

采用 Agilent 990 微型气相色谱仪快速分析泥浆录井气

作者

Jie Zhang
安捷伦科技有限公司

前言

录井是为获取钻探区域岩性和液体含量信息而进行的探测过程。对气体种类和含量的监测是录井最关键的任务之一。在钻井过程中记录的准确的气体数据对正确评价储集层具有重要价值，能够精准定位可能被忽视的生产区域。气相色谱 (GC) 是在录井过程中主要使用的气体鉴定和测量技术。泥浆录井气中最常见的组分是甲烷；重烃组分如乙烷 (C₂)、丙烷 (C₃) 和丁烷 (C₄) 的存在则表示该区域可能为油气或湿气区。还需对 C₇ 及以下的重烃分子进行监测。

在录井过程中，分析速度是一个重要影响因素，因为单位钻井深度生成的信息越详细，储集层评价就越准确。安捷伦微型气相色谱仪是实现快速、可靠的录井气分析的理想色谱平台。990 微型气相色谱仪延续了上一代仪器的优势特征^[1]：紧凑、节能且分析速度快。除此之外，990 微型气相色谱仪还可提供更好的用户体验。分析通道的安装更加轻松，三步即可完成，仅耗时几分钟。仪器配备全彩触摸屏，用于显示仪器状态和关键设置，如网络设置、可用的仪器许可证和固件版本。标准柜版本可容纳两个分析通道。将两个标准版主机与一个主板和一个 LCD 触摸屏集成，可轻松获得扩展柜版本。扩展后最多可容纳四个通道。此外还开发了动态电子气体控制 (DEGC) 模块，提高了压力控制的精度、准确度和稳定性。

本研究展示了采用 990 微型气相色谱平台对泥浆录井过程中烃类的分析。将配备了两个分析通道的标准版仪器用于 C₁-C₅ 烃类物质的分析。另将配备了三个通道的扩展版仪器用于泥浆录井气重烃组分 (C₆ 及以下烃类) 的分析。

表 1 和表 2 显示了每个通道的测试条件。使用模拟的录井标气进行配置验证。表 3 列出了样品的详细信息。

标准录井分析

对 C₁-C₅ 的烃类物质进行了分析。使用 4 m CP-PoraPLOT Q 通道（直型 DEGC 选件，无预柱反吹）对丙烷、丁烷、异丁烷、戊烷和异戊烷进行了分析。使用带反吹选件的 10 m CP-PoraPLOT Q 通道对 C₁ 和 C₂ 进行了分析。反吹选件用于在重烃组分进入分析柱之前将其从预柱中吹扫出来。该步骤有助于缩短分析时间，否则 10 m PPQ 色谱柱上重烃组分的晚洗脱可能会导致分析时间的延长。

扩展录井分析

对 C₈ 及以下的烃类物质进行了分析。使用 10 m CP-PoraPLOT Q 通道（反吹 DEGC 选件）对 C₁-C₂ 的烃类物质和 CO₂ 进行了分析；使用带反吹选件的 4 m CP-Sil 5CB 色谱柱对 C₃-C₅ 的烃类物质进行了分析。在此通道上，对于重于 C₅ 的分析物，在其进入分析柱之前对其进行反吹，有助于确保在较短的时间内完成分析，以及下一次分析能够获得干净的基线。使用 4 m CP-Sil 5CB 通道（直型 DEGC 选件）对 C₆-C₈ 的烃类物质进行了分析。

仪器

标准录井分析		扩展录井分析	
通道类型	分析组分	通道类型	分析组分
10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道	C ₁ 、C ₂ 和 CO ₂	10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道	C ₁ 、C ₂ 和 CO ₂
4 m CP-PoraPLOT Q 直型通道	C ₃ -C ₅	4 m CP-Sil 5CB 反吹通道	C ₃ -C ₅
		4 m CP-Sil 5CB 直型通道	C ₆ -C ₈

表 1. 标准录井气分析的测试条件

	通道类型	
	10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道	4 m CP-PoraPLOT Q 直型通道
载气	氦气	氦气
进样器温度	110 °C	110 °C
进样时间	40 ms	40 ms
柱头压	240 kPa	200 kPa
柱温	60 °C	150 °C
反吹时间	5.5 秒	不适用

表 2. 扩展录井气分析的测试条件

	通道类型		
	10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道	4 m CP-Sil 5CB 反吹通道	4 m CP-Sil 5CB 直型通道
载气	氦气	氦气	氦气
进样器温度	110 °C	110 °C	110 °C
进样时间	40 ms	80 ms	40 ms
柱头压	240 kPa	150 kPa	200 kPa
柱温	60 °C	60 °C	120 °C
反吹时间	5.5 秒	13 秒	不适用

表 3. 模拟录井气

化合物编号	化合物名称	浓度 (mol/mol)
1	甲烷	2.02%
2	乙烷	0.251%
3	丙烷	997 ppm
4	异丁烷	495 ppm
5	丁烷	300 ppm
6	异戊烷	173 ppm
7	戊烷	204 ppm
8	己烷	52.6 ppm
9	甲基环戊烷	50.1 ppm
10	苯	49.1 ppm
11	环己烷	47.7 ppm
12	庚烷	49.0 ppm
13	甲基环己烷	49.2 ppm
14	甲苯	49.3 ppm
15	辛烷	50.4 ppm
16	氮气	平衡气

结果与讨论

图 1 显示了在 10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道上分离甲烷和乙烷获得的色谱图。模拟录井气中不含 CO₂。进样含甲烷、CO₂ 和乙烷的天然气标准品，以找到 CO₂ 峰位置。如果实际录井样品中含有 CO₂，则可将图 1B 中的色谱图作为参考。图 2 显示了在 4 m CP-PoraPLOT Q 通道上获得的 C₃-C₅ 烃类化合物的色谱图。在录井过程中，分离速度是气相色谱分析面临的一大挑战。990 微型气相色谱仪通过在不同的通道上分析样品中的不同组分解决了整个样品的分离问题。根据所要分离的分析物的不同，每个通道可以选择最适合的固定相类型并优化柱头压和柱温。此分析方法有助于加快总体分析速度。分析时间由分离时间最长的通道决定。在标准录井分析中，每个通道的分离可在 30 秒内完成。综合不同通道的分析结果，可获得整个样品的完整定性和定量信息。

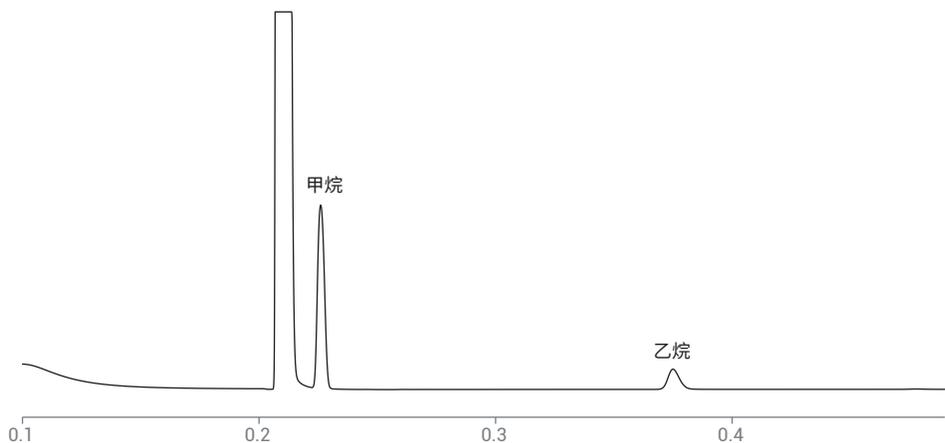


图 1A. 标准录井分析，通道 1：在 10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道上进行甲烷和乙烷分析

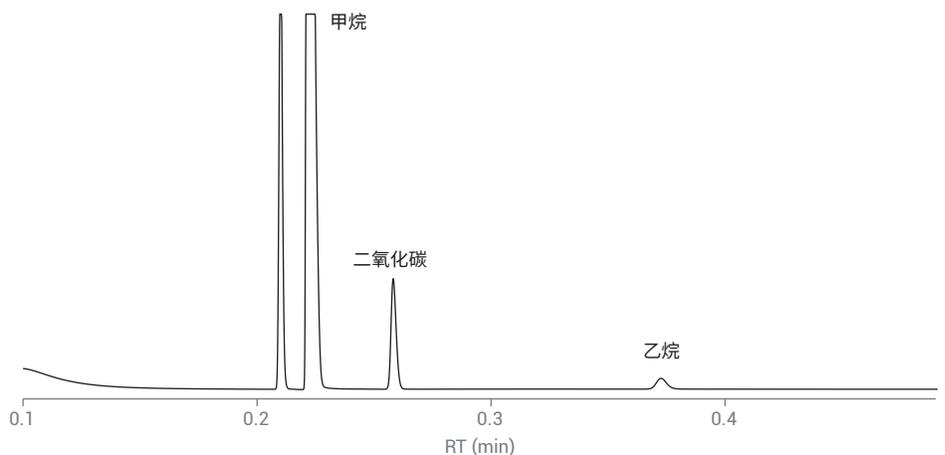


图 1B. 标准录井分析，通道 1：在 10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道上分析天然气标准品，确定 CO₂ 峰

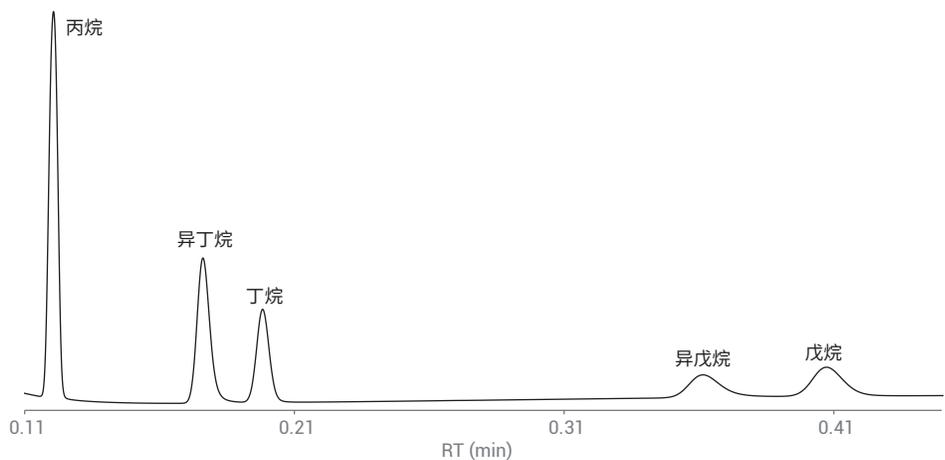


图 2. 标准录井分析，通道 2：在 4 m CP-PoraPLOT Q 直型通道上分析 C₃-C₅ 组分

表 4A 和 4B 展示了 10 次进样的保留时间 (RT) 和峰面积重现性。峰面积 RSD% 低于 0.2%，RT RSD% 在 0.003%–0.02% 范围内。该结果表明，990 微型气相色谱仪具有优异的性能，能够确保定性和定量结果的高度可靠性。

表 4A. 10 m CP-PoraPLOT Q 和 4 m CP-PoraPLOT Q 通道 10 次连续进样的峰面积精度

化合物	甲烷	乙烷	丙烷	异丁烷	丁烷	异戊烷	戊烷
峰面积 (mv × s)	8.568	1.585	1.429	0.806	0.512	0.312	0.386
	8.567	1.585	1.429	0.806	0.511	0.312	0.386
	8.566	1.586	1.429	0.806	0.511	0.311	0.386
	8.574	1.586	1.429	0.806	0.512	0.313	0.385
	8.576	1.588	1.430	0.805	0.511	0.312	0.386
	8.576	1.588	1.430	0.806	0.512	0.311	0.386
	8.565	1.587	1.429	0.805	0.511	0.311	0.386
	8.566	1.585	1.430	0.805	0.511	0.312	0.386
	8.581	1.588	1.430	0.805	0.512	0.312	0.386
	8.568	1.587	1.430	0.806	0.511	0.312	0.386
峰面积 RSD%	0.065	0.080	0.037	0.064	0.101	0.203	0.082

表 4B. 10 m CP-PoraPLOT Q 和 4 m CP-PoraPLOT Q 通道 10 次进样的 RT 和 RT 重现性

化合物	甲烷	乙烷	丙烷	异丁烷	丁烷	异戊烷	戊烷
RT (min)	0.224	0.373	0.121	0.176	0.198	0.362	0.407
RT RSD%	0.003	0.004	0.011	0.033	0.006	0.003	0.003

扩展录井分析的通道 1 与标准版相同：
10 m CP-PoraPLOT Q 反吹通道，用于甲
烷、CO₂ 和乙烷的分析。图 3 显示了在通
道 2（4 m CP-Sil 5CB 反吹通道）上获得
的 C₃-C₅ 组分的色谱图。

图 4 显示了在通道 3（4 m CP-Sil 5CB 直
型通道）上获得的 C₆-C₈ 组分的色谱图。
最后一个峰（辛烷）在 35 秒内完成洗
脱。表 5 显示了在扩展录井配置中分析
C₃-C₈ 组分获得的 RT 和峰面积 RSD%。
C₃-C₈ 组分的 RT RSD% 低于 0.02%，峰
面积 RSD% 低于 1%，该结果证明 990 能
够实现稳定的压力和柱温控制，并且 990
TCD 具有优异的响应重现性。

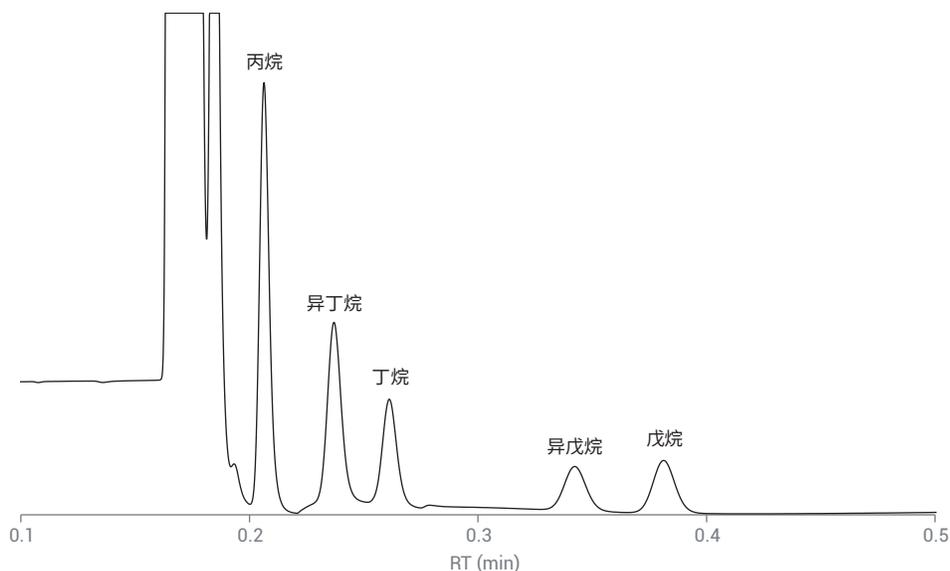


图 3. 扩展录井分析，通道 2：在 4 m CP-Sil 5CB 反吹通道上进行 C₃-C₅ 化合物分析

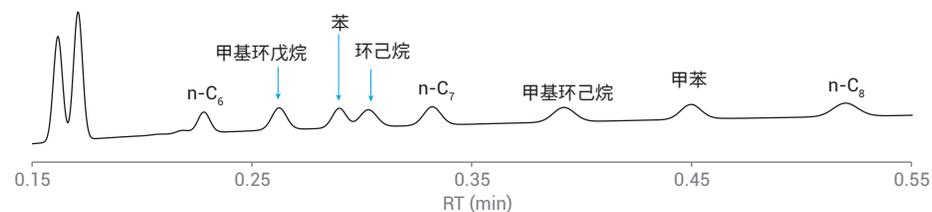


图 4. 扩展录井分析，通道 3：在 4 m CP-Sil 5CB 直型通道上进行 C₆-C₈ 化合物分析

表 5. 扩展录井分析的 RT 和峰面积重现性（4 m CP-Sil 5CB 反吹通道分析 C₃-C₅，4 m CP-Sil 5CB 直型通道分析 C₆-C₈）

化合物	RT/min	RT RSD%	峰面积 (mv × s)	峰面积 RSD%
丙烷	0.206	0.02	0.446	0.144
异丁烷	0.237	0.018	0.294	0.184
丁烷	0.261	0.011	0.162	0.060
异戊烷	0.342	0.007	0.104	0.169
戊烷	0.381	0.008	0.125	0.082
己烷	0.228	0.004	0.051	0.33
甲基环戊烷	0.262	0.006	0.077	0.571
苯	0.290	0.006	0.065	0.219
环己烷	0.303	0.006	0.068	0.221
庚烷	0.332	0.006	0.074	0.547
甲基环己烷	0.392	0.009	0.075	0.290
甲苯	0.450	0.007	0.071	1.024
辛烷	0.520	0.008	0.078	0.768

结论

本研究表明，使用 Agilent 990 微型气相色谱仪能够实现录井气的快速分析。分别使用双通道标准配置和三通道扩展配置对 C₁-C₅ 的烃类物质和 C₁-C₈ 的烃类物质进行了分析。每个通道的分析速度经过优化，可在 35 秒内完成分析。出色的 RT 和峰面积重现性证明 990 微型气相色谱仪是快速可靠地进行录井气分析的理想平台。

参考文献

1. Van Loon, R. 录井 — 采用安捷伦微型气相色谱仪快速分析录井气，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5991-2699CHCN，**2013**

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2019
2019 年 8 月 7 日, 中国出版
5994-1039ZHCN