

QSZ井位于山西省沁水煤田中部,是一口煤层气参数井,该井15<sup>#</sup>煤层的煤层深度为1 760.88~1 761.18 m,储层温度50.5℃。利用等温吸附实验求取该15<sup>#</sup>煤层的Langmuir体积( $V_L$ )和Langmuir压力( $p_L$ )。

### 2.1 基础测试分析

称取60~80目样品78.62 g,放进装有饱和

$K_2SO_4$ 溶液的真空干燥器中,在温度30℃、相对湿度为96%~97%的环境下平衡<sup>[4]</sup>。测试平衡水并对样品进行工业分析测试<sup>[5]</sup>,试验结果如表1所示。

表1 样品工业分析及平衡水分析数据  
Table 1 Industrial analysis and equilibrium water analysis data of the samples

样品编号	水分含量 Mad/%	灰分产率 Ad/%	挥发分产率 Vdaf/%	平衡水 Me/%
QSZ井-15 <sup>#</sup>	1.20	36.98	15.03	2.66

### 2.2 等温吸附测试

煤样预处理好后,样品装入自主研制的等温吸附样品缸,设置温度50.5℃,采用美国TerraTek等温吸附仪分别在压力点0.695 5, 2.189 2, 3.525 5, 5.028 8, 6.355 4, 8.558 0, 10.454 9 MPa进行测试。测试步骤如下。

1) 测试煤样的真实体积和密度。在油浴温度达到50.5℃实验要求,并确定系统密封不漏气时,关闭参考缸和新研制的样品缸阀门,向参考缸中充氦气至压力2.75 MPa。然后打开阀门让参考缸、样品缸平衡。记录平衡前后压力、温度值(此过程需重复试验4次),通过真实气体状态方程计算煤样真实体积和密度。再通过煤样的体积,计算出样品缸的自由空间体积。

2) 等温吸附实验测试。依次向参考缸充甲烷气体,压力为计算出的目标压力,启动等温吸附实验程序。打开样品缸阀门,记录不同时间的压力与温度。前300 s每秒采集1次数据,以后每1分钟采集1次数据,直到达到吸附平衡。第一个压力点完成后,程序关闭阀门,继续往参考缸中充气,达到计算出的第二个目标压力,程序自动启动,在60 s时打开阀门让两缸平衡<sup>[6]</sup>。平衡后重复以上过程,直至最后一个压力点实验结束(此过程需测试7个压力点)。

### 2.3 结果与讨论

利用改进后的等温吸附仪器测得的实验结果如表2所示。

表2 等温吸附实验数据  
Table 2 Isothermal adsorption experimental data

压力 $p/\text{MPa}$	空气干燥基		干燥无灰基	
	吸附量 $V/(\text{mL} \cdot \text{g}^{-1})$	$p/V$	吸附量 $V/(\text{mL} \cdot \text{g}^{-1})$	$p/V$
0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0
0.695 5	6.703 8	0.100 3	8.233 6	0.081 7
2.182 9	13.398 1	0.162 7	16.455 6	0.132 5
3.525 5	17.346 9	0.206 1	21.305 5	0.167 8
5.022 8	20.095 3	0.245 4	24.681 1	0.199 8
6.355 4	22.337 7	0.287 8	27.435 3	0.234 3
8.558 0	24.489 2	0.348 8	30.077 7	0.284 0
10.454 9	26.034 9	0.406 4	31.976 1	0.330 9

实验结果可用 Langmuir 方程进行拟合,利用 Langmuir 方程计算兰氏压力及兰氏体积:

$$V = V_L \times p / (p_L + p).$$

式中: $p$  为气体压力,MPa; $V$  为在压力  $p$  下煤层吸附量,  $m^3/g$ ;  $V_L$  为 Langmuir 体积,  $m^3/g$ ;  $p_L$  为 Langmuir 压力,MPa。求出测试压力及该压力对应的吸附量间的比值 ( $p/V$ ),绘出压力  $p$  与  $p/V$  之间的关系图,见图 2。对这些点进行线性回归,利用最小二乘法求出直线方程及相关系数。

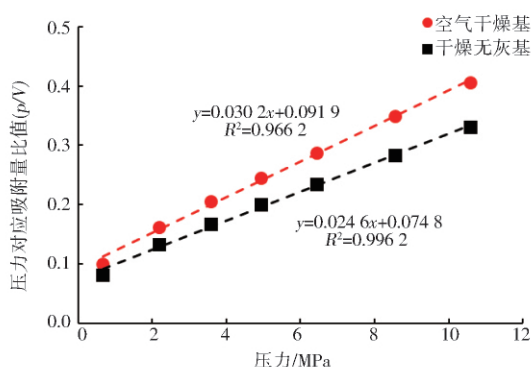


图 2  $p$  与  $p/V$  之间的线性回归图  
Fig. 2 Linear regression of  $p$  and  $p/V$

根据直线斜率 ( $A$ ) 和截距 ( $B$ ), 求出 Langmuir 体积 ( $V_L$ ) 为:  $V_L = 1/A$ ; Langmuir 压力 ( $p_L$ ) 为:  $p_L = B/A$ 。等温吸附实验测试结果如表 3 所示。

表 3 等温吸附实验测试结果

Table 3 Isothermal adsorption experiment results

实验参数	$V_L / (cm^3 \cdot g^{-1})$	$p_L / MPa$	$R^2$
空气干燥基	33.11	3.04	0.9962
干燥无灰基	40.65	3.04	0.9962

以测试压力和对应吸附体积绘制的等温吸附曲线见图 3。

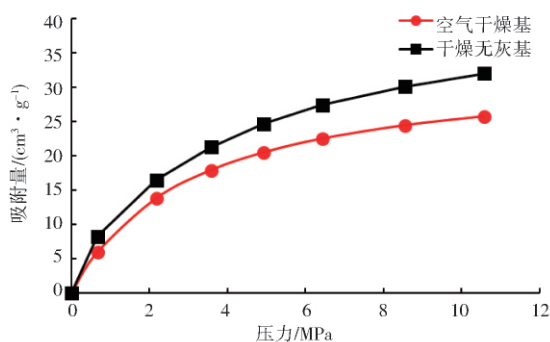


图 3 等温吸附曲线图  
Fig. 3 Isothermal adsorption curves

由于煤层非均质性强,现场采集的样品采用空气干燥基计算测试结果,易受矿物非均质性的影响,很难代表区域煤层含气量;干燥无灰基剔除了矿物含量对测试结果的影响(图 2),国标规定等温吸附测试结果分别采用空气干燥基和干燥无灰基计算兰氏压力及兰氏体积,使测试结果更有利于煤层气开发评价。

通过统计等温吸附仪器改进前测得的实验结果,沁水煤田 102 层煤层约有 15% 的等温吸附实验结果线性相关系数小于 0.9,最小的线性相关系数仅为 0.68。这主要包含以下两点原因,一是改进前等温吸附仪器由于无过滤缓存系统,煤粒容易带入气路,造成煤样损失,测试结果吸附量偏低,影响测试准度;二是煤粒在高压充放气过程中进一步破碎,造成气路堵塞,电磁阀关闭不严,使所测等温吸附曲线线性系数相关性不理想。

采用改进后的等温吸附解吸仪器对同一研究区样品进行实验,研究区 85 层煤层的等温吸附测试结果表明,其样品线性相关系数均大于 0.99, QSZ 井样品线性相关系数可高达 0.9962(图 2),部分样品的相关系数最高可达 0.999。以图 3 测试压力 and 对应吸附体积绘制等温吸附曲线看,测点离散率低,曲线光滑。实验表明,改进后的等温吸附缸有效解决了实际测试过程效率低和准确度差等难题。

### 3 结论

1) 采用改进后的等温吸附解吸仪器测试,在煤的高压等温吸附试验充放气过程中通过石英砂缓冲,煤粒不易破碎,保证试验测试质量,避免气路污染,且石英砂惰性不吸附,不会影响测试结果,极大地减少了样品的返工率。

2) 改进后的试验装置,高压充气时在两层石英砂的缓冲下,煤粒的破碎比例极大降低;样品缸反向放气时,使用三层过滤网和两层石英砂过滤,煤粒即使破碎也会被挡在过滤系统内,不会因系统气路污染,煤粒损失造成测试结果偏低,极大提高了煤层气等温吸附测试的准确度和测试效率,消除了误差,所测等温吸附相关系数均在 0.99 以上。

3) 此等温吸附试验缸的改进发明,不仅提高了等温吸附参数测试精度,更有效地解决煤粉因高压破碎污染气路需频繁更换电磁阀的问题,还极大地降低了等温吸附仪清洗气路、系统维护的成本。

**参考文献:**

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 19560-2008 煤的高压等温吸附试验方法[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [2] 苏现波,陈江峰,孙俊民,等. 煤层气地质学与勘探开发[M]. 北京:科学出版社,2001.
- [3] 周胜国,郭淑敏. 煤储层吸附/解吸等温曲线测试技术[J]. 石油实验地质,1999(1):76-80.  
ZHOU Shengguo, GUO Shumin. Testing Technology of Adsorption/Desorption Isothermal Curves for Coal Reservoir[J]. Petroleum Geology Experiment, 1999(1):76-80.
- [4] 国家安全生产监督管理总局,煤炭科学研究总院西安研究院. MT/T 1157-2011 煤的等温吸附试验中平衡水分的测定方法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 212-2008 煤的工业分析方法[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [6] 张政,秦勇, WANG GuoXiong, 等. 基于等温吸附实验的煤层气解吸阶段数值描述[J]. 中国科学, 2013, 43(8): 1352-1358.  
ZHANG Z, QIN Y, WANG G X, et al. Numerical Description of Coalbed Methane Desorption Stages Based on Isothermal Adsorption experiment[J]. Science China, 2013, 43(8): 1352-1358.

(编辑:樊 敏)

(上接第 82 页)

著,说明对巷道淋水的充水水源和通道判断准确,防治方案可行。

**6 结论**

- 1)通过对阻隔水煤柱的可靠性进行计算,并通过瞬变物探进行验证,认为阻隔水煤柱安全可靠。
- 2)通过现场勘查和水文地质调查,结合顶板淋

水特征,查明了顶板淋水的充水水源和充水通道为构造发育带,如向斜轴部和顶板裂隙发育带。

3)针对顶板长期受水冲刷、浸泡,顶板发生软化的情况,制定了先金属和点柱复合支护,再注浆加固关键层的方案,治理效果显著。

以上的分析方法和施工方案为同类地质和水文条件下的顶板淋水防治方案提供了借鉴。

**参考文献:**

- [1] 国家煤矿安全监察局. 煤矿防治水细则[M]. 徐州:中国矿业大学出版社,2019.
- [2] 武强. 煤矿防治水手册[M]. 北京:煤炭工业出版社,2013.
- [3] 刘树才. 煤矿水文物探技术与应用[M]. 徐州:中国矿业大学出版社,2005.
- [4] 姚强岭. 泥岩顶板巷道遇水冒顶机理与支护对策分析[J]. 采矿与安全工程学报, 2011, 28(1): 28-33.  
YAO Qiangling, Supporting Countermeasures and Roof Falling Mechanism Reacting with Water in Mudstone Roof Roadway [J]. Journal of Mining & Safety Engineering, 2011, 28(1): 28-33.
- [5] 许兴亮,张农. 富水条件下软岩巷道变形特征与过程控制研究[J]. 中国矿业大学学报, 2007, 36(3): 298-302.  
XU Xingliang, ZHANG Nong, Study of Control Process Deformation Behavior and of Soft Rock Drift Under Rich Water Condition [J]. Journal of China University of Mining & Technology, 2007, 36(3): 298-302.

(编辑:樊 敏)