

DIN ISO 18871

ICS 73.020

Einsprüche bis 2015-08-05

Entwurf**Verfahren zur Bestimmung von Gasinhalten (ISO/DIS 18871:2015);
Text Deutsch und Englisch**

Method of determining gas content (ISO/DIS 18871:2015);
Text in German and English

Procédé pour déterminer le contenu du gaz (ISO/DIS 18871:2015);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-06-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an noeg@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Erdöl- und Erdgasgewinnung (NÖG), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 62 Seiten

DIN-Normenausschuss Erdöl- und Erdgasgewinnung (NÖG)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Begriffe	5
3 Prüfgerät	7
3.1 Desorptionsbehälter	7
3.2 Messgerät	7
3.3 Thermostat	8
3.4 Temperaturmesseinrichtungen	8
3.5 Barometer	9
3.6 Elektronische Waage (Oberlast).....	9
3.7 Standardsieb	9
3.8 Kohlenbrecher.....	9
3.9 Schlauchleitung	9
3.10 Gasprobenflaschen	10
3.11 Füllmittel	10
3.12 Schnellverbindungsstück	10
3.13 Gasanalysegerät	10
4 Probenahme	10
4.1 Vorbereitung der Probenahme	10
4.1.1 Desorptionsbehälter	10
4.1.2 Messgerät	10
4.1.3 Thermostat	10
4.2 Probenahmeprinzip	11
4.2.1 Probenqualität.....	11
4.2.2 Probenahmedauer	11
4.3 Durchführung der Probenahme	11
4.3.1 Kernproben.....	11
4.3.2 Bohrkleinproben	12
4.3.3 Stückkohlenproben	12
4.3.4 Aufzuzeichnende Parameter.....	12
5 Messverfahren und -prozess	12
5.1 Verwendung von Kernproben	12
5.1.1 Natürliche Desorption	12
5.1.2 Restgasmessung	14
5.1.3 Gasprobenahme, Analyse der Zusammensetzung und Isotopenanalyse	14
5.2 Verwendung von Bohrklein- oder Stückkohlenproben	15
5.2.1 Q2-Messung	15
5.2.2 Q3-Messung	16
6 Datenverarbeitung	16
6.1 Umrechnung des desorbierten Gasvolumens	16
6.2 Angabe des Gasinhalts	16
6.3 Berechnung der Gaszusammensetzung	17
6.4 Berechnung des Gasinhalts	17
6.4.1 Berechnung des verlorenen Gases (Q1)	17
6.4.2 Berechnung des Gasdesorptionsinhalts (Q2)	19
6.4.3 Berechnung des Restgasinhalts (Q3).....	19
6.4.4 Berechnung des freien Gasinhalts	19

6.4.5	Berechnung des Gasinhalts	20
6.5	Berechnung der Adsorptionszeit.....	20
6.6	Anforderungen an die numerische Genauigkeit	21
7	Messbericht.....	21
8	Anmerkungen zur Qualität.....	21
8.1	Anmerkungen zur Qualität der Probenahme	21
8.1.1	Situationen, die in den Aufzeichnungen erwähnt werden sollten.....	21
8.2	Anmerkungen zur Qualität des Messvorgangs	21
8.3	Schlussfolgerungen der Anmerkungen zur Qualität	22
8.3.1	Qualifizierte Proben.....	22
8.3.2	Referenzproben	22
8.3.3	Verwerfen	22
	Anhang A (normativ) Rohdaten der natürlichen Gasdesorption.....	23
	Anhang B (normativ) Originaldatentabelle für verlorenes Gas	24
	Anhang C (normativ) Berechnung des verlorenen Gasvolumens für Probe XX (direktes Verfahren).....	25
	Anhang D (normativ) Kumulative Gasdesorptionskurve für Probe XX	26
	Anhang E (normativ) Messergebnistabelle für den CBM-Inhalt	27
	Anhang F (normativ) Probenahmeformular für Bohrung im Kohleflöz	28
	Anhang G (normativ) Probenahmeformular für Kernbohrung	29
	Anhang H (normativ) Laborprüfformular	30
	Anhang I (normativ) Kurzbericht	31
	Literaturhinweise	32

Nationales Vorwort

Diese Deutsche Norm ist die Übernahme der Internationalen Norm ISO/DIS 18871:2015, die unter Mitwirkung der deutschen Experten des Arbeitskreises NA 109-00-01-63 AK „Kohleflözgas“ im DIN-Normenausschuss Erdöl- und Erdgasgewinnung (NÖG) im internationalen Komitee ISO/TC 263 „Coalbed methane (CBM)“ erarbeitet wurde.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des ISO/DIS 18871 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm enthält eine Verfahrensweise für die Messung des Kohleflözmethaninhalts von Kohlenkernproben, die durch Kernbohrung oder Seitenkernbohrung während der Bohrlochbohrung entnommen wurden. Wenn das Gerät zur Bestimmung des Kohleflözmethaninhalts nach einer entsprechenden nationalen Norm nicht verfügbar ist, ist die Norm auch auf Bohrkleinproben anwendbar. Bei der Auswahl des geeignetsten Verfahrens sind der Zweck der Prüfung und die Möglichkeiten der Probenahme zu berücksichtigen.

Diese Norm gilt für das direkte Verfahren zur Messung des Kohleflözmethaninhalts. Sie enthält Referenzgrundlagen für Prüfgerät, Probenvorbereitung, experimentelle Verfahren und Berechnungsverfahren. Indirekte Verfahren zur Messung des Gasinhalts von Kohle (nicht Gegenstand dieser Norm) beruhen im Allgemeinen auf den Gassorptionseigenschaften von Kohle unter festgelegten Druck- und Temperaturbedingungen.

Diese Norm enthält drei Arten direkter Messverfahren: konventionelle Desorption (langsame Desorption) von Kernproben, schnelle Desorption von Kernproben, schnelle Desorption von Bohrklein- oder Stückkohlenproben. Diese unterscheiden sich in der Zeit, die für die Desorption des Gases vor dem abschließenden Zerkleinern zur Verfügung steht, sowie in der Größe und Form der Probe.

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Methaninhalts von Kohle während der Erkundung von Kohle und Kohleflözmethan. Die Bestimmung des freien Gasinhalts von Kohlesorten mit niedrigem Inkohlungsgrad ist enthalten.

Die Vorgehensweise zur Bestimmung des freien Gasinhalts von Kohlesorten mit niedrigem Inkohlungsgrad sollte festgelegt werden.

Alle in dieser Norm verwendeten und in Bezug genommenen Einheiten sind internationale Standard-Einheiten. Die Referenztemperatur beträgt, sofern nicht anders angegeben, 0 °C (273,15 K). Der Referenzdruck beträgt, sofern nicht anders angegeben, 0,1 MPa (1 bar).

Die Norm weist nicht auf alle in Zusammenhang mit ihrer Anwendung bestehenden potenziellen Sicherheitsgefährdungen hin. Die Anwender sind dafür verantwortlich, angemessene Sicherheitsmaßnahmen und Gesundheitsvorkehrungen zu ergreifen, wenn sie die in dieser Norm festgelegten Verfahren anwenden.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Kohleflözgasinhalt

die unter natürlichen Bedingungen in einer Masseneinheit Kohle enthaltene Gasmenge; die Summe aus Q1, Q2 und Q3

2.2

Kohleflözmethaninhalt

Methan ist gewöhnlich der Hauptbestandteil von Kohleflözgas: Die Begriffe „Kohleflözmethan“, „Kohleflözgas“ und „Grubengas“ werden häufig synonym verwendet.

Ist ein anderer Bestandteil als Methan der vorherrschende Bestandteil von Kohleflözgas, sollte dies ausdrücklich angegeben werden.

2.3

Q1 (verlorenes Gas)

Gasverlust aus der Probe nach deren Entnahme aus der In-situ-Position und vor dem Einschließen im Behälter. Die Angabe erfolgt als Volumen (unter Normbedingungen) je Masseneinheit Kohle

2.4**Q2 (messbares Gas)**

messbares Gas, desorbiert bei Atmosphärendruck aus der ungemahlene Kohlenprobe; angegeben als Mengenanteil je Masseneinheit Kohle

2.5**Q3 (Restgas)**

Gas, das noch in der Kohle enthalten ist, bevor diese gemahlen wird; angegeben als Mengenanteil je Masseneinheit Kohle

2.6**konventionelle Desorption (langsame Desorption)**

volumetrische Messungen des Gasinhalts im Behälter werden während der ersten (2 bis 6) Stunden regelmäßig (in Abständen von 5 Minuten) vorgenommen, gefolgt von stündlichen Messungen über mehrere Stunden und anschließend Messungen in 24-h-Abständen bis über einen längeren Zeitraum keine oder eine sehr geringe Gasdesorption vorliegt

2.7**schnelle Desorption**

ein Verfahren zur Bestimmung des Gasinhalts, bei dem der Verlauf der Gasdesorption aus der Kohlenprobe nicht ermittelt wird. Die Messungen erfolgen über einen Zeitraum, der gewöhnlich weniger als 1 Tag beträgt

2.8**Probenahme**

Entnahme eines repräsentativen Teils Kohle aus einem Kohleflöz

2.9**Kernprobe**

ein zylindrischer Abschnitt von Gestein (Kohle) mit gewöhnlich 5 cm bis 10 cm Durchmesser, der als Teil des Bereichs, in den der Kernbohrer eingedrungen ist, entnommen und für die geologische Untersuchung, repräsentative Probenahme und Laboranalyse an die Oberfläche aufgeholt wurde

2.10**Bohrkleinprobe**

Fragmente, Splitter, Partikel von Gestein (Kohle) mit einer Größe von gewöhnlich ≤ 5 mm, die aufgrund der Einwirkung des Bohrers abbrechen und durch den Bohrkreislauf an die Oberfläche gelangen

2.11**Stückkohlenprobe**

Kohlenfragmente oder Teile davon, die während des Prozesses von Abbau oder Erschließung bei Betrieb eines Kohlenbergwerks, bei Transport oder Lagerung von Kohle oder bei manueller Entnahme aus einem Kohleflöz oder einer ungestörten Kernprobe abgebrochen werden. Die Größe liegt über der von Bohrklein und unter dem Innendurchmesser des für den Transport und die Desorption verwendeten Behälters

2.12**Kohle mit niedrigem Inkohlungsgrad**

der Wärmeentwicklungsgrad der Kohle oder des Gesteins ist niedrig, der Höchstwert der Vitritreflexionsfähigkeit einer in Öl eingetauchten Probe ist $R_{o,max} \leq 0,65$ %, einschließlich Lignit und Flammkohle

ANMERKUNG In Bezug auf ISO 11760

2.13**Kohle mit hohem Inkohlungsgrad**

der Wärmeentwicklungsgrad der Kohle oder des Gesteins ist hoch, der Mittelwertwert der zufälligen Vitritreflexionsfähigkeit einer in Öl eingetauchten Probe ist $R_{o,ran} \geq 2,0$ %, einschließlich Anthrazitkohle

3 Prüfgerät

3.1 Desorptionsbehälter

Der Desorptionsbehälter ist ein dicht verschließbarer Behälter, in den die Kohlenproben eingebracht werden, um deren Gasinhalt zu bestimmen. Der Behälter sollte so ausgelegt sein, dass die Kohle schnellstmöglich in einen druckdichten Zustand gebracht werden kann.

Die Behälter sollten leicht zu handhaben und zu befüllen sein sowie schnell zu schließen, um einen gasdichten Raum zu bilden.

Der Werkstoff des Behälters darf Kohleflözgas nicht absorbieren oder mit Bohrspülung und Kohleflözgas reagieren. Daher wird die Verwendung von Aluminiumlegierung, beschichtetem Aluminium, PVC und/oder nichtrostenden Stahlsorten empfohlen.

Bei Verwendung von Kernproben muss der Behälter ein Volumen von mehr als 1 000 cm³ und einen geeigneten Innendurchmesser aufweisen. Er sollte bis zu einem Druck von 0,3 MPa gasdicht bleiben.

Bei Verwendung von Bohrklein- oder Stückkohlenproben muss das Behältervolumen ≥ 500 cm³ sein. Das Verhältnis von Behältervolumen zu Probenvolumen muss zwischen 70 und 150 liegen. Der Desorptionsbehälter muss mit einem Absperrventil und einer Gummischlauchleitung zum Anschließen an ein Gasmessgerät und Gasanalysegerät ausgestattet sein (Bild 1).

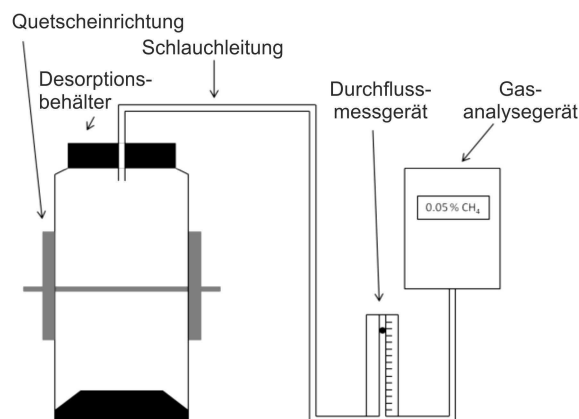


Bild 1 — Desorptionsbehälter in Verbindung mit einem Gasmessgerät

3.2 Messgerät

Die Messung des desorbierten Gasvolumens kann entweder durch die Verdrängung von Wasser (Verdrängungsverfahren) oder durch Spülen des Brecherkopfes mit einem festgelegten Luftvolumen und anschließende Analyse der Gaszusammensetzung (Spülungsverfahren) erfolgen.

Für das Verdrängungsverfahren wird ein graduierter Messzylinder (Bürette) verwendet. Volumen und Skala des Messzylinders müssen dem Desorptionsvolumen angemessen sein. Messzylinder und Lagerbehälter sind vorzugsweise aus Glas. Messungen des Gasvolumens werden bei Atmosphärendruck durch Einstellen der Flüssigkeitsfüllstände in Schlauch und Auffangbecher durchgeführt. Der kleinste Wert der Skaleneinteilung darf 10 cm³ nicht überschreiten. Der Messzylinder wird an der Unterseite an einen Lagerbehälter und an der Oberseite an die Oberseite des Desorptionsbehälters angeschlossen. Die Verbindungsleitungen müssen aus flexiblem und gasdichtem Kunststoff oder Gummi bestehen.

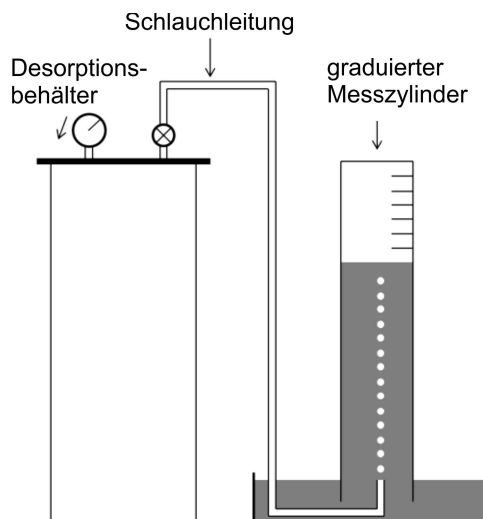


Bild 2 — Desorptionsbehälter mit graduiertem Messzylinder zur Aufnahme desorbierten Gases

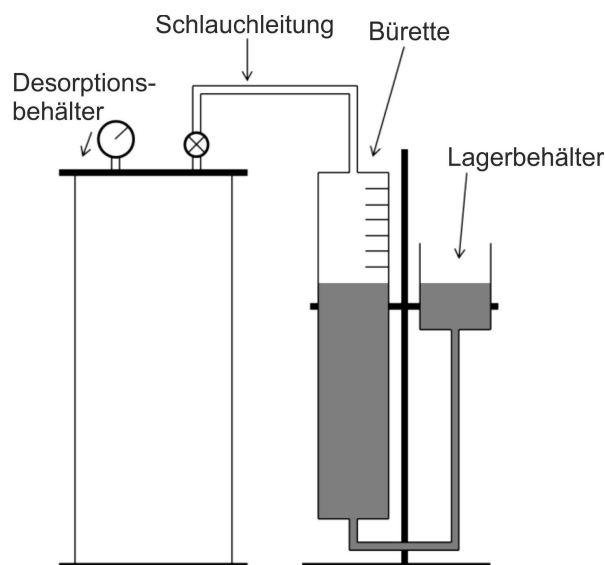


Bild 3 — Desorptionsbehälter mit graduierter Bürette und Lagerbehälter für Druckausgleich

Für das Spülungsverfahren wird ein festgelegtes Luftvolumen durch den Gasraum des Brechers geleitet und in einem vorzugsweise aus Glas bestehenden Behälter aufgefangen. Der Auffangbehälter muss mittels flexibler Schlauchleitung an das Gasanalysegerät [siehe 3.13] angeschlossen sein. Die Verbindungsleitungen müssen aus flexiblem und gasdichtem Kunststoff oder Gummi bestehen.

3.3 Thermostat

Ein Wasser-, Öl- oder Luftthermostat mit Temperaturstabilität und Regelgenauigkeit von $\pm 1\text{ °C}$ ist zu verwenden.

3.4 Temperaturmesseinrichtungen

Temperaturwerte sollten mit einer Genauigkeit von 1 °C oder besser gemessen werden. Der Temperaturbereich der Messeinrichtungen (Thermometer, Thermoelement, Widerstandsthermometer) sollte sowohl die Umgebungstemperatur als auch die Temperatur im Thermostat zur Aufnahme der Desorptionsbehälter abdecken. Gewöhnlich entspräche dies einem Bereich von 10 °C bis 80 °C .

3.5 Barometer

Der Messbereich des Barometers für das Messen des Umgebungsdrucks sollte den örtlichen Umgebungsdruckbereich abdecken. Der Skaleneinteilungswert sollte 0,1 kPa sein.

3.6 Elektronische Waage (Oberlast)

Eine elektrische Oberlast-Präzisionswaage (Genauigkeit $\pm 1\%$) mit angemessener Belastbarkeit wird für das Wägen der leeren und der gefüllten Behälter verwendet.

3.7 Standardsieb

Das Sieb muss eine Maschenweite von 60 (maximale Korngröße 2 mm) aufweisen.

3.8 Kohlenbrecher

Ein Kohlenbrecher ist für das Mahlen der Kohle erforderlich, damit das gesamte enthaltene Gas schnell freigesetzt wird.

Bei der konventionellen Desorptionsprüfung werden die Proben während der Restgasprüfung im Messprozess vollständig aufgebrochen.

Bei Anwendung des Verdrängungsverfahrens muss der Brecher gasdicht und mit einem Adapter für das Anschließen einer Gummi- oder Kunststoffschlauchleitung ausgestattet sein, um das Gas zum Messgerät zu leiten (Bild 4). Der Gasraum des Brechers ist auf ein Mindestmaß zu begrenzen.

Bei Anwendung des Verfahrens der Wasserverdrängung ist die Dichtheit des Brechers an den Spülungsprozess anzupassen. Das während des Zerkleinerns freigesetzte Gas ist mit der zugeführten Luft vollständig zu vermischen, wobei das gesamte Gas im Auffangbehälter aufgefangen wird.

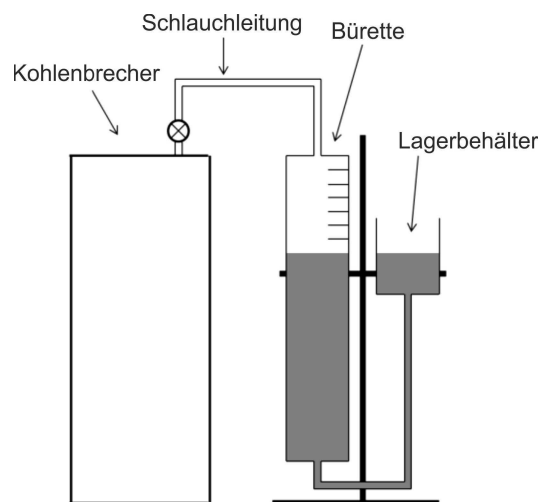


Bild 4 — Kohlenbrecher mit graduierter Bürette und Lagerbehälter für Druckausgleich

3.9 Schlauchleitung

Der Werkstoff der Schlauchleitung darf Kohleflözmethan nicht adsorbieren und nicht damit reagieren.

3.10 Gasprobenflaschen

Gasprobenflaschen werden für das Auffangen von Proben für die anschließende Analyse verwendet. Das Volumen der Gasprobenflasche darf 100 cm³ nicht unterschreiten.

3.11 Füllmittel

Flaschen, Glaskugeln und Hohlröhren werden verwendet, um das leere Volumen des Desorptionsbehälters zu verringern. Diese sollten aus Werkstoffen bestehen, die Kohleflözmethan nicht adsorbieren und nicht damit reagieren.

3.12 Schnellverbindungsstück

Ein Schnellverbindungsstück ist eine Rohrleitungsarmatur, die für leichtes und schnelles Anschließen und Trennen ausgelegt ist.

3.13 Gasanalysegerät

Das Gasanalysegerät muss mit Sensoren für die Hauptbestandteile des adsorbierten Gases ausgestattet sein, mindestens mit einem Sensor für Methan, vorzugsweise mit einem Infrarotsensor. Die Genauigkeit des Gasanalysegeräts muss $\pm 5\%$ des Messwertes betragen oder besser sein.

4 Probenahme

4.1 Vorbereitung der Probenahme

Der Behälter (3.1) muss ein Volumen von mehr als 1 000 cm³ und einen für Kohlenkernproben geeigneten Durchmesser aufweisen und bis zu einem Druck von 0,3 MPa gasdicht bleiben. Der Werkstoff des Behälters darf Kohleflözmethan nicht absorbieren und nicht mit Bohrspülung oder Kohleflözmethan reagieren. Daher wird die Verwendung von Aluminiumlegierung, beschichtetem Aluminium, PVC und nichtrostenden Stahlsorten empfohlen.

4.1.1 Desorptionsbehälter

Alle Desorptionsbehälter (3.1) für die Messung des Kohleflözmethaninhalts müssen vor der Verwendung eine Luftdichtheitsprüfung bestehen. Für diese Prüfung ist der Desorptionsbehälter unter Verwendung von Luft mit einem Druck von 0,3 MPa zu beaufschlagen. Der Behälter ist einsetzbar, wenn der Druck innerhalb von 12 Stunden um nicht mehr als 0,001 MPa fällt (nicht anwendbar).

4.1.2 Messgerät

Vor der Verwendung ist das Messgerät mit Wasser zu füllen und einzuschalten, um dessen Luftdichtheit und Leistung zu überprüfen.

4.1.3 Thermostat

Bevor die Kohlenproben in den Behälter für die Desorptionsprüfung gefüllt werden, ist der Thermostat auf die Lagerstättentemperatur einzustellen. Für die Stabilisierung des Thermostats bei dieser Temperatur ist ausreichend Zeit vorzusehen.

4.2 Probenahmeprinzip

4.2.1 Probenqualität

4.2.1.1 Probenqualität von Kernproben

Die Masse der in einen Behälter gefüllten Kohlenprobe darf 800 g nicht unterschreiten

Ist die entnommene Kohlenkernprobe nicht ausreichend, die Messung aber dennoch erforderlich, darf die Mindestmasse der Probe nicht weniger als 300 g betragen; in diesem Fall könnte nur Desorptionsgas gemessen werden. Dieser Umstand ist ausdrücklich im Bericht anzugeben.

4.2.1.2 Anforderungen für Bohrklein- und Stückkohlenproben

Bei Proben aus Bohrungen im Kohleflöz ist Bohrklein mit einer festgelegten Korngröße, vorzugsweise ≥ 2 mm, vom hinteren Ende des Bohrlochs zu entnehmen, ohne Kohlenproben von unterschiedlichen Stellen des Bohrlochs miteinander zu vermischen.

Bohrklein- und Stückkohlenproben müssen eine Masse von etwa 10 g aufweisen. Die tatsächliche Masse der Kohlenprobe muss dem Desorptionsbehälter angemessen sein.

Als Probe kann auch aus dem Bohrkern entnommene Stückkohle verwendet werden. Die Masse muss etwa 10 g betragen.

In beiden Fällen muss die Probe trocken sein. Andernfalls ist ein geeignetes Trocknungsmittel in den Desorptionsbehälter hinzuzufügen.

Die Probenahme der Bohrkleinproben muss vorzugsweise durch schnelles Absaugen durch einen hohlen Bohrstrang erfolgen. Proben müssen nachweisbar aus dem hinteren Bereich der entgasten Zone entnommen werden.

4.2.2 Probenahmedauer

Die Probenahmedauer ist die tatsächliche Zeit zwischen dem Erreichen der unverritzten Kohle mit der Probenahmeeinrichtung und dem Einschließen der Kohlenprobe im Desorptionsbehälter.

Bei Kernproben ist die Zeit, in der die Kohlenproben zum Bohrlochkopf aufgeholt werden, wie folgt festgelegt:

Die Kernaufholzeit sollte weniger als 2 min je 100 m betragen.

Nach dem Erreichen der Oberfläche sollten die Proben innerhalb von 10 min im Behälter eingeschlossen werden.

4.3 Durchführung der Probenahme

Die Ausrüstung sollte aufgestellt und eingestellt sein, bevor der Bohrer in den Kohleflöz eindringt, der Techniker für die Probenahme muss vor Ort eintreffen.

4.3.1 Kernproben

Nachdem die Kernprobe aus dem Bohrlochkopf aufgeholt wurde, ist das Kernrohr schnellstmöglich zu öffnen. Mit Hilfe des Probenahmepersonals muss der Geologe rasch Fotos machen, kurze Beschreibungen erstellen, kohlefremdes Material und Bohrschlamm entfernen, die Kernprobe schnell entsprechend der Ausrichtung im Kohleflöz in den Desorptionsbehälter einbringen und den Kern ohne Zusammenpressen einschließen.

Bei Proben für die Bestimmung des CBM-Inhalts sollte der Behälter bis auf 1 cm unterhalb seiner Oberkante gefüllt werden. Reicht die Probenmenge für das Füllen des Behälters nicht aus, sollten inerte nicht adsorbierende Füllmittel verwendet werden, um das leere Volumen des Behälters zu verringern. Das maximale leere Volumen im Behälter sollte 1/4 des Behältervolumens nicht überschreiten.

4.3.2 Bohrkleinproben

Vor der Probenahme müssen alle Desorptionsbehälter gereinigt, auf mögliche Undichtheiten überprüft und etikettiert werden. Die Desorptionsbehälter sind unmittelbar vor der Probenahme mit Luft zu spülen.

Nach der Entnahme des Bohrkleins aus dem Bohrloch muss das Bohrklein mit einem geeigneten Sieb getrennt werden. Die als Probe verwendete Teilmenge muss eine festgelegte Korngröße aufweisen [vorzugsweise ≥ 2 mm]. Die Probe ist schnellstmöglich im Desorptionsbehälter einzuschließen. Bei Bohrung im Kohleflöz darf die Probenahmedauer nicht mehr als 3 min betragen.

4.3.3 Stückkohlenproben

Vor der Probenahme müssen alle Desorptionsbehälter gereinigt, auf mögliche Undichtheiten überprüft und etikettiert werden. Bei Untertage-Probenahme sind die Desorptionsbehälter unmittelbar vor der Probenahme mit Luft zu spülen. Nach der Entnahme des Bohrkerns aus dem Bohrloch ist diesem eine Stückkohlenprobe zu entnehmen. Die Probe ist schnellstmöglich im Desorptionsbehälter einzuschließen.

4.3.4 Aufzuzeichnende Parameter

Die folgenden maßgebenden Parameter sollten während der Probenahme erfasst werden, einige sind abhängig davon, ob Kohlenproben, Bohrkleinproben oder Stückkohlenproben verwendet werden:

- a) geographische Angaben: Bezeichnung des Bohrlochs, Koordinaten des Bohrlochs, Bezeichnung der Probenahmestelle (Kohlenbergwerk, Grubengebäude);
- b) geologische Angaben: Bezeichnung oder Nummer des Kohleflözes, Schichtalter, Einbettungstiefe, Lagerstättentemperatur;
- c) Zeitparameter: Zeitpunkt des Erreichens der unverritzten Kohle mit der Probenahmeeinrichtung, Kernaufholzeit, Zeitpunkt des Einschließens der Kohlenprobe im Desorptionsbehälter und Probenahmedatum;
- d) Probenparameter: Behälternummer, Probenkennzeichnung, Behältermasse, Probenmasse und Probenzustand; bei Bohrklein- oder Stückkohlenproben sind Behälternummer und Entnahmestelle innerhalb des Bohrlochs aufzuzeichnen;
- e) Parameter der Atmosphäre am Ort der Bohrung: Methankonzentration, Temperatur und Barometerdruck;
- f) Aufzeichnungsformular: siehe Anhang A – Originaldaten der natürlichen Gasdesorption; Anhang F – Probenahmeformular für Bohrung im Kohleflöz; oder Anhang G – Probenahmeformular für Kernbohrung.

5 Messverfahren und -prozess

5.1 Verwendung von Kernproben

5.1.1 Natürliche Desorption

5.1.1.1 Desorptionsschritte

Nach dem Füllen und Verschließen des Behälters sollte dieser in die Thermostateinrichtung gestellt werden, welche bereits die Lagerstättentemperatur erreicht hat.

Behälter und Messgeräte sind mittels Schlauchleitung (3.9) zu verbinden, der Fluidfüllstand des Messgeräts ist einzustellen, das desorbierte Gas ist in den Messzylinder zu leiten, Messgerät und Wasserbecher sind so einzustellen, dass die Wasserrohrleitung auf die Ablesung ausgerichtet ist, Gasvolumen, Umgebungstemperatur und Atmosphärendruck sind gleichzeitig aufzuzeichnen und die jeweiligen Werte sind in die Tabelle nach Anhang A einzutragen.

Bei der darauffolgenden Messung sind die am Volumenrohr abgelesenen Messwerte aufzuzeichnen und das bei der vorausgegangenen Messung erzielte Volumen des desorbierten Gases ist davon zu subtrahieren. Später ist die Messung zu wiederholen und die Daten sind aufzuzeichnen, dabei gilt vorstehende Anforderung.

War das Volumenrohr nicht aufnahmefähig, ist das Gas aus dem Volumenrohr zu entfernen (Gasproben sollten erst aufgefangen werden, wenn dies erforderlich ist, und dann entfernt werden), das Messgerät ist auf den ursprünglichen Zustand einzustellen, das Ventil ist zu schließen und die vorstehend aufgeführten Schritte sind zu wiederholen.

Während des gesamten Messprozesses, insbesondere während der Anfangszeit der Desorption mit relativ hoher Desorptionsgeschwindigkeit, sollte das Messgerät so eingestellt sein, dass die Füllstände von Volumenrohrfluid und Wasserbecher einander relativ gleich gehalten werden, um den natürlichen Desorptionsdruck aufrechtzuerhalten.

5.1.1.2 Zeitabstände zwischen Volumenmessungen

Die Zeitabstände zwischen Volumenmessungen sind vom Druckaufbau im Behälter abhängig. Empfohlene Zeitabstände: die ersten vier Messungen sind in Abständen von 5 min durchzuführen, dann nach dem Einbringen der Proben in den Behälter in Abständen von 10 min über insgesamt 1 Stunde, dann ist die Prüfung durchzuführen in Abständen von 15 min über 1 Stunde, dann in Abständen von 30 min über 1 Stunde, dann in Abständen von 60 min über 1 Stunde, dann in Abständen von 120 min über 4 Stunden, bis zur abschließenden Prüfung über 8 Stunden.

Der geeignete Zeitabstand kann nach den ersten 8 Stunden der Desorptionsmessung entsprechend dem Druckmessgerät bestimmt werden, darf jedoch nicht mehr als 24 Stunden betragen.

5.1.1.3 Kriterien für das Beenden der Desorptionsmessung

Das Beenden der Desorptionsmessung ist von der Anwendung des schnellen und/oder des konventionellen Desorptionsverfahrens abhängig. Die Auswahl des Verfahrens ist davon abhängig, wie dringend die Daten erforderlich sind.

Beim konventionellen Desorptionsverfahren wird die Prüfung beendet, wenn das Desorptionsvolumen an 7 aufeinanderfolgenden Tagen weniger als 10 cm^3 je Tag beträgt.

Beim schnellen Desorptionsverfahren kann nach dem Messen der für die Berechnung des verlorenen Gases angemessenen Daten (für die ersten 8 Stunden entsprechend dem Prüfplan nach 5.1.1.2) der Desorptionsbehälter geöffnet und die Kohle in einen Brecher umgefüllt werden.

[später besprechen] Bei Kombination dieser beiden Verfahren muss die Desorptionsrate einen relativ geringen Wert erreichen, auch wenn die Zeit eingehalten werden muss, könnte der Gasverlust aufgrund des Umfüllens der Probe vom Desorptionsbehälter in den Brecher minimiert werden.

5.1.1.4 Probenahme für Wägen, Zerkleinern und anschließende Analyse

Am Ende der Desorption ist der Behälter zu öffnen und eine Beschreibung der Kohle vorzunehmen, einschließlich Riss- und Kluftdichte, Abständen, Gefügewerkstoffen und makroskopischer, petrographischer Beschreibung usw. Von den Proben sind Fotos mit Bohrlochnummer, Tiefe, Flöznummer usw. zu machen.

Die Probe ist zu Blöcken von 2 cm bis 3 cm zu zerkleinern und 300 g bis 500 g der Blöcke sind in ein Kugelmühlengefäß zur Restgasmessung zu geben. Alternativ könnten die Proben auch in drei Teile (jeweils 50 g bis 100 g) geteilt und getrennt in ein Kugelmühlengefäß zur Restgasmessung gegeben werden. Der Rest der Probe ist zu verwenden für eine Prüfung des Feuchtegehalts im Anlieferungszustand, anschließende Analyse.

5.1.2 Restgasmessung

5.1.2.1 Messverfahren

Die Proben im Desorptionsbehälter nach 8 Stunden Messdauer und die Proben im Kugelmühlengefäß im Prozess der Restgasmessung können erwärmt werden, um die Desorptionsrate zu beschleunigen.

Es ist darauf zu achten, dass die Temperatur beim Erwärmen die Reifetemperatur nicht überschreiten sollte.

Die Probe ist für 2 bis 4 Stunden in der Kugelmühle zu zerkleinern. Dann ist sie in den Thermostat zu geben, bis sie die Lagerstättentemperatur erreicht hat. Gasvolumen, Umgebungstemperatur, Umgebungsdruck und Desorptionszeit sind nach Anhang B aufzuzeichnen. Es ist zu beachten, dass die Häufigkeit der Ablesung in der frühen Desorptionsphase hoch sein und in der Spätphase 24 h nicht überschreiten sollte.

Bei Verwendung mehrerer kleiner Proben kann die Zerkleinerungszeit verringert werden.

5.1.2.2 Einschränkung der Beendigung der Restgasmessung

Siehe 5.1.1.3.

5.1.2.3 Wägung und Berechnung

Nach Abschluss der Restgasmessung ist das Mahlgefäß zu öffnen und die Probe mit einem Sieb der Maschenweite 60 zu sieben. Die Probe ist zu wägen und der Restgasinhalt ist zu berechnen.

5.1.3 Gasprobenahme, Analyse der Zusammensetzung und Isotopenanalyse

5.1.3.1 Auffangen von Gas

[sollte/muss] Während der Desorptionsmessung müssen repräsentative Proben des Gases für die Analyse der Zusammensetzung aufgefangen werden. Die übliche Ausrüstung umfasst Schlauchleitung (3.9), Gasprobenflaschen (3.10) (Glasflaschen oder Gasbeutel von mindestens 100 cm³) und Wassertrog für das Auffangen von Gas.

Das Prinzip der Gasprobenahme ist das Auffangen des Gases bei Desorption eines großen Gasvolumens.

Bei natürlicher Desorption sind 3 Gasproben am 1., 3. bzw. 5. Tag aufzufangen.

Bei Proben mit geringem Gasinhalt kann das Gas in einer frühen Phase aufgefangen werden.

[Skizze des Diagramms] Für die Gasprobenahme wird das Verfahren der Wasserverdrängung angewendet. beträgt das Gasvolumen im Messgerät mehr als 400 cm³, ist die Schlauchleitung an das Luftventil des Desorptionsbehälters anzuschließen; die Gasprobenflasche ist mit der Unterseite nach oben zu drehen und mit Wasser zu füllen; das Luftventil an der Bürette ist zu öffnen und der Erlenmeyerkolben ist anzuheben; die Schlauchleitung ist zu entlüften und an die Glasflasche anzuschließen; durch die Schlauchleitung an der Unterseite ist Gas einströmen zu lassen. Nachdem das Gasvolumen in der Flasche 150 cm³ erreicht hat, ist die Schlauchleitung im Spülbecken zu entfernen und der Flaschenverschluss ist anzubringen. Die Flasche ist zu etikettieren, mit der Unterseite nach oben in eine Kiste zu verpacken und zur Analyse der Zusammensetzung an das Labor zu senden.

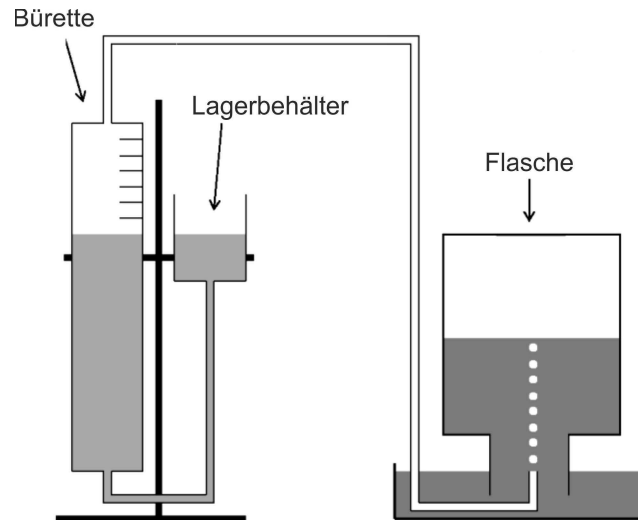


Bild 5 — Verfahren der Wasserverdrängung für die Gasprobenahme

5.1.3.2 Anzahl der Gasproben und Häufigkeit der Probenahme

Siehe 5.1.3.1.

5.1.3.3 Analyse der Gaszusammensetzung und Isotopenanalyse

Die Gasproben sollten schnellstmöglich dem Labor übergeben werden. Die Analyse der Gaszusammensetzung ist entsprechend dem Verfahren für Erdgas durchzuführen.

5.2 Verwendung von Bohrklein- oder Stückkohlenproben

5.2.1 Q2-Messung

Bild 03 Verifizierung

Das in den Desorptionsbehälter freigesetzte Gasvolumen (Q2) ist unmittelbar nach dem Eintreffen des Desorptionsbehälters im Labor, höchstens jedoch 72 Stunden nach der Probenahme, zu messen.

- Der Desorptionsbehälter wird mittels Schlauchleitung an das Gasanalysegerät angeschlossen.
- Durch Zusammendrücken des Desorptionsbehälters ist das Gas in das Gasanalysegerät zu pressen, wobei der Volumenstrom der Spezifikation des Gasanalysegeräts entsprechen muss.
- Die Gaszusammensetzung und die Zeit der Messung sind aufzuzeichnen.
- Danach muss der Desorptionsbehälter geöffnet und die Kohlenprobe mit einer Genauigkeit von $\pm 0,2$ g gewogen werden. Die Masse der Probe ist aufzuzeichnen.
- Bei der Berechnung des Q2-Volumens müssen das Volumen des Desorptionsbehälters, die Verdrängung von Gas durch die Masse der Probe und des Trocknungsmittels sowie der aus der Freisetzung des Gases in den dicht verschlossenen Desorptionsbehälter resultierende Druck berücksichtigt werden.
- Die Temperatur und der Barometerdruck im Labor sind zu messen und aufzuzeichnen.

5.2.2 Q3-Messung

Die Messung des während des Mahlvorgangs freigesetzten Gasvolumens (Q3) ist unmittelbar nach der Q2-Messung durchzuführen.

- a) Die Probe ist unverzüglich in den Brecher (3.8) zu füllen.
- b) Der Brecher ist umgehend zu schließen und mittels Schlauchleitung an das Messgerät anzuschließen.
- c) Bei Anwendung des Verfahrens der Wasserverdrängung ist das Q3-Volumen nach dem Zerkleinern durch direkte Ablesungen vom Messzylinder zu bestimmen. Während des Ablesens muss der Füllstand des Wassers im Messzylinder dem des Wassers im Lagerbehälter entsprechen.

Bei Anwendung des Spülungsverfahrens muss die Gaszusammensetzung im Gasauffangbehälter mit dem Analysegerät gemessen werden.

Vor Abschluss des Mahlprozesses ist sicherzustellen, dass die Freisetzung von Gas beendet ist.

- d) Die Temperatur und der Barometerdruck im Labor sind zu messen.

6 Datenverarbeitung

6.1 Umrechnung des desorbierten Gasvolumens

Die gemessenen Volumina des desorbierten Gases und des Restgases sind auf den Normzustand, d. h. 0 °C (273,15 K) und 100 000 Pa, umzurechnen. Die Umrechnungsformel für das Gasvolumen ist als Gleichung (1) angegeben:

$$V_{\text{STP}} = \frac{273,15 \times P_m \times V_m}{100\,000 \times (273,15 + T_m)} \quad (1)$$

Dabei ist

V_{STP} das Gasvolumen im Normzustand;

P_m der Atmosphärendruck, angegeben in Pa;

T_m die Temperatur, angegeben in °C;

V_m das Gasvolumen, angegeben.

6.2 Angabe des Gasinhalts

Der Gasinhalt kann auf drei Arten angegeben werden:

- 1) auf Rohkohlebasis;
- 2) auf luftgetrockneter Basis;
- 3) auf trockener aschefreier Basis.

Durch Messung der Gesamtfeuchte und anschließende Analyse der Proben kann der Gasinhalt der Proben nach Bedarf in Angaben auf Rohkohlebasis, auf luftgetrockneter Basis und auf trockener aschefreier Basis umgerechnet werden.

6.3 Berechnung der Gaszusammensetzung

Die Konzentration verschiedener Gasbestandteile ist in Übereinstimmung mit der Erdgasindustrie zu berechnen.

Das Gasanalysegerät muss mit Sensoren für die Hauptbestandteile des desorbierten Gases ausgestattet sein, mindestens mit einem Sensor für Methan, vorzugsweise mit einem Infrarotsensor. Die Genauigkeit des Gasanalysegeräts muss $\pm 5\%$ des Messwertes betragen oder besser sein.

6.4 Berechnung des Gasinhalts

Entsprechend dem Messverfahren setzt sich der Gasinhalt zusammen aus dem verlorenen Gas (2.2), dem desorbierten Gas (2.3) und dem Restgas (2.4). (hier enden)

6.4.1 Berechnung des verlorenen Gases (Q1)

6.4.1.1 Verwendung von Kernproben

Besteht die Bohrspülung aus Wasser und Schlamm, ist die Nullzeit der Zeitpunkt, zu dem sich der Bohrkern auf halber Strecke zur Oberfläche befindet; besteht die Bohrspülung aus Schaum oder Luft, ist die Nullzeit der Zeitpunkt, zu dem der Bohrer den Kohleflöz erreicht.

Die Verlustzeit ist die Zeitspanne zwischen der Nullzeit und dem Zeitpunkt des Einschließens im Behälter.

Die zugehörige Formel lautet wie folgt:

Für den Fall, dass die Umlaufmedien der Bohrspülung Wasser und Schlamm sind, entspricht die Formel Gleichung (2):

$$t_L = \frac{t_3 - t_2}{2} + (t_4 - t_3) \quad (2)$$

Für den Fall, dass die Umlaufmedien der Bohrspülung Schaum oder Luft sind, entspricht die Formel Gleichung (3):

$$t_L = (t_4 - t_1) \quad (3)$$

Dabei ist

t_L die Verlustzeit, angegeben in s;

t_1 der Zeitpunkt, zu dem der Bohrer den Kohleflöz erreicht, angegeben in s;

t_2 die Aufholzeit des Bohrkerns, angegeben in s;

t_3 der Zeitpunkt, zu dem der Bohrkern den Bohrlochkopf erreicht, angegeben in s;

t_4 die Zeit des Einschließens im Behälter, angegeben in s.

Das direkte Verfahren wird für die Berechnung des verlorenen Gasvolumens angewendet. Zu Beginn der Desorption verhält sich das Desorptionsvolumen proportional zur Quadratwurzel der Zeit. Das kumulative Desorptionsvolumen im Normzustand ist als senkrechte Achse einzusetzen, die Quadratwurzel der Summe der Gasverlustzeit und der Desorptionszeit ist als waagerechte Achse einzusetzen, die Anfangspunkte sind zu verbinden und bei Verlängerung der Geraden zur senkrechten Achse ist der Schnittpunkt mit dieser das verlorene Gasvolumen, siehe Anhang C, Berechnung des verlorenen Gases (direktes Verfahren).

Der verlorene Gasinhalt wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$G_{CL} = V_{LOST}/m_T \quad (4)$$

Dabei ist

- G_{CL} der verlorene Gasinhalt, angegeben in cm³/g;
 V_{LOST} das verlorene Gasvolumen, angegeben in cm³;
 m_T das Trockengewicht (oder das Eingangsgewicht) der gelieferten Probe, angegeben in g.

6.4.1.2 Verwendung von Bohrklein- oder Stückkohlenproben

Das während der Probenahme verlorene Gasvolumen ist durch ein rückverfolgbares Verfahren zu bestimmen. Bei dieser Berechnung muss berücksichtigt werden, dass die Desorptionsrate in Zusammenhang mit der jeweiligen Korngröße der Probe und der Probenahmedauer steht. Das Verfahren zur Bestimmung von Q1 muss Teil der Dokumentation sein.

Die Berechnung kann nach folgender Formel durchgeführt werden:

$$Q1 = Q2 \times \frac{t_a^{(1-k_t)}}{t_b^{(1-k_t)} - t_a^{(1-k_t)}}$$

Dabei ist

- Q_1 das während der Probenahme freigesetzte Gasvolumen (verlorenes Gas), in cm³;
 Q_2 das zwischen Verschließen des Desorptionsbehälters und Durchführung der Q2-Messung freigesetzte Gasvolumen, in cm³;
 t_a Probenahmedauer, in min;
 t_b Zeit zwischen Verschließen des Desorptionsbehälters und Durchführung der Q2-Messung, in min;
 k_t Ausmaß der Änderung der Desorptionsrate einer Kohlenprobe.

$$k_t = \frac{\ln \dot{V}_1 - \ln \dot{V}_2}{\ln T_1 - \ln T_2} \quad (5)$$

Dabei ist

- $\dot{V}_1$ das Volumen des desorbierten Gases zum Zeitpunkt T_1 ;
 $\dot{V}_2$ das Volumen des desorbierten Gases zum Zeitpunkt T_2 ;
 k_t auf 0,65 einstellbar bei gewöhnlicher Kohle mit einer Korngröße > 2 mm.

6.4.2 Berechnung des Gasdesorptionsinhalts (Q2)

Q2 wird wie folgt berechnet:

- Das Volumen des Freiraums im Desorptionsbehälter ist zu berechnen (unter Berücksichtigung der Verdrängung von Gas durch die Masse der Probe und des Trocknungsmittels sowie des aus der Freisetzung des Gases in den dicht verschlossenen Desorptionsbehälter resultierenden Drucks).
- Das Q2-Volumen ist auf der Grundlage des Volumens des Freiraums im Desorptionsbehälter und des Messwerts der Methankonzentration zu berechnen.
- Das Q2-Volumen ist auf Normbedingungen (0°C und 101,325 kPa) umzurechnen.
- Das Q2-Volumen ist durch die Probenmasse zu dividieren.

Der Gasdesorptionsinhalt wird nach Gleichung (6) berechnet:

$$G_{CD} = V_D / m_T \quad (6)$$

Dabei ist

G_{CD} der natürliche Gasdesorptionsinhalt, angegeben in cm³/g;

V_D das Volumen natürlicher Gasdesorption, angegeben in cm³;

m_T das Gesamtgewicht der Probe, angegeben in g.

6.4.3 Berechnung des Restgasinhalts (Q3)

Das Q3-Volumen ist auf Normbedingungen (0°C und 101,325 kPa) umzurechnen und durch die Probenmasse zu dividieren.

Der Restgasinhalt wird nach Gleichung (7) berechnet:

$$G_{CR} = V_R / m_T \quad (7)$$

Dabei ist

G_{CR} der Restgasinhalt, angegeben in cm³/g;

V_D das Restgasvolumen, angegeben in cm³;

m_T das Gesamtgewicht der Probe, angegeben in g.

6.4.4 Berechnung des freien Gasinhalts

Durch den hohen Gehalt an freiem Gas, muss die Porosität und die Wassersättigung der Proben mit niedrigem Inkohlungsgrad, gemessen werden, um den freien Gasgehalt zu berechnen. Für die Berechnung bei Proben mit niedrigem Inkohlungsgrad müssen die Messwerte des freien Gases entsprechend (8) und (9) hinzugezogen werden:

$$Q_{FG} = \frac{\phi \times (1 - S_w)}{\rho \times B} \quad (8)$$