煤矿油型气检验检测标准

## 1 范围

本文件规定了煤矿油型气的术语和定义、样品采集、运输与保存、检验检测项目与技术要求、检验检测方法、检验检测结果的计算、表示与判定、质量保证与质量控制以及安全技术要求等内容。

本文件适用于黄陇侏罗纪煤田各矿区、鄂尔多斯盆地东缘、准噶尔盆地南缘及其他地质条件类似的煤油气共生矿区(以下简称”煤矿”)中，赋存于预定开采煤层顶板、底板、采空区、断裂构造或邻近岩层中的油型气的检验检测工作。

本文件旨在为煤矿油型气的地质赋存规律研究、灾害风险评估与预警、防治措施设计与效果评价、抽采利用方案制定以及保障煤矿安全生产提供技术依据。

本文件不完全适用于纯煤层气(主要由生物成因或低成熟度热成因甲烷构成)或常规油气藏天然气的检验检测，不适用于页岩气、致密砂岩气等非常规天然气藏的气体检测，应注意其与油型气的鉴别。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单，但不包括勘误的内容)适用于本文件。

* GB/T1.1-—2020标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则
* GB/T13610-2020天然气的组成分析气相色谱法
* GB/T 28727-2023《气体分析 色谱法》
* GB/T 37847-2019《同位素比值质谱法》
* GB/T23250-2009煤层瓦斯含量井下直接测定方法
* AQ/T1047-2007煤矿井下煤层瓦斯压力的直接测定方法
* GB/T30732-2014煤的工业分析方法-仪器法
* GB/T23561.12-2010 煤和岩石物理力学性质测定方法第12部分：煤的坚固性系数测定方法
* AQ1080-2009煤的瓦斯放散初速度指标(△p)测定方法
* GB50471-2022《煤矿瓦斯抽采工程设计标准》
* GB50471-2018煤矿瓦斯抽采工程设计标准
* AQ 1079-2022《煤矿井下危险场所电气安全规范》
* GB50019-2015工业建筑供暖通风与空气调节设计规范(注：原标准中为GB50019-2015，实际应指采暖通风与空气调节设计规范或相关实验室通风标准)
* GB/T13609-2017天然气取样导则
* ISO/IEC 17025检测和校准实验室能力的通用要求(或其等同采用的国家标准GB/T27025)
* JJF 1059.1测量不确定度评定与表示
* GB/T7714文后参考文献著录规则
* AQ1029煤矿安全监控系统及检测仪器使用管理规范
* MT/T423空气中甲烷校准气体技术条件
* GB12358作业场所环境气体检测报警仪通用技术要求
* GBZ2.1工作场所有害因素职业接触限值第1部分：化学有害因素
* GB/T44583重要产品追溯 追溯码编码规范
* (其他在正文中明确引用的标准)

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1.油型气(Oil-type Gas)

指主要由腐泥型和混合型有机干酪根在热力作用下生成，或由原油及其凝析油在较高成熟阶段发生热裂解作用形成的天然气。其主要组分除甲烷外，常含有较高浓度的乙烷、丙烷、丁烷等重烃组分。油型气通常赋存于煤层顶底板的砂岩、裂隙发育带等储集空间中，具有爆炸危险性。其关键地球化学判别指标之一是烷烃气碳同位素特征，通常以甲烷碳同位素81C(CH4)值分布在-58‰-30‰范围(主要分布范围为-40‰-35‰)，且乙烷碳同位素δ13C(C2H6)值小于-29%(VPDB)作为与煤成气(主要为热成因干气或生物成因气)的主要鉴别界限。

### 3.2.油型气含量(Oil-type Gas Content)

单位体积或单位质量储集层(岩石或煤)中所含有的油型气的体积(标准状况下)。是衡量油型气资源丰度和储量大小的重要指标。 以单位体积储集层表示时，计算公式如下：

 

式中：

W—储集层油型气含量，单位为立方米每立方米(m³/m³)；

π—储集层的有效孔隙率，无量纲(或以m³/m³表示孔隙体积与总体积之比)；

p—油型气在储集层中的绝对压力， 单位为兆帕(MPa)；

T0—标准状况下的绝对温度，取273.15K；

p0—标准状况下的绝对压力，取0.101325MPa；

S—储集层中油型气的饱和度，即油型气占据孔隙体积的百分数，无量纲(或以小数表示)；

T—储集层油型气的绝对温度，单位为开尔文(K)；

ξ—油型气在该储集层温度、压力条件下的压缩系数(亦称偏差因子Z)，无量纲。

### 3.3.油型气压力(Oil-type Gas Pressure)

油型气在其赋存的储集层中所具有的流体压力。是评价油型气潜在运移能力、涌出危险性以及初步估算油型气储量的重要参数。

### 3.4.烷烃气碳同位素(Alkane Gas Carbon Isotope)

指天然气中甲烷、乙烷、丙烷等烷烃组分所含碳元素的稳定同位素(主要是13C和12C)的相对丰度比值，通常以相对于国际标准物质VPDB(Vienna Pee Dee Belemnite) 的千分差δ13C(‰)表示。烷烃气碳同位素组成主要受控于天然气的母质类型、热成熟度及形成后的次生作用，是判别各类天然气成因(如生物成因、油型成因、煤型成因)最有效且常用的地球化学指标之一。

### 3.5.重烃(Heavy Hydrocarbons)

油型气中除甲烷(CH4)以外的烃类组分的总称，主要指乙烷(C2H6) 、丙烷(C3H8)、丁烷(C4H10)至C5H12的链状烃类，不包括环烷烃的气态或液态烃类(通常指C2+或C3+组分)。重烃含量是区分油型气与煤成干气的重要标志之一。

### 3.6.油型气储集层(Oil-type Gas Reservoir)

指在煤系地层中能够储存和产出油型气的地质体，通常是具有一定孔隙度和渗透性的岩层，具备封闭性盖层、孔隙度＞5%、渗透率＞0.1mD的砂岩或灰岩层，如煤层顶底板的砂岩、砂砾岩、裂隙发育的致密岩石，以及与油气运移通道(如断层、不整合面)连通的有利储集空间。

### 3.7.油型气爆炸极限(Explosion Limits of Oil-type Gas)

指油型气与空气(或氧气)的混合物，在标准试验条件下(通常为常温常压)，遇点火源能够发生爆炸的浓度范围。该范围由爆炸下限(Lower Explosion Limit， LEL) 和爆炸上限(Upper Explosion Limit， UEL) 界定， 通常以体积百分比(%vol)表示。油型气因其含有重烃，其爆炸极限范围往往比纯甲烷更宽，爆炸下限更低。受温度、压力及惰性气体掺杂比例影响，爆炸极限范围动态变化。

## 4样品采集、运输与保存

本章节详细规定了煤矿油型气样品的采集、运输与保存要求，旨在确保所采集样品的代表性、完整性和原始信息的准确性，为后续的实验室分析提供合格样品。

### 4.1.样品采集

#### **4.1.1采样点布设原则**

油型气采样点的布设应遵循以下原则：

代表性原则：采样点应能有效代表所研究区域或层位的油型气赋存特征。应考虑地质构造(断层、褶皱)、岩性岩相变化、煤层及顶底板岩层结构、水文地质条件、采掘活动影响等多种因素，在不同构造位置、不同储集层类型、不同采掘扰动阶段布设采样点。对于多层含油气煤田，应考虑分层、分段采样。

关键性原则：优先选择油型气显示异常点(如钻孔、巷道壁面有油气渗出、气泡、异味等)、瓦斯异常涌出区域、已知或预测的油型气富集区、主要导气构造带(如断裂带、裂隙发育区)、采掘工作面及其超前区域和影响区域、抽采钻孔等关键位置。

安全性原则：所有采样作业必须在确保人员、设备和矿井安全的前提下进行。采样点应选择在瓦斯浓度、CO浓度等环境参数符合《煤矿安全规程》规定的安全区域，并采取必要的安全防护措施。

系统性原则：采样点布设应有系统规划，满足不同使用目的(如区域评价、灾害预警、抽采设计)对数据点密度和分布的要求。例如，在采掘工作面，可沿巷道按一定间距布设监测点；在进行区域勘查时，可结合钻探工程统一部署。

#### **4.1.2采样方法与设备**

油型气的采样方法主要分为自动采样和人工采样两类。

##### 4.1.2.1自动采样

自动采样适用于需要对特定地点进行长期、连续或定时监测的场景。

（1）油型气监测监控设备：

1）井下巷道智慧巡检机器人：应配备高精度气体传感器(如CH4、特定重烃传感器或CO、O2、H2S及总烃)、环境参数传感器(温湿度、压力)、高清摄像头、红外热像仪、语音通讯系统等。具备自主导航、定点监测、数据实时传输(通过矿用无线网络)至地面监控平台的功能，支持24小时不间断工作。

2）固定式多参数检测装置：可采用激光吸收光谱(如TDLAS)原理与其他技术相结合的方式检测甲烷和综合气体参数，以实现对油型气的初步识别和区分。数据通过工业环网实时回传至检测平台。条件允许时，可在井下部署小型化、自动化的在线气相色谱仪或其他分析仪器，直接在井下对油型气组分进行高精度分析。应具备防爆认证。

3）巷道内自动化在线采样与分析系统：在油型气超限时建议布置井下巷道气样自动采集装置，在井下小范围内移动进行气样采集、存储。支持72小时不间断工作。

（2）钻孔内自动化监测点采样流程与技术要求：

1）布点原则：采掘工作面沿巷道每50m设置1个采样点，巷道交叉点、断层破碎带、地质构造异常区等关键位置加密布点(如每10-20m)。

2）采样深度(针对钻孔采样)：一般在煤层顶板砂岩储层下方1-2m处，或底板砂岩储层上方0.5-1m处，具体深度应根据地质资料和油型气赋存层位确定。

3）设备安装与调试：自动采样装置安装后需进行严格的气密性测试(如压力0.5MPa，保压30分钟，压力降≤1%或泄漏率<规定值)。采样模式可设置为定时采样(如每1-2小时1次)和/或触发式采样(如CH4和其他特征气体浓度达到预警阈值时启动)。

（3）数据传输与就地分析：

优先采用光纤环网或矿用5G等高速网络传输数据。并在矿井现场就地部署气体分析显示装置，采用边缘计算设备对气体浓度、压力等传感器数据进行实时预处理、分析、就地显示和异常报警，降低网络延迟，提高响应速度。

##### 4.1.2.2人工采样

人工采样适用于特定目的的调查、验证性取样或自动监测系统未覆盖的区域。

（1）前期准备：

根据采样目的和待测项目，准备合适的采样容器(如：特制气袋、采样钢瓶、注射器等)，检查其清洁度、气密性和有效期。采样钢瓶应进行预处理(如：加热真空、高纯惰性气体置换数次)。

准备必要的采样辅助设备，如采样探针、连接管路(材质为聚四氟乙烯或不锈钢)、减压阀、流量计、便携式多参数气体检测仪、测压装置等。

查阅相关井位资料、地质构造图、采掘工程平面图、通风系统图等。

配备齐全的个人防护装备，包括但不限于防爆型便携式气体检测仪、自救器、安全帽、矿灯、防静电工作服、绝缘靴、防护手套、护目镜、以及针对特定有毒气体(如H2S)的呼吸防护用品。

（2）现场勘查与操作：

到达预定采样点后，首先使用便携式气体检测仪对周边环境气体(特别是CH4、CO、O2、H2S)进行检测，确认安全条件。观察地质情况、生产状况、气体逸出特征。

钻孔气采样：对于未安装自动采样装置的钻孔，可连接专用取样阀和管路。若压力较高，需通过减压阀缓慢降压后采集。采样前应充分置换(吹扫)取样管路和容器(用待采气体置换3-5倍容器体积或直至气体参数稳定)。

巷道环境气采样：在能代表该环境气体平均状况的位置进行。如需采集特定逸出点气体，应尽量靠近逸出源。

抽采管路气采样：在管路上预设的取样阀处进行。采样前应确保管路内气流稳定，并充分置换取样管路和容器。

样品容器选择：

气袋：适用于低压气体采样，常用材质有聚氟乙烯、铝塑复合膜等。应选用带有惰性阀门的气袋。不适用于含硫化氢等易被吸附或反应的组分的长期保存。

采样钢瓶：适用于高压气体或需要长期保存、精确分析的样品(如用于同位素分析、微量组分分析)。材质可选不锈钢、特殊涂层铝合金等。采样时可采用真空法或置换法。

注射器：仅适用于现场快速、少量取样后立即分析，不宜用于样品运输和保存。

#### **4.1.3采样量与频次**

采样量：根据实验室分析方法和待测组分数量确定。一般情况下，常规组分分析(GC)气袋采样量不少于1L，钢瓶采样压力和体积应满足分析需求；同位素分析和微量组分分析可能需要更大采样量或专用采样容器。

采样频次：

常规监测：对于生产矿井，应制定定期采样计划。例如，对重点区域或关键抽采钻孔，每周或每半月进行一次全面组分分析。在开采新区域、揭露新断层或地质条件发生显著变化时，应增加采样频次。

特殊情况监测：当采掘工作面出现瓦斯或油型气异常涌出、压力异常、浓度突增等情况时，必须立即组织采样分析。在进行油型气抽采工艺试验或效果评估过程中，应根据需要进行加密采样。

#### **4.1.4采样记录**

每次采样均应详细、准确、清晰地填写采样记录单(推荐采用电子化记录)。记录单至少应包含以下信息：

样品唯一编号(与样品标识一致)

采样项目名称/任务来源

采样单位和采样人员(应至少两人)

采样地点：煤矿名称、采区、工作面、巷道名称及具体桩号或坐标，钻孔编号及深度/层位。

采样日期和具体时间(精确到分钟)

采样方法：自动采样(注明设备型号)或人工采样。

采样设备与容器：采样器型号、采样管材质、容器类型(气袋/钢瓶)、规格、编号、预处理情况。

样品基质：如钻孔气、巷道环境气、抽采管路气、岩石样品(用于逸出气或吸附气测定)等。

现场环境参数：大气压力、环境温度、相对湿度；若为钻孔或管路取样，还应记录气体压力、温度(若可测)、流量(若可测)。

现场情况描述：有无异常气味、颜色；气体是连续涌出还是间歇性涌出；有无油迹、水汽；周边是否有爆破、放顶、注水等作业活动；天气状况(对于地表采样或受地表影响的采样点)。

其他备注信息：如采样过程中的特殊情况、偏离标准程序的操作等。

采样记录单应由采样人员和现场负责人(若有)共同签字确认。原始记录应妥善保存，作为样品分析和结果解释的重要依据。

### 4.2.样品标识与封装

所有样品容器在采样后应立即进行清晰、牢固、防水、耐磨的标识。样品标签上至少应注明：样品唯一编号、采样地点、采样日期和时间、样品类型、样品追溯码。

样品追溯码，采用UUID或QR码格式，追溯码需关联采样编号、时间、地点、方法（自动/人工）检测项目及优先级等信息，确保唯一性与可追溯性。追溯码通过平台自动生成，打印防水、耐磨标签（如PET材质）或RFID标签，粘贴于样品容器外侧。

样品封装应确保气密性，防止样品泄漏、损失或受到外界环境污染((如空气混入、水分凝结)。

气袋采样后，应立即关闭阀门，并检查有无漏气。

采样钢瓶在充满样品至规定压力后，应关闭瓶阀，并用盲堵或保护帽封好阀口。

对于需要分析活性组分(如H2S、不饱和烃)或进行同位素分析的样品，应使用特制惰性化处理的采样容器，并考虑避光保存。

### 4.3.样品运输与保存

样品在运输过程中应采取减震、防冲击措施，避免剧烈颠簸和碰撞。

运输和保存过程中应避免样品暴露于极端温度(过高或过低)、阳光直射、强电磁场或化学腐蚀性环境中。

运输过程中应基于样品追溯码进行信息化管理。

运输前：

采样人员通过手持终端（如PDA）扫描追溯码，录入样品状态（如封装完整性、压力值）、运输路线规划（如井下运输路径、地面物流方式）、环境参数（如温度、压力），并提交至油型气检验信息化协同平台备案。

运输中（此项功能待定）：

采用北斗/GPS定位+区块链技术，实时记录运输工具位置、温湿度环境参数（如温度＞40℃或＜-10℃时自动报警），数据与追溯码绑定存储；

若为高压钢瓶运输，通过压力传感器实时监测容器压力，若发生异常（如压力骤降＞5%、超温），系统应自动预警并启动应急处置流程。

运输后：

实验室接收样品时，应检查样品标识是否清晰完整、容器是否完好无损、有无泄漏。通过扫码验证追溯码信息，并更新样品状态（如标签是否破损、容器是否泄漏），若信息不一致或超保存期限，系统自动标记为“无效样品”并记录原因。样品检查无误后在平台填写交接记录单，内容包括样品信息、数量、状态、交接双方签名及日期。

样品保存：

接收样品后应尽快送达实验室进行分析。若不能立即分析，应根据样品类型和待测组分特性选择合适的保存条件：

* 一般气体组分分析样品(气袋或钢瓶)：可在室温、避光条件下短期保存(气袋不超过24-48小时，钢瓶可适当延长，具体视组分稳定性而定)。
* 含不稳定组分(如H2S、烯烃)或用于同位素分析的样品：建议低温(如4℃)、避光保存，并尽快分析。

对超过最长保存期限或保存条件不当的样品，不宜进行分析，或分析结果需注明可能存在偏差。

### 4.4.样品标识生成、识别装置

#### **4.4.1打印装置**

##### 4.4.1.1设备类型：

* 条码打印机：用于生成追溯码标签，支持热转印或热敏打印，分辨率≥300dpi，兼容多种标签材质（如PET、铝箔）。
* RFID标签打印机：将样品溯源信息读取和写入RFID标签IC芯片数据，同时将样品溯源信息打印在RFID标签表面。
* RFID标签芯片协议为超高频或高频，超高频RFID打印机的读写协议：EPCC1Gen2，ISO18000-6C，频段：920.625-924.375MHz；高频RFID打印机的读写协议：ISO14443A，ISO15693，频段：13.56MHz。

##### 4.4.1.2软件支持：

* 平台可集成标签设计软件（如Bartender、NiceLabel），可自定义标签模板，关联平台数据库自动填充样品信息。

#### **4.4.2样品标签**

* 标签材质：采用耐化学腐蚀、耐高温的PET或PVC标签；
* 粘合剂：丙烯酸压敏胶或硅胶，适用于金属、塑料等多种表面，确保在20℃~80℃环境下不脱落。

#### **4.4.3追溯码**

追溯码的标识载体可选择二维码或射频识别(RFID)标签等。

追溯码标识载体符合以下要求:

* 当标识载体为二维码时，可采用快速响应矩阵码(QRCode)、汉信码或数据矩阵码(DataMatrix Code)，分别符合GB/T18284、GB/T21049和GB/T41208的规定；
* 当标识载体为射频识别(RFID)标签时，应符合GB/T36364或GB/T36365的规定;
* 在有防伪需求的情况下，应符合GB/T34062的规定。

#### **4.4.4采集录入装置**

##### 4.4.4.1手持终端

* 配备防爆型PDA，支持二维码/RFID扫描、数据实时上传至平台，具备离线存储功能（存储容量≥32GB）。

##### 4.4.4.2固定式激光条码扫描器

* 安装于实验室样品接收台，支持高速自动扫描（如Honeywell Voyager 1250g），可集成称重模块自动关联样品重量数据。

## 5 检验检测项目与技术要求

本章节规定了煤矿油型气的主要检验检测项目及其相关的技术要求或参考限值，旨在为油型气的定性判别、安全风险评估、资源潜力评价及高效利用提供依据。

### 5.1.检验检测项目

煤矿油型气的主要检验检测项目见表1。检测机构应根据委托方的具体需求、样品的来源和特性以及预期的应用目的，选择合适的检测项目组合。

表1煤矿油型气主要检验检测项目

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 检测类别 | 具体项目 | 常用检测方法/依据 | 主要目的 |
| 1 | 常规组分分析 | 饱和烃类：甲烷(CH4)、乙烷(C2H6)、丙烷(C3Hs) 、异丁烷(i-C4H10) 、正丁烷(n-C4H1o)、新戊烷(neo-C5H12) 、异戊烷(i-C5H12) 、正戊烷(n-CsH12)、己烷及以上(C6+) | 气相色谱法(GC-TCD/FID)(参考GB/T13610) | 气体定性定量，资源评价，热值计算，油型气判别 |
| 2 | 不饱和烃类(可选):乙烯(C2H4)、丙烯(C₃H₆)等 | 气相色谱法(GC-FID) | 特定成因指示,评价气体成熟度及裂解程度 |
| 3 | 非烃气体:氮气(N2)、氧气(O2)\*、二氧化碳(CO2)、氢气(H2)、氦气(He)、氩气(Ar) | 气相色谱法(GC-TCD) (参考GB/T 13610) | 气体纯度评估,污染判断,成因分析,安全评估(如O₂含量) |
| 4 | 有害气体分析 | 硫化氢(H2S) 、一氧化碳(CO)、二氧化硫(SO2)、汞(Hg)(可选,视区域地质背景) | 气相色谱法(GC-FPD/TCD/ECD),化学传感器法,原子荧光/吸收光谱法(汞) | 安全风险评估,环境保护,设备腐蚀评估 |
| 5 | 油型气特 | 烷烃气碳同位素:δ¹³C(CH4),δ¹³C(C₂H₆), δ¹³C(C₃H₈)等 | 气相色谱-同位素比值质谱联用法(GC-IRMS) | 油型气成因判别,成熟度评价,气源对比 |
| 6 | 征参数 | 烷烃气氢同位素(可选):δD(CH4)等 | GC-IRMS(需特定配置) | 成因判别辅助,混合气源分析 |
| 7 | 物理 | 密度、相对分子质量、高位/低位发热量、华白数、燃烧势 | 根据组分含量计算(参考GB/T 13610附录) | 资源评价,燃烧特性评估,利用途径选择 |
| 8 | 性质 | 油型气含量(W)、油型气压力(p) | 间接计算法、井下直接测定法 | 储量估算,赋存状态评价,涌出风险评估 |
| 9 | 安全参数 | 爆炸极限(LEL,UEL) 、闪点(针对高含量液相组分) | 标准爆炸测试装置法,标准闪点仪法 | 爆炸风险评估,安全管理 |
| 10 | 储层参数(围岩) | 孔隙度(n) | 气体膨胀法(如KXD-3型仪器) | 储集能力评价 |
| 11 | 渗透率(k) | 气体渗透法(如HK-4型仪器) | 渗流能力评价 |
| 12 | 含气饱和度(S) | 蒸馏法/洗油法后计算(如GL-2型饱和仪) | 油型气在孔隙中占比评估 |
| 13 | 抽采参数 | 油型气钻孔抽采影响半径(r) | 示踪气体法 | 抽采方案设计与优化 |

### 5.2.技术要求参考限值

油型气的关键参数技术要求或参考限值见表2。这些限值主要用于油型气的初步判别、安全风险评估和资源利用潜力的基本判断，具体应用时应结合矿井地质条件、开采技术和相关安全法规综合考虑。

表2油型气关键参数技术要求/参考限值

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 参数类别 | 检测项目 | 技术要求/参考限值 | 依据/备注 |
| 油型气判别 | 乙烷碳同位素δ¹³C(C2H6) | <-29‰(VPDB) | 核心判别指标 |
| 甲烷碳同位素δ¹³C(CH4) | -58‰至-30‰(主要分布-40‰至-35‰) | 典型油型气范围 |
| 重烃含量(C2+) | 通常>5-10%vol(与煤成干气相比) | 经验判据，不同地区和成熟度有差异 |
| 爆炸性评估 | 甲烷(CH4)浓度 | 参照《煤矿安全规程》相关作业场所限值(如回风流<1.0%，采掘工作面<1.0%) | 安全法规强制要求 |
| 油型气爆炸下限(LEL) | 通常低于甲烷的LEL(约5%) ， 可能在2.5%-4.5%范围 | 需根据实际组分测定或计算。混合气体爆炸极限受重烃种类和含量影响显著。 |
| 总可燃气体浓度 | 相对于其混合爆炸下限进行评估 | 安全风险评估 |
| 有害气体控制 | 硫化氢(HzS)浓度 | 参照《煤矿安全规程》和GBZ2.1的职业接触限值(如TWA：10mg/m³，STEL：15mg/m³；井下特定地点应更低) | 安全法规，职业卫生 |
| 一氧化碳(CO)浓度 | 参照《煤矿安全规程》作业场所允许浓度(如<24ppm或30mg/m³) | 安全法规 |
| 抽采利用 | 甲烷(CH4)含量 | 如作为民用燃气或工业燃料，通常要求CH4>80-90%(需净化处理)；低浓度(CH4<30%)可能适用于氧化发电等。 | 资源利用品质要求 |
| 潜力 | 总硫含量、水含量 | 参照天然气质量标准(如GB17820)对相关杂质的限值 | 管道输送和设备保护要求 |

## 6 检验检测方法

本章节详细规定了煤矿油型气各主要检验检测项目的具体分析方法、操作细则、仪器设备要求和质量控制要点。

### 6.1.实验室基础条件与设备要求

#### **6.1.1实验室环境**

温度与湿度：实验室环境温度宜控制在(20±5)℃，仪器室可要求(20±2)℃。相对湿度宜控制在≤60%(对于精密仪器)或≤80%。

通风系统：实验室应具备良好的通风设施，确保空气流通，及时排出有害气体。涉及有毒有害、易燃易爆气体操作的区域应设置有效的局部通风装置。通风系统设计应符合GB50019及相关实验室安全规范的要求。

安全设施：

电气设备：在可能存在易燃易爆气体的区域，电气设备应选用符合相应防爆等级的产品(如ExdIIBT4)。

气体报警装置：在气体钢瓶储存区、可能发生气体泄漏的重点仪器操作区应安装固定式可燃气体和有毒气体(如HzS，CO)泄漏报警装置。

消防器材：配备足量、有效的消防器材，如干粉灭火器、二氧化碳灭火器、沙箱等，并定期检查维护。

应急设施：应配备紧急洗眼器、紧急淋浴装置、急救箱等。

其他：实验室应保持清洁整齐，实验台面应耐腐蚀、易清洁。应有可靠的接地设施。

#### **6.1.2通用仪器设备**

除各具体检测方法中列出的专用仪器外，实验室应配备以下通用设备：

分析天平(精度0.1mg或0.01mg)

烘箱(控温范围室温至200℃或更高，精度±1℃)

马弗炉(控温范围室温至1000℃或更高)

纯水制备装置(电阻率≥18MΩ•cm)

pH计、电导率仪等

#### **6.1.3油型气检验信息化协同平台**

##### 6.1.3.1平台功能

为提升油型气检测数据的管理效率、共享水平和应用价值，鼓励煤矿企业或区域检测中心建立油型气检验信息化协同平台（以下简称“平台”）。该平台应具备以下功能和技术要求：

数据整合与管理：能够整合来自不同检测机构、不同类型(自动监测、人工采样分析)的油型气相关数据(气体组分、含量、压力、储层参数、采样信息等)，实现数据的统一存储、规范管理和版本控制。

样品追溯码管理：平台应支持样品追溯码全生命周期管理，包括编码生成、数据关联、运输监控及实验室接收验证。集成区块链技术确保溯源数据不可篡改，对接煤矿安全监控系统实现检测结果与生产调度的联动响应。

流程跟踪与责任追溯：记录从样品采集、流转、制备、分析到报告审核签发的全过程信息，确保每个环节的操作人员、时间、设备等可追溯。

多源数据兼容：应能兼容处理气体样品、液体样品(如凝析油、地层水)、围岩样品以及爆炸性分析等不同检测流程产生的数据，确保数据间的互通与关联分析。

智能分析与预警：集成数据可视化、统计分析、趋势预测、风险评估模型等功能模块。可接入井下智能巡检机器人数据、实时采样装置数据，实现对油型气浓度、压力等关键参数的实时采集、科学分析和动态管理。当监测数据超过预设阈值或出现异常趋势时，能自动触发报警并通知相关人员。

报告生成与共享：支持根据预设模板自动生成规范的检测报告，并提供安全的报告查阅、下载和共享功能。

数据接口与标准：数据交换接口宜支持主流格式如JSON、XML，并符合相关信息技术标准(如ISO/IEC19762-6)。

平台安全性：确保数据存储、传输和访问的安全性，具备用户权限管理、操作日志记录、数据备份与恢复等功能。

##### 6.1.3.2技术架构与数据管理

油型气检验信息化协同平台应基于云计算或本地化部署，采用分层架构设计（如数据层、服务层、应用层），实现多源异构数据的标准化接入与存储。

数据整合：兼容自动监测设备（如智慧巡检机器人、在线气相色谱仪）实时数据流、人工采样分析数据（如气相色谱结果、同位素数据）、地质参数（如储层孔隙度、渗透率）及安全监测数据（如瓦斯浓度、CO含量），通过统一数据接口（如REST API）实现跨系统集成。

数据治理：建立数据清洗、校验规则，自动识别异常值（如浓度突增、压力骤降），并触发人工复核流程；采用数据加密技术（如AES-256）保障数据传输与存储安全，支持区块链存证功能，确保数据不可篡改。

##### 6.1.3.3智能分析与应用场景

动态预警模型：集成机器学习算法（如随机森林、LSTM），基于历史数据训练油型气涌出预测模型，结合实时监测数据（如压力、组分变化），实现灾害风险分级预警（如低、中、高风险），并自动生成预警报告推送至相关部门。

业务协同：对接煤矿安全生产管理系统，实现检测结果与抽采设计、通风优化的联动。例如，当某区域油型气浓度超限时，平台自动关联该区域的抽采钻孔分布，生成抽采方案调整建议（如增大抽采流量、延长抽采时间）。

可视化展示：通过GIS地图、仪表盘等工具动态展示油型气赋存特征（如含量分布、压力梯度）、检测点状态（如采样进度、设备运行参数）及趋势分析结果，支持多维度钻取查询（如按时间、区域、检测项目）。

##### 6.1.3.4安全与运维

权限管理：采用角色-Based访问控制（RBAC），区分管理员、检测人员、决策者等角色，严格控制数据访问与操作权限；记录用户操作日志，实现全流程责任追溯。

系统运维：部署实时监控模块，对服务器负载、网络连接、仪器设备状态进行监测，自动报警并生成运维工单；支持定期数据备份与恢复，确保系统稳定性。

### 6.2油型气组分测定气相色谱法(GC)

#### **6.2.1原理**

样品气体由载气带入气相色谱仪，通过选择合适的色谱柱，利用混合物中各组分在两相(固定相和流动相)间分配系数的差异，使各组分在色谱柱中得到分离。分离后的组分依次进入检测器，检测器将各组分的浓度或质量变化转换为电信号。根据出峰的保留时间进行定性分析，根据峰面积或峰高进行定量分析。对于油型气中可能存在的C5+等重烃组分，以及Hz、He、O2、N2、CO、CO2、H2S等多种气体，通常需要配置多柱多阀系统和多种检测器(如TCD、FID、FPD)以实现一次进样全组分分析，或采用程序升温、柱反吹等技术。

#### **6.2.2试剂和材料**

载气：高纯氦气(He)或高纯氮气(N2)或高纯氢气(H2)，纯度≥99.999%。具体选择根据所用检测器和待测组分确定。

标准气体：

单一组分标准气体：如CH4，C2H6，C3H8.n-C4H10，CO2，H2S等，浓度已知，用于定性或校准曲线绘制。

多组分混合标准气体：应包含待测的所有主要组分，各组分浓度应覆盖样品中可能的浓度范围。至少应使用3种不同浓度水平的混合标准气体进行多点校准。标准气体应能溯源至国家标准物质或国际公认的标准物质，其不确定度应满足分析要求(一般≤2%)。

所有标准气体应在有效期内使用，并妥善保存。

辅助气体(用于FID)：高纯氢气(纯度≥99.999%)，净化空气(无烃类、水分和颗粒物)。

样品预处理材料：如无水硫酸钠或硅胶干燥管(用于脱水，注意可能吸附重烃或HzS)0.45um孔径滤膜(用于除尘)。对特定组分分析，可能需要专用吸附剂或化学试剂。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.2.3仪器和设备**

气相色谱仪：应具备以下一个或多个检测器：

热导检测器(TCD)：通用型检测器，对所有气体均有响应，适用于永久气体 (O2， N2，H2，CO，CO2等)和烃类主量组分的测定。灵敏度相对较低。

氢火焰离子化检测器(FID) ：对绝大多数有机化合物(特别是烃类)有高灵敏度响应，对永久气体和水无响应。适用于烃类组分的痕量至常量分析。

火焰光度检测器(FPD)(可选)：对含硫或含磷化合物具有高选择性和高灵敏度，适用于油型气中H2S、SO2等含硫气体的测定。

脉冲放电氦离子化检测器(PDHID) (可选) ：对永久气体(He，Ne， Ar， O2， N2，H2，Kr)和低碳烃具有极高灵敏度，适用于高纯气体分析或痕量杂质检测。

仪器应配备精密的气路控制系统(电子流量/压力控制，EPC/AFC) ， 柱温箱温度控制精度优于±0.1℃，具备程序升温功能。

色谱柱：根据分析目标选择合适的填充柱或毛细管柱。

常用的填充柱组合：如PorapakQ+5A分子筛柱串联(用于C1-C5烷烃、CO 2、O2、N2、CO、H2的分离)，或特殊的多柱组合。

常用的毛细管柱：如PLOT Al2O3/KCl(用于C1-C6烃类异构体分离))，PLOT Q或PLOTU(用于CO2、轻烃、含硫气体等)。

送进样系统：六通阀或十通阀自动气体定量进样系统，定量环体积应准确已知并适合样品浓度。也可采用气密性良好的微量进样针手动进样(精密度较差，应谨慎使用)。

数据采集与处理系统：工作站软件，具备峰识别、基线校正、峰面积积分、校准曲线绘制、浓度计算、报告生成等功能。

气体发生器(可选)：高纯氢气发生器、高纯氮气发生器、零级空气发生器，用于替代钢瓶气。

其他设备：包括测压-抽采一体化装置、KXD-3型孔隙度测量仪、HK-4型智能渗透率测定仪、自动化采样装置等。

#### **6.2.4分析步骤**

##### 6.2.4.1仪器准备与条件设定：

按仪器说明书连接气路，检查气密性。

开启载气和辅助气体，设置流速。

设定色谱柱(柱箱)初始温度、程序升温参数(若使用)、进样口温度、检测器温度。

老化色谱柱，待基线稳定。

##### 6.2.4.2仪器校准：

采用外标法进行校准。至少使用三种不同浓度的标准混合气体(覆盖预期样品浓度范围的低、中、高点)进行多点校准，每个浓度点重复进样2-3次。

记录各组分的保留时间和峰面积(或峰高)，绘制校准曲线(浓度vs.峰面积/峰高)。校准曲线的相关系数(r)应≥0.999。

校准曲线应定期(如每日开机后，或每批样品分析前后)使用中间浓度的标准气体进行核查，核查结果与校准曲线的偏差应在规定范围内(如±5%)。若超出，需重新校准。

##### 6.2.4.3样品预处理：

对于湿度较高的样品，可能需要在线或离线脱水。可使用无水氯化钙、硅胶或专用高分子干燥管，但需注意干燥剂可能对某些组分(如H2S、重烃)产生吸附或反应，应进行方法验证。

为保护色谱柱和进样阀，样品进入色谱仪前应通过微孔滤膜(如0.45um)除去颗粒物。

对于浓度过高的样品，可能需要使用已知纯度的惰性气体(如氦气、氮气)进行精确稀释。

##### 6.2.4.4样品测定：

使用与校准时相同的进样体积和操作条件。

每个样品至少平行测定两次，两次测定结果的相对偏差应符合7.4节的精密度要求。若超出，应增加测定次数或查找原因。

在样品序列中应插入质量控制样品(如空白样、已知浓度的标准气)进行监控。

#### **6.2.5结果计算与数据处理**

各组分的体积分数(pi，%)或摩尔分数(Xi，%)可按外标法计算。如果样品中所有组分均能被检测和定量，且总和接近100%，也可考虑采用归一化法(但需谨慎，因油型气组分复杂，可能存在未识别组分)。结果应扣除空白值(若有)。

对平行测定结果，取其算术平均值作为报告结果。结果表示应保留适当的有效数字，一般与标准气体浓度值的有效数字位数一致或多一位。

#### **6.2.6方法性能指标**

检出限和定量限：实验室应对所用方法测定各关键组分(特别是H2S、CO等有毒有害气体和低含量烃类)的检出限(LOD) 和定量限(LOQ) 进行定期验证。

精密度：在重复性条件下，测定结果的相对标准偏差(RSD)应满足：

* 对于含量>10%(mol/mol)的组分， RSD≤2%。
* 对于含量在1%~10% (mol/mol) 的组分， RSD≤5%。
* 对于含量在0.1%~1% (mol/mol) 的组分， RSD≤10%。
* 对于含量<0.1%(mol/mol)的组分， RSD≤20%(或按实际情况规定)。

准确度：通过测定有证标准物质(CRM)或参加国家/行业组织的能力验证计划(PT)进行评估。测定CRM的结果应在其不确定度范围内，参加PT的结果应为”满意”。

### 3油型气含量测定-间接计算法

#### **6.3.1原理**

通过测定油型气储集层的孔隙率、油型气压力、储集层温度、油型气饱和度以及油型气的压缩系数等参数，代入理想气体状态方程的变形公式计算单位体积储集层中的油型气含量。

#### **6.3.2试剂与材料**

无特殊化学试剂。主要涉及测定孔隙率、压力、饱和度等参数时可能用到的材料(如封孔材料、标准孔隙样品等)，应符合相关测定方法的要求。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.3.3仪器和设备**

孔隙度测定仪：(或其他符合精度要求的仪器)。

饱和度测定装置：(或其他岩心抽提、蒸馏装置)。

压力测量仪：符合精度要求的压力表或压力传感器(用于测量储层压力)。

温度测量仪：符合精度要求的温度计或温度传感器(用于测量储层温度)。

其他：如岩心制备设备、天平等。

#### **6.3.4操作步骤**

1. 储集层孔隙率(取代表性储集层岩心样品，在实验室使用孔隙度仪测定其有效孔隙率。
2. 油型气压力(p)测定：通过井下直接测压装置或试井分析等方法，获取储集层的原始或当前流体压力。
3. 储集层温度(T)测定：通过井下温度传感器、地温梯度推算或邻近生产井资料获取储集层温度。
4. 储集层含油型气饱和度(S)测定：通过测定岩心中的含油饱和度或含水饱和度来间接推算含气饱和度(S=1-Sw-So，若同时含油和水)。对于主要含气储层，可假设So≈ 0。
5. 油型气压缩系数(ξ或Z)确定：根据油型气的组分分析结果，以及储集层的温度(T)和压力(p)条件，通过经验图版、状态方程(如Standing-Katz图版， AGA8-DC92方程)查表或计算得到。对于以甲烷为主的气体，也可使用简化公式估算。
6. 将测得的，p，T，S以及计算得到的ξ值，连同标准状况参数To(273.15K)和po(0.101325MPa)，代入公式计算油型气含量W。注意单位统一。

### 6.4油型气压力测定-井下直接测定法

#### **6.4.1原理**

采用”测压-抽采”一体化装置或专门的井下压力测试工具，在钻孔施工至目标油型气储集层后，通过封隔器或封孔材料将测试段与井筒其他部分隔离，利用压力传感器或精密压力表直接测量储集层中油型气的静止地层压力或压力恢复过程。

#### **6.3.2试剂与材料**

高效封孔材料：如速凝水泥、化学封堵剂、膨胀式封隔器等，确保测试段的有效密封。

纱网或滤层材料：用于包裹花管，防止岩屑堵塞。

连接管件、阀门等。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.3.3仪器和设备**

“测压-抽采”一体化装置：包括封孔管(前端为花管，后端为实管或护孔管)、压力表(量程0-10MPa或更高，精度等级0.5级或更高，如0.4级、0.25级精密压力表)、球阀、连接管路等。

专用井下压力计：如电子存储式压力计、通过电缆实时传输数据的压力传感器，可记录压力随时间的变化。

钻孔设备、下入工具等。

#### **6.3.4操作步骤**

1. 钻孔施工至目标层位后，及时下入测压装置，确保封孔段位于储集层之上或上下均有有效隔层，测试段对准储集层。
2. 采用合适的封孔材料和工艺进行封孔，确保封孔段的密封质量，防止井筒内气体或液体窜漏。封孔材料凝固或封隔器坐封后，进行密封性检查。
3. 连接压力表或压力传感器，打开测试阀门，使储集层气体进入测压系统。
4. 静压测定：关闭所有与该钻孔相连的抽采管路(若有)，使井底压力逐渐恢复至原始地层压力或接近原始地层压力。持续监测压力变化，直至压力值在规定时间(如连续24小时或更长)内基本稳定(如变化率小于设定值)，该稳定压力即为储集层静止压力。记录压力恢复曲线。
5. 动态监测(如采中)：在正常抽采或生产条件下，可实时监测钻孔油型气的压力变化，数据上传至信息化平台。
6. 异常涌出处理：当探采孔出现油型气异常涌出时，应立即关闭该孔及附近其他抽采孔，待封孔材料充分凝固(或确保安全)后，关闭该孔的抽采阀门，静置测定其压力。测试结束后，根据评估结果决定是否恢复抽采或采取其他措施。
7. 详细记录测压全过程，包括钻孔信息、装置参数、封孔情况、压力数据、起止时间等。

### 6.5烷烃气碳同位素测定--气相色谱同位素比值质谱联用法(GC-IRMS)

#### **6.5.1原理**

气体样品首先通过气相色谱系统进行分离，将甲烷、乙烷、丙烷等各个烷烃组分分离开。分离后的各纯组分依次通过一个高温燃烧接口(通常为CuO/NiO/Pt催化剂，850-1000℃)，将其定量转化为CO2(用于13C/12C测定) 和H2O。水通过脱水装置(如Nafion膜或冷阱)除去后，纯净的CO2脉冲被引入同位素比值质谱仪(IRMS) 中。IRMS同时检测m/z 44 (12C16O2)，m/z 45(13C16O2和12C17O16O)，m/z 46(12C18O16O等)的离子流强度，通过与已知同位素组成的标准CO2参照气(工作标气)进行比对，计算得到各烷烃组分的δ¹³C 值。部分系统也可配置高温裂解炉 (TC/EA)将H2O转化为H2，用于δD 分析。

#### **6.5.2试剂和材料**

载气(GC用)：高纯氦气(纯度≥99.9995%)。

燃烧炉反应气(若需要)：高纯氧气。

标准气体：

CO2参照气体：已知δ¹³C和δ¹⁸O值的纯CO2气体，用于校准IRMS。

烷烃混合标准气体：包含CH4、C2H6、C3H8等，其各组分碳同位素比值经过准确标定，并能溯源至国际标准物质(如NBS 19，LSVEC for δ¹³C\_VPDB) 。至少使用两种含量和同位素组成有差异的标准气体进行校准和漂移校正。

燃烧管填充物：氧化铜(CuO) 线或颗粒、镍丝(Ni)、铂丝(Pt)等。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.5.3仪器和设备**

气相色谱-同位素比值质谱联用仪(GC-IRMS) ：包括气相色谱仪(配置合适的色谱柱，如PLOT Q或Al2O3/KCl毛细管柱) 、燃烧/转化接口、水去除装置、参比气导入系统和同位素比值质谱仪。

数据处理系统：专用软件，用于控制仪器、采集数据、进行同位素比值计算、校正和结果报告。

#### **6.5.4分析步骤**

1. 仪器准备：系统检漏，燃烧炉和GC升温，IRMS调谐优化，载气流速稳定。
2. 校准与标定：

使用已知同位素组成的CO2参照气体对IRMS进行线性度和稳定性校准。

分析已知同位素组成的烷烃标准气体，建立各组分保留时间与其同位素值的对应关系，并用于计算样品的同位素值及进行必要的漂移校正。

1. 样品分析：与标准气体采用相同的进样量和分析条件。每个样品至少重复分析2-3次。
2. 在样品序列中插入标准气体和质量控制样品，监控系统稳定性和分析质量。

#### **6.5.5结果计算与表示**

各烷烃组分的碳同位素组成以相对于VPDB(Vienna Pee Dee Belemnite) 标准的千分差(δ¹³Cδ¹³C)表示，单位为‰。计算公式如下：

δ¹³C(%)=[(Rsample /R standard)-1]×1000

式中：R sample为样品中13C/12C比值， R standard为VPDB标准中13C/12C比值。

#### **6.5.6方法性能指标**

精密度：对于含量足够的组分，δ13C测定结果的重复性标准偏差(SD)应≤0.3‰至0.5‰.

准确度：通过测定已知同位素组成的有证标准物质进行验证，结果偏差应在可接受范围内。

### 6.6围岩孔隙度测定

#### **6.6.1原理**

采用气体(通常为氦气或氮气)膨胀法，基于波义耳-马略特定律。将干燥的岩心样品置于已知体积的样品室中，向已知体积的参照室充入一定压力的气体，然后将参照室与样品室连通，气体等温膨胀至新的平衡压力。根据压力变化和已知体积，计算出岩心样品的颗粒体积，进而结合岩心表观体积计算出有效孔隙体积和孔隙度。

φ = (V bulk - V grain ) / V bulk × 100%

或 φ = V pore / V bulk × 100%

式中：φ为有效孔隙度(%) ； Ⅴ bulk 为岩心表观体积(cm3)；Vgrain 为岩心颗粒体积(cm³)； V pore 为岩心有效孔隙体积(cm³)。

#### **6.6.2试剂与材料**

测试气体：高纯氦气(He)或高纯氮气(N2)，纯度≥99.99%。氦气因其分子小、不易被吸附，通常作为首选。

标准体积块：用于校准仪器样品室和参照室体积。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.6.3仪器和设备**

岩心孔隙度仪：孔隙度自动测量仪，或功能类似的、满足精度要求的仪器。包括高压气源、参照室、样品室、压力传感器、阀门系统和数据采集处理系统。

游标卡尺或螺旋测微器：用于精确测量岩心尺寸，计算表观体积。

分析天平：用于称量岩心质量(可计算密度)。

岩心烘箱或干燥器：用于样品干燥。

#### **6.6.4操作步骤**

1. 样品准备：选取代表性储集层岩心，按规定尺寸制备成规则形状样品。样品用溶剂清洗(除去油污)、烘干至恒重。
2. 仪器校准：使用标准体积块对仪器进行校准，确保体积参数准确。
3. 样品测量：将干燥岩心样品放入样品室，密封。按照仪器操作规程进行气体膨胀试验，记录初始压力、最终平衡压力等数据。仪器通常会自动计算并显示颗粒体积、孔隙体积和孔隙度。
4. 每个样品至少重复测定2-3次，取平均值。

### 6.7围岩渗透率测定

#### **6.7.1原理**

采用气体稳态法或非稳态法(如压力脉冲衰减法)测定岩心渗透率，通常基于达西定律。对于气体稳态法，在岩心样品两端施加一定的压力差，测量通过岩心的气体流量。根据达西公式(需考虑气体滑脱效应， 如进行Klinkenberg校正)计算渗透率。

K g = (2 ⋅ Q g ⋅ μ g ⋅ L ⋅ P out ) / [A ⋅ (P in ² - P out ²)] (适⽤于⽓体稳态达西流)

式中：Kg为气体渗透率；Qg为气体流量；ug为气体粘度；L为岩心长度；Pin和Pout分别为进出口压力；A为岩心截面积。

#### **6.7.2试剂与材料**

测试气体：高纯氮气(N2)或氦气(He)，纯度≥99.99%。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.7.3仪器和设备**

岩心渗透率仪：智能渗透率测定仪，或功能类似、满足精度要求的仪器。包括岩心夹持器、围压系统、气体压力控制和测量系统、流量计、温度控制系统(若有)和数据采集处理系统。

游标卡尺或螺旋测微器：用于精确测量岩心尺寸，计算表观体积。

分析天平：用于称量岩心质量(可计算密度)。

岩心烘箱或干燥器：用于样品干燥。

#### **6.7.4操作步骤**

1. 样品准备：选取代表性储集层岩⼼，按规定尺⼨（如直径25mm，⻓度25-70mm的柱塞样）
2. 制备成规则形状样品。样品⽤溶剂清洗（除去油污）、烘⼲⾄恒重。。
3. 仪器设置：连接气路，安装样品于岩心夹持器中，施加设定的围压(模拟地层有效应力)。
4. 渗透率测定：

稳态法：在岩心两端施加不同的恒定气体压力，待流量稳定后，记录进口压力、出口压力和气体流量。通过改变平均孔隙压力((Pin+P out)/2)， 测定一系列不同压力下的气体渗透率Kg，绘制Kg对1/Pavg的关系图，外推至1/Pavg=0处得到等效液体渗透率(Klinkenberg渗透率)。

非稳态法(如压力脉冲衰减法)：按仪器操作规程进行，通过分析压力衰减曲线计算渗透率。

1. 每个样品在不同围压和孔隙压力条件下进行多次测定。

### 6.8围岩饱和度测定

#### **6.8.1原理**

储集层岩心中的孔隙通常被油、气、水三种流体占据。含油型气饱和度(Sg)是指油型气占据孔隙体积的百分比。通常通过测定岩心中的含油饱和度(So) 和含水饱和度(Sw)，然后按Sg=1-Sw-So计算得到。对于油型气储层，若不含或含极少量液态油，则Sg~1-Sw。含水饱和度可以通过烘干法、蒸馏法(如Dean-Stark法)或溶剂萃取法测定；烘干蒸馏法，主要是将岩心中的水蒸发、冷凝、收集，通过差减法计算含水饱和度，进而间接反映油型气饱和度(假设不含液态油)。含油饱和度可通过溶剂萃取法(索氏抽提)或高温蒸馏热解法测定。

#### **6.8.2试剂与材料**

用于清洗、干燥的溶剂(如甲苯、乙醇、氯仿等，根据分析方法选择)。

称量皿、冷凝管、收集瓶等。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.8.3仪器和设备**

饱和度测定仪：饱和仪(主要用于测含水饱和度)，或索氏抽提装置，高温热解分析仪等。

分析天平、烘箱、真空泵等。

#### **6.8.4操作步骤(以Dean-Stark蒸馏法测含水饱和度和索氏抽提法测含油饱和度为例)**

1. 样品准备：将新鲜岩心样品(避免水分挥发和油分污染)破碎至适当粒度或保持原状(视仪器要求)，精确称重。
2. 含水饱和度测定(Dean-Stark法)：将样品放入抽提筒，加入不与水互溶的溶剂(如甲苯)，加热蒸馏。水与溶剂共沸蒸出，冷凝后在刻度接收管中分层，读取水的体积。计算含水饱和度。
3. 含油饱和度测定(索氏抽提法)：将已测定含水饱和度或另一平行干燥样品放入索氏抽提器的滤纸筒中，用合适的溶剂(如氯仿-甲醇混合溶剂)进行长时间抽提，直至油分被完全萃取。将萃取液转移至已恒重的蒸发皿中，低温蒸发除去溶剂，称量残余油重。计算含油饱和度。
4. 计算含油型气饱和度：Sg=1-Sw-So.
5. 平行测定并进行空白校正。

实际操作应遵循所用仪器的具体规程。

### 6.9油型气爆炸极限测定

#### **6.9.1原理**

在密闭的标准爆炸测试容器((如20L球形爆炸缸)中，将待测油型气样品与空气(或指定氧化剂)按不同比例精确配制成混合气体。在规定的初始温度和压力条件下，用标准点火源(如电火花)点燃混合物。通过高精度压力传感器监测容器内压力的变化，根据压力升高是否超过特定判据(如初始压力的特定倍数，或最大压力上升速率等)来判断是否发生爆炸。通过系统地改变混合气体中油型气的浓度，找到能够发生爆炸的最低浓度(爆炸下限，LEL)和最高浓度(爆炸上限，UEL)。

#### **6.9.2试剂和材料**

待测油型气样品：应尽可能代表实际赋存或涌出的气体组分。

高纯空气或合成空气(N2/O2混合比约为79：21)：作为氧化剂。

标准可燃气体(如甲烷)：用于设备性能验证和校准。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.9.3仪器和设备**

标准爆炸测试装置：通常为20L或1m³球形不锈钢爆炸容器，配备精确的气体混合系统(如分压法或质量流量控制器法)、标准点火装置(能量可调)、高频压力传感器、温度传感器、高速数据采集系统。

真空泵：用于抽空爆炸容器。

气体分析仪：用于确认配气的准确性(可选)。

#### **6.9.4分析步骤**

1. 仪器准备：检查装置气密性，设定初始温度和压力(通常为室温和常压)。
2. 配气：将爆炸容器抽真空，按计算好的比例依次充入油型气和空气，使其充分混合均匀。
3. 点火测试：在混合均匀后，启动点火源，同时高速采集容器内的压力-时间数据。
4. 爆炸判断：根据压力曲线判断是否发生爆炸。例如，若最大爆炸压力Pmax≥1.05P initial，或(dP/dt) max>某一阈值，则认为发生爆炸。
5. 通过”逼近法”或”升降法”系统地改变油型气浓度，逐步确定LEL和UEL。在LEL和UEL附近应进行多次重复试验以确保结果的可靠性。
6. 试验结束后，容器需用惰性气体吹扫干净。

### 6.10油型气钻孔抽采影响半径测定- 示踪气体法

#### **6.10.1原理**

选择一组试验钻孔，其中一个或多个作为示踪剂注入孔，其余作为监测孔(抽采孔或观察孔)。向注入孔中注入一定量的惰性、易于检测且在储层中背景浓度极低的示踪气体(如六氟化硫SF6、氦气He或特定同位素标记气体)。启动监测孔的抽采(或自然观测)，定期在监测孔中采集气体样品并分析示踪气体的浓度。根据示踪气体在不同监测孔中出现的时间、浓度峰值及衰减特征，结合储层地质参数和抽采参数，评价抽采措施对储层中油型气的动用范围和有效影响半径。

#### **6.10.2试剂与材料**

示踪气体：常用的有SF6(因其检测灵敏度高、惰性好、背景值低)，或高纯He。示踪气体纯度应符合要求。

封孔材料：用于注入孔和监测孔的有效封孔。

样品标识生成、识别装置：打印装置、样品标签、采集录入装置

#### **6.10.3仪器和设备**

钻孔施工设备。

示踪气体注入设备：包括示踪气体钢瓶、减压阀、流量计、注入泵(若需加压注入)等。

气体采样设备：采样钢瓶或气袋，采样泵。

示踪气体高灵敏度检测仪器：

SF6检测：便携式或实验室用气相色谱仪配电子俘获检测器(GC-ECD)。

He检测：便携式氦检漏仪或气相色谱仪配热导检测器(GC-TCD，需高灵敏度)。

抽采系统设备(若监测孔为抽采孔)。

#### **6.10.4操作步骤**

1. 钻孔布置：在目标区域选择地质条件相对均一、储层连通性较好的位置，按一定几何图形(如直线型、梅花型)布置注入孔和监测孔。孔间距根据预期影响半径设定。
2. 钻孔施工与封孔：按设计要求施工钻孔至目标层位，并进行有效封孔，确保测试层段的独立性。
3. 背景值测量：注入示踪气体前，在所有监测孔中采集气体样品，分析示踪气体的背景浓度。
4. 示踪气体注入：向注入孔中注入已知量(或已知流速和时间)的示踪气体。
5. 监测与采样：注入完成后，启动监测孔的抽采(或按预定时间表进行自然观测样品采集)。定期(如每日或数小时一次)在各监测孔中采集气体样品。
6. 样品分析：将采集的样品送实验室分析示踪气体浓度。
7. 数据处理与解释：绘制各监测孔中示踪气体浓度随时间的变化曲线。根据示踪气体首次到达监测孔的时间、浓度峰值出现时间、浓度衰减特征，结合孔间距离、储层参数(孔隙度、渗透率)、抽采速率等，计算或估算抽采影响半径。

## 7 质量保证与质量控制

为确保煤矿油型气检验检测结果的准确性、可靠性和可比性，实验室应建立并运行有效的质量保证与质量控制体系。本章节规定了相关的基本要求和具体措施。

### 实验室基本要求

资质与管理体系：从事煤矿油型气检验检测的实验室应具备独立承担法律责任的能力，宜通过国家级或省级资质认定(CMA)，鼓励通过中国合格评定国家认可委员会(CNAS)的实验室认可(依据ISO/IEC17025或GB/T27025)。实验室应建立、实施并持续改进与其检测活动范围相适应的管理体系。

环境与设施：实验室的环境条件(温度、湿度、通风、洁净度、电磁干扰等)应满足所开展检测项目的要求。实验区域应合理布局，防止交叉污染。

#### **7.1.1仪器设备**

所有用于检验检测的仪器设备(包括测量、采样和数据处理设备)应建立详细档案，包括名称、型号规格、唯一性标识、制造商、购置日期、验收记录、使用说明书、历次检定/校准证书、维护保养记录、故障及维修记录等。

仪器设备在使用前应进行检查，确保其处于良好工作状态。关键性能参数(如检测器灵敏度、基线噪声和漂移、柱效、流量精度等)应定期进行核查。

所有影响检测结果准确性的测量设备，在投入使用前必须进行检定或校准，并确保其量值能溯源至国家计量基准或国际单位制(SI)。检定/校准周期应根据设备类型、使用频率和稳定性确定，并保存完整的检定/校准记录和证书。超出检定/校准有效期的设备不得用于出具报告的检测。

仪器设备的日常维护保养应按计划进行，并有记录。

#### **7.1.2人员资质与培训**

检测人员应具备与其承担任务相适应的专业知识(如安全工程、地质工程、分析化学、仪器分析等)、操作技能和经验。应熟悉本标准及相关检测方法标准、安全操作规程。

关键岗位人员(如授权签字人、技术负责人、质量负责人、复杂仪器操作员)应有相应的任职资格和授权。

实验室应建立人员培训计划，对所有检测人员进行上岗前培训和考核，合格后方可独立操作。定期组织技术培训、安全教育、标准学习和业务交流，确保人员能力持续满足工作要求。培训记录应予保存。

#### **7.1.3标准物质与试剂**

所用标准物质(有证标准物质CRM、标准气体等)应优先选择国家认可的标准物质生产者提供的产品，并确保其在有效期内使用。标准物质的接收、存储、使用应有记录，并防止污染和变质。

化学试剂的规格应满足分析方法的要求，不使用过期或不合格的试剂。危险化学品的采购、储存、使用和废弃应符合国家相关安全和环保规定。

#### **7.1.4油型气检验信息化协同平台**

依托油型气检验信息化协同平台实现质量控制的全流程数字化管理，重点包括：

数据质控：通过平台内置规则引擎对检测数据进行逻辑校验、趋势分析和溯源验证，确保数据完整性与准确性。

流程追溯：记录采样、分析、审核等环节的操作痕迹，通过权限分级和区块链技术实现数据防篡改。

智能预警：动态生成质量控制图，对超阈值数据自动预警，结合能力验证结果优化检测方法。

持续改进：利用平台大数据分析功能识别质量趋势，为检测流程优化、人员培训和设备维护提供科学依据。

通过上述措施，平台可有效提升检验检测质量保证与质量控制的规范性、时效性和可追溯性，满足ISO/IEC 17025对检测数据可靠性的要求。

##### 7.1.4.1数据质量控制模块

平台需内置数据校验规则引擎，实现对检测数据的自动化质量控制：

逻辑校验：对异常值（如甲烷浓度＞100%vol、压力负值）、矛盾数据（如温度＜绝对零度）自动标记，触发人工复核流程。

趋势校验：基于历史数据建立各检测点的参数波动阈值（如油型气含量月变化率≤15%），超出阈值时自动预警。

溯源校验：关联样品追溯码，验证采样时间、运输路径与检测时间的逻辑一致性（如采样后超保存期限的样品数据自动锁定）。

##### 7.1.4.2全流程追溯与责任管理

操作留痕：平台自动记录从样品采集、分析到报告签发的全流程操作日志，包括人员账号、操作时间、仪器参数修改记录等，确保数据可追溯。

权限分级：通过角色权限管理（如采样员、分析师、审核员），限制敏感操作（如数据修改、报告签发），关键操作需双人复核（如电子签名+短信验证码）。

区块链存证：对原始检测数据、校准记录、质量控制报告等关键信息进行区块链哈希值存证，防止数据篡改。

##### 7.1.4.3标准化管理与文档控制

方法库管理：内置标准检测方法库（如GC-IRMS法测定碳同位素的操作细则），分析人员需按标准流程选择方法，避免偏离。

记录模板标准化：提供电子化采样记录单、仪器使用记录、质控报告等模板，强制规范数据格式（如时间精确到分钟、数值保留有效位数）。

标准物质管理：建立标准物质电子档案，记录标准气体验证周期、溯源证书编号、当前浓度值及不确定度，到期自动提醒更换。

##### 7.1.4.4智能质控与预警

质量控制图动态监控：自动生成关键参数（如甲烷碳同位素δ¹³C(CH₄)、乙烷浓度）的休哈特控制图，实时显示数据点是否超出警告限（±2σ）或控制限（±3σ），超限自动触发红色预警。

能力验证管理：汇总实验室参加外部能力验证（PT）的结果数据，分析各项目的偏倚趋势，自动生成改进建议（如某批次GC-FID检测的重烃组分回收率偏低，提示校准色谱柱）。

设备期间核查提醒：根据仪器检定周期和使用频率，自动生成期间核查计划（如气相色谱仪每月进行柱效测试），并关联核查记录模板。

##### 7.1.4.5数据综合分析与改进

横向对比分析：对同一矿区不同采样点、不同时间的数据进行统计分析（如聚类分析、相关性分析），识别异常数据链（如某区域油型气压力骤降与断层活动的关联性）。

质量趋势报告：按季度/年度生成质量报告，汇总检测合格率、方法验证有效性、人员培训考核结果等，为实验室管理评审提供数据支持。

纠正措施追踪：对质量事故（如数据超差、仪器故障）的整改过程进行电子化追踪，记录整改措施、责任人、完成时间及验证结果，形成闭环管理。

### 内部质量控制

实验室应根据检测项目的特点和风险，制定并实施有效的内部质量控制计划，以监控检测过程的稳定性和结果的可靠性。

方法验证/确认：对于非标准方法、实验室自行制定的方法或标准方法被修改后使用，实验室必须进行充分的方法验证，以证实其适用于预期的用途。对于标准方法，实验室在首次使用前应进行方法确认(或称方法验证的部分内容)，以证明实验室具备正确操作该方法并获得可靠结果的能力。验证/确认的内容通常包括方法的选择性、检出限、定量限、线性范围、精密度、准确度、耐用性等。

空白试验：每批样品分析或每日(或特定频次)应进行方法空白(全程序空白)或仪器空白试验，以监控试剂、溶剂、仪器、环境等引入的背景污染。空白结果应低于方法定量限的某一比例(如1/5或1/10)，或不显著影响样品中待测物最低浓度的测定。

平行样测定：对于同一样品应进行独立的平行双样或多重测定。频次可按每批样品(如10-20个)的5%-10%进行，或每批至少1个。平行测定结果的相对偏差(RPD)或绝对差值应符合各方法精密度要求，或不超过实验室规定的控制限。超出限值时应查找原因并采取纠正措施。

质量控制样品/有证标准物质测定：定期(如每批样品或每日)随同分析样品测定有证标准物质(CRM))或实验室自制的稳定性质量控制样品(LCS/QC样)。测定结果应绘制在质量控制图上，并依据控制图的判断规则(如休哈特控制图的警告限和控制限)评价检测过程是否受控。0当使用CRM时，其测定结果与证书标称值(考虑其不确定度)的偏差应在可接受范围内。

加标回收试验(适用时)：对于可能存在基质干扰或待测物损失的样品类型(如复杂组分油型气、吸附态气体分析)，可进行加标回收试验。即向样品或空白基质中加入已知量的待测组分标准物质，按样品相同步骤进行分析，计算回收率。回收率一般应在80%-120%范围内(具体范围视待测物浓度、方法和分析要求而定)。

仪器性能检查与期间核查：除定期检定/校准外，还应对关键仪器设备进行期间核查，以验证其在两次校准周期之间是否保持良好状态。例如，气相色谱仪的柱效、分离度、检测器灵密度和响应稳定性、保留时间重复性等。

数据记录与审核：所有原始观测数据、计算过程、仪器参数、校准数据、质控数据等均应即时、准确、清晰地记录在预定的表格或电子系统中。记录应具有唯一性标识，便于追溯。所有检测结果和报告在发出前，必须经过至少两级审核(如检测人员自查、其他有经验人员复核、技术负责人/授权签字人审批)。审核内容包括数据完整性、计算准确性、单位正确性、结果合理性、质控数据符合性、报告规范性等。对可疑或异常数据，应启动调查程序，查找原因，必要时重新采样或检测。所有记录应按规定期限妥善保存。

### 外部质量保证

实验室应积极参加由国家或行业权威机构(如CNAS、相关标准化技术委员会、计量机构等)组织的能力验证计划(PT) 或实验室间比对。这是评价和证明实验室检测能力、发现潜在问题、持续改进技术水平的重要途径。

对能力验证结果不满意或有可疑时，应认真分析原因，采取有效的纠正措施，并验证纠正措施的有效性。

### 精密度要求

各项检验检测结果的精密度是衡量实验室检测能力和方法稳定性的重要指标。在重复性条件下 (同一实验室、同一操作者、同一仪器设备、短时间内对同一样品进行多次独立测定)，两次独立测定结果的绝对差值或相对偏差(RPD)应不超过相应检测方法规定或实验室验证的允许限。若超出允许限，表明测量过程可能存在失控，应暂停该项目的检测，查找原因(如仪器故障、操作失误、样品不均匀等)，采取纠正措施后重新进行测定。

## 8 检验检测结果判定与报告

本章节规定了煤矿油型气检验检测结果的计算、表示方法，以及结果判定原则和检验检测报告的基本要求。

### 结果计算与表示

#### **8.1.1结果计算**

各检测项目的具体计算公式应遵循本标准相应检测方法或其引用的标准方法中的规定。

2油型气含量(W) 的计算见本文件相应的公式。

气体组分含量(如体积分数pi或摩尔分数xi) 的计算应基于有效的校准曲线(外标法)或满足归一化法使用条件。

涉及温度、压力条件的参数(如气体体积、含量)，应注明是在标准状况下 (0℃或20℃，101.325kPa)还是在实际测试条件下，并按需进行校正。

所有计算过程应清晰、准确，并有记录。

#### **8.1.2结果表示**

油型气含量(w)：以m/m²((标准状况气体体积/储集层岩石体积)或m/t(标准状况气体体积/单位质量煤或岩石)表示，建议保留两位小数。

油型气压力(p)：以MPa(绝对压力或表压力，应注明)表示，建议保留两位或三位小数。

油型气组分：各气体组分的含量通常以体积分数(%vol) 或摩尔分数(% mol/mol)表示；对于痕量组分， 可以ppm(umol/mol) 或ppb (nmol/mol) 表示。结果应根据浓度水平保留适当的有效数字(如主量组分保留两位小数，微量组分可根据定量限确定)。

烷烃气碳/氢同位素：δ¹³C值和δD值均以‰(千分差)表示，相对于国际标准物质质(VPDB for C， VSMOW for D)。建议保留一位小数。

围岩孔隙度(或0)：以百分数(%)表示，建议保留一位或两位小数。

围岩渗透率(k)：常用单位为毫达西(mD) 或微米平方(um2)(1um²~1000mD) 。建议使用10-3um²(即mD)或10-4um²作为单位，保留两位或三位有效数字。

围岩饱和度(S)：以百分数(%)表示，建议保留一位小数。

型气钻孔抽采影响半径(r)：以米(m)表示，建议保留一位小数。

油型气爆炸极限(LEL，UEL)：以体积百分比(%vol) 表示，建议保留一位小数。

其他参数如密度、发热量等，按相关标准或行业习惯单位表示，并保留适当有效数字。

### 结果判定

符合性判定：检验检测结果是否符合相关标准、法规、合同约定或特定技术要求的判定。应明确判定的依据。

油型气类型判别：综合利用烷烃气碳同位素特征(特别是δ¹³C(C2H6)<-29‰) 、重烃含量(如C2+含量>5-10%) 、C1/(C2+C3)比值、惰性气体含量(如N2，CO2) 等地球化学指标，结合区域地质背景，判别气体成因类型(如油型气、煤型气、混合型气等)。可参考相关判别图版。

安全风险评估：结合油型气压力、含量、气体组分(特别是CH4、H2S、CO等可燃及有毒组分浓度)、爆炸极限参数等，综合评价其对煤矿安全生产的潜在风险等级(如突出危险性、爆炸危险性、中毒窒息危险性)。

资源利用评价：根据油型气含量、组分(特别是CH4及其他烃类含量)、发热量、杂质含量(如H2S，N2，CO2)等参数，评价其作为能源的品质和利用潜力。

测量不确定度：在进行符合性判定时，应考虑测量结果的不确定度。当检测结果接近规范限值时，测量不确定度的评定和报告尤为重要(依据JJF1059.1)。

### 检验检测报告

检验检测报告是检测活动的最终成果，应准确、清晰、客观、完整地反映检测过程和结果。报告至少应包含以下信息：

1. 标题：如”煤矿油型气检验检测报告”。
2. 检测机构信息：实验室的名称、地址、联系方式；资质认定/认可标识和编号(若有)。
3. 报告唯一性标识：如报告编号，以及每页的页码和总页数。
4. 客户信息：委托单位名称、地址、联系人。
5. 样品信息：

样品的唯一性标识((编号)，样品追溯码（关联区块链存证系统）。

样品描述：类型(如井下钻孔气、抽采管路气、岩心等)、来源(采样地点详细信息)、状态(如气态、液态，容器类型和状况)。

采样信息(若由检测实验室负责或客户提供)：采样日期和时间、采样人员、采样方法、现场环境条件等(可引用采样记录单号)。

样品接收日期和接收时的状态。

1. 检测信息：

检测日期(开始和结束)。

检验检测所依据的标准：明确引用本标准的编号(T/ZZZXXXX-XXXX)，或各项具体检测方法所依据的国家/行业标准编号及年号。

对标准方法的任何偏离、增加或删减，以及这些偏离对结果可能产生的影响说明。

1. 仪器设备信息：列出所用主要仪器设备的名称、型号和唯一性标识(如编号)，以便追溯。
2. 检测结果：清晰、准确地列出所有委托检测项目的结果，包括单位和有效数字。对于系列样品或多点监测，结果宜以表格形式给出。必要时，可附原始谱图、照片等。
3. 测量不确定度声明（按JJF1059.1评定）：若客户要求，或对结果的符合性判定有影响，或法律法规有规定时，应报告测量不确定度，。
4. 判定结论(适用时)：针对检测结果是否符合特定规范、标准或合同要求的明确声明。应清楚说明判定依据。
5. 结果分析与建议：

a.结果分析：

* 对比油型气成分与标准混合气数据，分析是否含重烃气及爆炸风险（如引用附件2中油型气爆炸下限2.91%、上限14.79%）。
* 结合储集层参数（孔隙度、渗透率）评估油型气赋存状态和涌出风险。
* 判断油型气性质（如游离态为主）、危害程度（压力高低与储量关系），是否符合《煤矿瓦斯抽采工程设计标准》等相关要求。

b.结论与建议：

* 总结检测工作，明确油型气对安全生产的影响程度（如高压力区域需加强抽采）。
* 提出治理建议，如调整抽采钻孔布局（参考附件2中钻孔布置参数）、优化抽采工艺、加强监测频率等。
1. 对油型气的性质(如是否富含重烃、干湿程度、成因类型初步判断)、爆炸风险、赋存状态、潜在危害等进行简要分析。

根据分析结论，提出针对性的安全管理建议(如加强特定区域监测、调整通风、优化抽采方案)或资源利用建议。此部分内容应基于客观数据，并注明其为建议性质。

1. 备注：安全警示：当检出H₂S≥10ppm时，报告封面须加注红色警示标识，并引用AQ 1079-2022第7.3条防毒措施要求。其他需要说明的事项，如影响检测结果的特殊因素、未完成的检测项目及其原因等。
2. 签发信息：报告签发日期；检测人员、审核人员、授权签字人(报告批准人)的签名或等效的电子标识。
3. 保密声明及其他法律声明。

报告格式应规范统一，封面、目录、正文、附录(如原始数据记录摘要、仪器校准证书复印件、采样记录单复印件等)结构清晰。鼓励使用电子报告，并确保其安全性和防篡改性。

## 9安全技术要求

在煤矿油型气的样品采集、运输、实验室预处理和分析检测的全过程中，必须严格遵守国家和行业相关的安全生产法律法规(如《中华人民共和国安全生产法》、《煤矿安全规程》等)、职业卫生标准(如GBZ2.1)以及实验室安全管理规定，确保人员安全、设备安全和环境安全。

### 现场采样安全

人员资质与培训：井下采样人员必须是经过专门培训、熟悉矿井环境、掌握油型气特性和采样技能、具备自救互救能力的正式矿工或专业技术人员。进入井下前必须按规定佩戴和检查个人安全防护用品。

作业环境确认：到达采样点后，必须首先使用经校准合格的便携式多参数气体检测仪检测作业点及周边环境的CH4、CO、O2、H2S等气体浓度，确认在安全限值内方可作业。采样点应选择在通风良好、顶帮支护完好、无明显地压显现的安全地点。严禁在瓦斯超限、有突出危险预兆、或其他不安全环境下进行采样。

设备安全：井下使用的所有采样设备、照明设备、通讯设备等均应为符合煤矿安全要求的防爆型产品，并定期检查其完好性。

操作安全：

进行钻孔取样或高压管路取样时，应缓慢操作阀门，防止气体高速喷出伤人或损坏设备。必要时应佩(穿)戴护目镜、防护面罩。

在可能存在静电积聚的场所，应采取防静电措施。

采样过程中应至少有两人在场，一人操作，一人监护。

应急准备：采样人员应熟悉避灾路线和应急联络方式。现场应备有必要的应急自救器材。

### 样品运输安全

装有油型气样品的容器(特别是高压采样钢瓶)在井下和地面运输时，应妥善固定，防止滚动、撞击和跌落。

高压钢瓶应旋紧瓶阀，戴好瓶帽。气袋应避免尖锐物体刺破。

运输车辆应符合危险品运输的相关规定(若适用)，并有明显警示标识。

### 实验室分析安全

个人防护：实验人员在操作油型气样品(尤其是高压或含有毒组分样品)和相关化学试剂时，应穿戴实验服、防护眼镜、耐化学品手套等。在通风橱内操作或可能接触有毒挥发性物质时，应佩戴合适的呼吸防护用品。

气体钢瓶安全：

高压气体钢瓶(载气、标准气、燃气等)应分类存放于通风良好、远离热源和火源的专用气瓶间或气瓶柜内，并可靠固定，防止倾倒。

使用时应连接合格的减压阀，定期检查管路气密性。严禁气体泄漏。

易燃气体(如H2) 和助燃气体(如O2)钢瓶不应混合存放。

仪器操作安全：

严格按照仪器操作规程进行，未经培训和授权的人员不得操作大型精密仪器。

气相色谱仪等使用氢气作为载气或燃气的仪器，开机前必须检查氢气管路无泄漏，停机时应先关氢气，后关加热。仪器附近应配备可燃气体报警器和适用的灭火器材。

涉及高温(如燃烧炉、裂解炉、烘箱、马弗炉)的设备，应注意防烫伤，周边不应放置易燃物。

化学品安全：熟悉所用化学试剂的安全数据说明书(SDS/MSDS) ，了解其理化性质、毒性、燃爆危险及应急处置措施。化学试剂的储存、使用应符合安全规定。

废弃物处理：实验室产生的废气(如GC尾气) 、废液、废弃样品、过期化学试剂等，必须按照国家和地方环境保护法规以及实验室废物处置程序进行分类收集、标识和无害化处理，严禁随意排放或丢弃。含汞废物的处理应特别注意。

应急预案与设施：实验室应制定针对气体泄漏、火灾、爆炸、化学品灼伤、触电等突发事件的应急预案，并定期组织演练。实验室应配备有效的通风系统、消防器材、紧急洗眼器、喷淋装置、急救箱等应急设施，并确保其随时可用。

附录A(规范性附录)

油型气关键参数计算与校正方法示例

# A.1油型气压缩系数(或z因子)的估算方法

油型气的压缩系数(或称偏差因子、Z因子)是表征真实气体与理想气体行为偏差的参数，对于准确计算油型气含量和储量至关重要。其值受气体组分、温度和压力的影响。在缺乏实测数据或精密状态方程计算软件时，可采用以下方法估算：

## A.1.1基于对比参数的图版法(如Standing-Katz图版)

1. 根据油型气的全组分分析结果，计算其临界温度(Tpc)和临界压力(Ppc)。对于混合气体，通常采用Kay氏混合法则(或其他更精确的混合法则)计算伪临界温度(T’c)和伪临界压力(P’c)。

Tc=2(yi.Tci)

P’c=2(yiPci)

其中yi为组分i的摩尔分数， Tci和Pci分别为组分i的临界温度和临界压力。对于含有非烃组分(如CO2，N2，H2S)的油型气，需要对伪临界参数进行校正(如Wichert-Aziz校正法)。

1. 计算对比温度(Tr)和对比压力(Pr)：

Tr=T/T’c(或校正后的T’c)

Pr=P/P’c(或校正后的P’c)

其中T和P为储集层的绝对温度和绝对压力。

1. 根据计算得到的Tr和Pr值， 在Standing-KatzZ因子图版上查得相应的Z值。

## A.1.2经验公式法(如Dranchuk-Abou-Kassem状态方程的简化应用)

存在一些基于对比参数的经验公式可以直接计算Z因子，但其适用范围和精度可能有限。使用时应注意其限制条件。

精确的Z因子计算通常需要借助专业的热力学计算软件，基于更复杂的状态方程(如AGA8-DC92，Peng-Robinson EOS， Soave-Redlich-Kwong EOS) 。

# A.2烷烃气碳同位素数据校正规程

为保证GC-IRMS分析结果的准确性和实验室间的可比性，需要对原始同位素数据进行校正。

1. 日常仪器性能检查与调谐：定期检查IRMS的灵敏度、分辨率、线性度和稳定性。使用已知同位素组成的纯CO2气体(工作参照气)进行日常校准，确保81C测量值与已知值一致。
2. 多点校准与漂移校正：使用至少两种(推荐三种或以上)经过国际标准物质(如IAEA-CH-6， NBS 22等) 标定的实验室工作标准烷烃气体(其δ¹³C(CH4)， δ¹³C(C2H6)等值已知且覆盖样品预期范围)，在每个分析序列的开始、中间和结束时进行分析。根据这些工作标气的测定结果与已知值的差异，对整个分析序列中的样品数据进行线性或非线性校正(也称”归一化”或”锚定”)，以消除仪器漂移和尺度压缩效应。
3. 空白与浓度效应校正(适用时)：对于低浓度样品或存在明显浓度效应 (即同位素值随组分浓度变化)的情况，可能需要进行空白扣除或浓度依赖性校正。
4. 质量控制样品：在每批样品中插入一个或多个独立的质量控制样品(已知同位素组成，但未用于校准)，其测定结果应在预设的接受范围内，以监控整个分析过程的准确性。

具体的校正策略应根据所用GC-IRMS系统的特性和实验室质量管理体系的要求制定。

# A.3"测压-抽采"一体化装置关键操作参考

(示意性描述，具体应参照设备说明书和现场作业规程)

1. 装置构成：主要由封孔管段(如总长22m，前端6m花管，外裹纱网；后端16m实管/护孔管)、压力表接口(通常为1/2英寸管箍)、抽采接口(通常为1英寸球阀及连接管)、尾管等组成。
2. 下入与封孔：钻孔至预定深度后，将一体化装置缓慢下入孔内，确保花管段对准目标储集层。采用速凝高效封孔材料(如马丽散、水泥浆)从孔底或指定位置开始向上封孔，确保封孔段长度和质量满足隔绝要求。
3. 压力测定：

初期压力恢复：封孔材料凝固后，关闭抽采球阀，连接精密压力表至压力表接口，监测压力恢复过程，直至稳定。

抽采中压力监测：若进行抽采，可打开抽采球阀，压力表可持续监测抽采负压或管内压力。

1. 安全注意事项：操作过程严格遵守煤矿安全规程；连接各部件时确保密封性；高压操作需谨慎；异常情况及时处理。

附录B(资料性附录)

典型煤矿油型气地球化学特征及图版参考

# B.1黄陇侏罗纪煤田典型油型气组分含量及碳同位素特征范围(参考)

以下数据主要根据相关研究文献中关于黄陇矿区油型气的信息综合整理，仅供参考，实际值因具体矿井、层位和采样条件而异。

## B.1.1三主要烃类组分：

甲烷(CH4)：含量变化范围较大，可从约13%至高达96%(vol)。平均值可能在70-80%左右。

乙烷(C2H6)：通常显著存在，含量可从百分之几到10%以上，甚至更高。

丙烷(C3H8)：含量通常次于乙烷，可从百分之几到10-30%(特定样品)。

丁烷(C4H1o，包括正丁烷和异丁烷)：含量通常低于丙烷，但仍可观。

戊烷及以上重烃(C5+)：通常也有检出，但含量相对较低。

## B.1.2非烃组分：

氮气(N2)：含量变化较大，可从痕量到百分之几，甚至更高(可能与空气混染或深源气体有关)。

二氧化碳(CO2)：含量通常不高，多在1-3%以下，但个别情况可能较高。

## B.1.3烷烃碳同位素：

δ¹³C(CH4)：典型范围-58‰至-30‰，常见于-40‰至-35‰。

δ¹³C(CzH6)：一般<-29‰，黄陇地区油型气乙烷可能更偏负，如-35‰至-30%范围。

碳同位素系列：通常呈现正序系列(δ¹³C(CH4)<δ¹³C(C2H6)<δ¹³C(C3H8)…)，但若存在混合或次生变化，可能出现异常。

准确的地球化学特征需通过本标准规定的方法对具体样品进行系统分析获得。

# B.2油型气成因判别图版示例及其应用说明

地球化学图版是综合多个参数判识天然气成因的常用工具。以下列举几种常见的图版及其在油型气判别中的应用思路：

## B.2.1伯纳德图版(Bernard Plot， δ¹³C(CH4) vs.C2/(C2+C3))：

横坐标为甲烷碳同位素δ¹³C(CH4) 值， 纵坐标为气体干燥系数C1/(C2+C3) (即甲烷含量除以乙烷和丙烷含量之和)。

该图版能较好地区分生物成因气(81C(CH4)极负，通常<-55%；C1/(C2+C3)极高，通常>1000)、煤型气(δ¹³C(CH4)较正，通常>-40%至-20‰；C2/(C2+C3)较高，通常在50-500范围)和油型气(δ13C(CH4) 居中或偏负，通常-55%%至-35‰；C1/(C2+C3)较低，通常<50，富含湿气)。

油型气样品通常落在图版中与石油伴生气、凝析气对应的区域。

## B.2.2 δ¹³C(CH4) vs.δD(CH4)图版：

综合甲烷的碳同位素和氢同位素组成进行判别。不同成因类型的天然气(生物气、腐泥型油型气、腐殖型煤型气、混合型气)在该图版上具有相对特征的分布区域。

油型气通常具有比典型煤型气更偏负的δD(CH4)值。

烷烃碳同位素系列图(δ¹³Cnvs.1/n，其中n为碳数)：

观察δ¹³C(CH4)、δ¹³C(C2H6) 、δ13C(C3Hs) 等随碳数增加的变化趋势。成熟的油型气和煤型气通常呈现δ13C值随碳数增加而变重的”正序”特征。但其斜率和截距可能反映母质类型和成熟度的差异。

若存在不同来源气体的混合或次生蚀变(如微生物氧化)，同位素系列可能出现异常(如”反序”)。

使用判别图版时，应注意图版本身的经验性和区域适用性，最好结合多种地球化学指标和地质背景进行综合判识。数据点的投影区域而非单一界线往往更有意义。

# B.3国内外油型气检测新技术简介

## B.3.1激光光谱分析技术：

可调谐二极管激光吸收光谱(TDLAS) ：对CH4、CO 2、H2S、CO等气体具有高选择性、高灵敏度、响应快、抗干扰能力强的特点。已广泛应用于便携式和固定式在线监测。原标准5.1.1(2)中提及的激光原理检测甲烷即为此类技术。

量子级联激光器(QCL)光谱技术：在中红外波段工作，可检测更多种类的烃类和非烃气体，灵敏度更高，适合复杂组分油型气的在线分析。

光声光谱(PAS)和腔增强吸收光谱(CEAS)：也是高灵敏度气体检测技术，正在逐步应用于环境和工业气体监测。

## B.3.2微型化与集成化传感器技术：

基于MEMS(微机电系统)技术的气体传感器，体积小、功耗低、成本有望降低，适合构建分布式无线传感器网络。

多传感器集成模块，可同时检测多种气体参数，并进行数据融合与智能识别。

井下原位质谱技术：小型化、防爆型的质谱仪开始尝试用于井下直接、快速、连续地分析气体组分和同位素，提供更丰富的地球化学信息。

无人机/机器人搭载检测技术：将气体传感器、热像仪等集成到无人机或巡检机器人上，对采空区、高冒区等人员难以进入的区域进行油型气泄漏巡检和浓度分布探测。

光纤传感技术：利用分布式光纤传感器(如基于拉曼散射或布里渊散射)监测沿光纤路径的温度、应变和特定气体浓度(需特种光纤或涂层)，可用于大范围、长距离的油型气泄漏或地压变化监测。

大数据与人工智能(AI)应用：结合多源监测数据(气体浓度、压力、温度、微震、地音等)，利用机器学习、深度学习等AI算法，构建油型气赋存预测模型、涌出预警模型、灾害风险动态评估系统，提升预测预警的准确性和时效性。

这些新技术的发展为煤矿油型气的精准探测、实时监测和智能预警提供了更多可能。本标准在制定时已考虑其发展趋势，鼓励在条件允许时积极探索和应用。