

引文: 田冲, 李怡, 黎丁源, 等. 页岩储层孔隙度测定方法优选与推荐[J]. 天然气工业, 2023, 43(6): 57-65.
TIAN Chong, LI Yi, LI Dingyuan, et al. Selection and recommendation of shale reservoir porosity measurement methods[J]. Natural Gas Industry, 2023, 43(6): 57-65.

页岩储层孔隙度测定方法优选与推荐

田冲^{1,2} 李怡^{1,2} 黎丁源^{1,2} 张伟³ 钟可塑^{1,2}
周尚文⁴ 罗超^{1,2} 江文滨⁵ 李度^{1,2} 何亮^{1,2} 杨雪^{1,2}

1. 中国石油西南油气田公司页岩气研究院 2. 页岩气评价与开采四川省重点实验室
3. 中国石油西南油气田公司勘探开发研究院 4. 中国石油勘探开发研究院 5. 中国科学院力学研究所

摘要: 中国页岩气资源丰富, 勘探开发潜力大, 其中孔隙度是页岩储层评价和页岩气储量计算的关键参数。页岩主要发育微纳米孔隙, 孔隙结构复杂, 渗透率低, 对其孔隙度进行精确测试较常规储层难度更大。为了解决页岩柱塞样氦气法在不同实验条件下所测孔隙度差异较大, 且不同实验方法所测页岩孔隙度可比性不明确的问题, 此次在详细总结了页岩孔隙度测定各种方法优缺点的基础上, 选取四川盆地南部地区五峰组—龙马溪组页岩作为研究对象, 利用改进的实验设备开展了样品烘干温度、抽真空时间、氦气饱和和平衡判定条件和氦气平衡压力等实验和对比分析, 明确了不同测定方法之间的差异, 形成了页岩气储层孔隙度测定推荐方法。研究表明: ①页岩柱塞样氦气法实验条件宜采用线切割方法制备柱塞样, 样品在 105 °C 烘干时间不少于 24 h, 将样品室抽真空至 0.1 Pa, 氦气饱和和平衡判定条件采用 30 min 压力变化小于 0.21 kPa, 氦气注入压力设置为 1.378 MPa; ②改进后的页岩柱塞样氦气法较常规柱塞样氦气法所测孔隙度明显增大, 平均增大 0.79%; ③平行样品颗粒样氦气法大于柱塞样氦气法和液体饱和法所测孔隙度, 反映出页岩中存在少部分不连通孔隙; ④柱塞样氦气法和液体饱和法所测孔隙度总体差异不大, 在孔隙度较小时前者略大。结论认为, 改进后的“抽真空+严格平衡条件”柱塞样氦气法所测页岩有效孔隙度可靠性高, 推荐优先采用此方法进行页岩孔隙度测定, 孔隙度的准确测定有助于页岩气有利区优选和页岩气储量计算。

关键词: 页岩气; 储层; 孔隙度; 柱塞样氦气法; 颗粒样氦气法; 液体饱和法; 方法优选; 实验条件

DOI: 10.3787/j.issn.1000-0976.2023.06.005

Selection and recommendation of shale reservoir porosity measurement methods

TIAN Chong^{1,2}, LI Yi^{1,2}, LI Dingyuan^{1,2}, ZHANG Wei³, ZHONG Kesu^{1,2},
ZHOU Shangwen⁴, LUO Chao^{1,2}, JIANG Wenbin⁵, LI Du^{1,2}, HE Liang^{1,2}, YANG Xue^{1,2}

(1. Shale Gas Research Institute, PetroChina Southwest Oil & Gasfield Company, Chengdu, Sichuan 610051, China; 2. Sichuan Key Laboratory of Shale Gas Evaluation and Exploitation, Chengdu, Sichuan 610051, China; 3. Exploration and Development Research Institute, PetroChina Southwest Oil & Gasfield Company, Chengdu, Sichuan 610051, China; 4. PetroChina Research Institute of Petroleum Exploration & Development, Beijing 100083, China; 5. Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

Natural Gas Industry, Vol.43, No.6, p.57-65, 6/25/2023. (ISSN 1000-0976; In Chinese)

Abstract: There are abundant shale gas resources with great exploration and development potential in China. Porosity is a key parameter of shale reservoir evaluation and shale gas reserve calculation. Shale is characterized by developed micro and nano pores, complex pore structures and low permeability, which makes its accurate porosity measurement more difficult than that of conventional reservoirs. Shale porosity measured by the plunger helium method under different experimental conditions is more different, and shale porosity measured by different experimental methods is not comparable clearly. To solve these problems, this paper summarizes the advantages and disadvantages of different shale porosity measurement methods in detail. Then, the Wufeng Formation—Longmaxi Formation shale in the southern Sichuan Basin is selected as the research object to test sample drying temperature, evacuation time, helium saturation equilibrium discrimination condition and helium equilibrium pressure by using the modified experiment devices for comparative analysis. The differences between different measurement methods are clarified, and the recommended method for shale gas reservoir porosity measurement is proposed. And the following research results are obtained. First, the suitable experimental conditions of the shale plunger helium method include preparing plunger samples by linear cutting method, drying samples for more than 24 h at 105 °C, evacuating sample chamber to 0.1 Pa, taking pressure change less than 0.21 kPa in 30 min as helium saturation equilibrium discrimination condition, and setting helium injection pressure at 1.378 MPa. Second, compared with the conventional plunger helium method, the porosity measured by the improved shale plunger helium method is significantly increased, with an average increase of 0.79%. Third, the porosity measured by the parallel sample particle helium method is higher than that measured by the plunger helium method and the liquid saturation method, which indicates that there are a few unconnected pores in the shale. Fourth, there is no significant difference overall between the porosity measured by the helium method and the one measured by the liquid saturation method, and the former is slightly higher when the porosity is lower. In conclusion, the improved plunger helium method with “evacuation + strict equilibrium condition” has high reliability in effective shale porosity measurement, so this method is recommended firstly for shale porosity measurement. The accurate porosity measurement is conducive to the selection of favorable shale gas areas and the calculation of shale gas reserves.

Keywords: Shale gas; Reservoir; Porosity; Plunger helium method; Granular helium method; Liquid saturation method; Method selection; Experimental condition

作者简介: 田冲, 1987年生, 高级工程师; 主要从事非常规油气地质研究工作。地址: (610051)四川省成都市成华区建设北路一段83号。

ORCID: 0000-0002-0999-1192. E-mail: tianchong87@petrochina.com.cn

0 引言

页岩气是以游离态和吸附态为主, 赋存于富有机质页岩中的天然气, 主体上表现为自生自储、大面积连续聚集^[1-6]。在四川盆地长宁、威远和涪陵等中深层地区页岩气已实现商业开发, 在泸州、大足、威荣和丁山等深层地区页岩气也取得重要突破^[7-10]。截至 2022 年底, 四川盆地在奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩层系已累计探明页岩气地质储量 $2.96 \times 10^{12} \text{ m}^3$, 2022 年我国页岩气产量达到 $240 \times 10^8 \text{ m}^3$ ^[11-12], 页岩气已成为我国天然气产量增长的重要领域^[13]。

孔隙度是页岩气地质评价和储量计算的关键参数^[14]。页岩是由粒径小于 0.062 5 mm 的碎屑颗粒、黏土和有机质等组成的, 具有页理、易碎的细粒沉积物^[1,6,15]。页岩主要发育微纳米孔隙, 孔隙结构复杂, 渗透率低, 对其孔隙度进行精确测试较常规储层难度更大^[16]。

目前国内外采用的页岩孔隙度测定方法有氦气法、液体饱和法和核磁共振法等^[16-29]。氦气法又包括颗粒样氦气法和柱塞样氦气法, 颗粒样氦气法所测结果可认为是总孔隙度, 柱塞样氦气法所测结果可认为是有效孔隙度^[16,23,28-29]。液体饱和法通常选取柱塞岩样, 利用酒精、水等液体介质来饱和岩样, 所测结果为有效孔隙度。核磁共振法通过获取饱和和流体后页岩样品的 T_2 谱, 计算得到页岩总孔隙度^[16,27]。

国内外不同实验室使用的页岩孔隙度测试方法有所不同^[17]。国外实验室主要采用美国天然气研究所 (Gas Research Institute) 的方法 (简称 GRI 方法) 测试页岩孔隙度, 针对页岩中所含油和水不易完全提取, 以及氦气不易充分饱和和页岩样品的问题, 该方法将页岩粉碎成一定粒径的颗粒样品, 然后将颗粒样品蒸馏、抽提和干燥后, 利用氦气法测定页岩总孔隙度^[16-20]。国内实验室测定页岩孔隙度的方法主要有柱塞样氦气法、颗粒样氦气法和液体饱和法等, 有学者对以上测试方法的实验条件, 不同方法所测结果开展了对比研究^[21-29]。付永红等^[22-23] 针对颗粒样氦气法进行了改进, 探讨了页岩颗粒样烘干温度、粉碎粒径、样品洗油、饱和压力和平衡时间等因素对孔隙度的影响。传统 GRI 方法中的蒸馏抽提处理在国内开展较少, 主要是由于目前国内页岩气勘探开发主要分布在四川盆地高、过成熟的奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩层系, 该页岩孔隙中基本不含油。针对柱塞样氦气法, 翁剑桥等^[24] 讨论了柱塞样氦气法中氦气饱和时间、注入压力对实验结果的

影响, 部分样品氦气法较液体饱和法明显偏小; 周尚文等^[16] 对氦气饱和时间进行了讨论, 并对比了氦气法、液体饱和法和核磁共振方法所测定页岩孔隙度结果的差异; 王世谦等^[17,29] 指出采用常规柱塞样与 GRI 粉碎样品分析的页岩物性数据之间存在明显差异; 付永红等^[23] 分析认为柱塞样孔隙度结果比颗粒样偏低的原因是注入压力过低和测量样品前未对样品抽真空。液体饱和法主要依据《岩心分析方法: GB/T 29172—2012》标准^[30], 该方法实验原理较简单, 操作步骤相对成熟, 但水或酒精等液体饱和介质与甲烷气体分子的性质有较大差异。目前国内页岩气地质储量计算方法主要依据《页岩气资源量和储量估算规范: DZ/T 0254—2020》标准, 其中储量计算使用的是页岩有效孔隙度^[14], 中国石油和中国石化等公司通常采用柱塞样氦气法和液体饱和法来测定页岩有效孔隙度。

综上所述, 柱塞样氦气法是评价页岩储层有效孔隙度的重要方法, 但该方法中抽真空条件、氦气饱和平衡判定条件和氦气平衡压力等实验条件对所测有效孔隙度的影响仍不清楚, 同时柱塞样氦气法与颗粒样氦气法、液体饱和法所测页岩孔隙度的差异亦不明确, 这些问题不利于各单位和实验室所测孔隙度结果的对比。

针对目前页岩储层孔隙度测定方法中存在的问题, 笔者选取四川盆地南部奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩岩心样品作为研究对象, 开展了页岩样品烘干温度、抽真空条件、氦气饱和平衡判定条件、氦气平衡压力等柱塞样氦气法实验条件研究, 以期完善页岩柱塞样氦气法; 并开展平行页岩样品柱塞样氦气法、颗粒样氦气法和液体饱和法测定结果的对比, 以期明确不同页岩孔隙度测定方法之间的差异, 提出页岩储层孔隙度测定推荐方法, 为页岩储层评价和储量计算提供技术支撑。

1 页岩储层孔隙度测定方法

孔隙度的测试是通过测定岩石样品孔隙体积、骨架体积和总体积共 3 个参数中的 2 个参数, 进而确定孔隙度值^[16,22,30], 其中氦气法孔隙度是通过测定岩石总体积和骨架体积求得, 液体饱和法是通过测定岩石总体积和孔隙体积求得。

1.1 氦气法

氦气法测定页岩孔隙度的实验过程为: 将样品放入样品室 (图 1), 对样品室抽真空至 p_1 ; 在参考

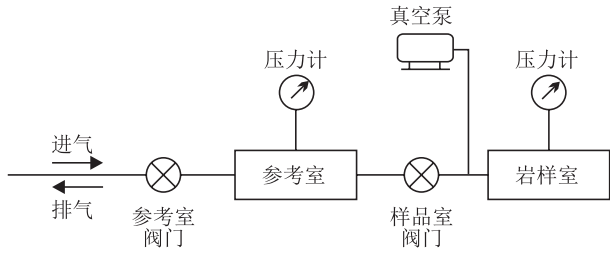


图 1 页岩氦气法孔隙度测定仪器示意图

室中注入氦气，待参考室中氦气压力平衡，记录参考室中气体压力 (p_2)；然后将参考室和样品室连通，使氦气充分饱和样品孔隙，待样品室中氦气压力平衡后，记录样品室中气体压力 (p_3)。根据波义尔定律，可得式 (1)，转化得到页岩样品骨架体积 (V_g) 的式 (2)，该方程是在假设测试过程恒温、忽略阀门驱替体积的条件下推导得出：

$$\frac{p_1 \times (V_s - V_g)}{Z_1} + \frac{p_2 \times V_r}{Z_2} = \frac{p_3 \times (V_r + V_s - V_g)}{Z_3} \quad (1)$$

$$V_g = V_s - V_r \times \left(\frac{p_2}{Z_2} - \frac{p_3}{Z_3} \right) \div \left(\frac{p_3}{Z_3} - \frac{p_1}{Z_1} \right) \quad (2)$$

式中 p_1 表示样品室抽真空后的绝对压力，MPa； V_s 表示样品室体积， cm^3 ； V_g 表示样品骨架体积， cm^3 ； Z_1 表示 p_1 压力条件下气体压缩因子； p_2 表示参考室的初始绝对压力，MPa； V_r 表示参考室体积， cm^3 ； Z_2 表示 p_2 压力条件下气体压缩因子； p_3 表示平衡后的绝对压力，MPa； Z_3 表示 p_3 压力条件下气体压缩因子。

根据卡尺测量法或阿基米德浸没法可得到样品总体积，页岩样品的孔隙度计算方程：

$$\varphi = \frac{V_z - V_g}{V_z} \times 100\% \quad (3)$$

式中 φ 表示岩样孔隙度； V_z 表示样品总体积， cm^3 。

柱塞样氦气法和颗粒样氦气法测试原理相同，主要区别在于：①样品的制备方法不同，柱塞样制备通常为从块样中钻取或切割出圆柱体样品，颗粒样制备需先粉碎样品，然后筛取一定粒径的颗粒样品，本次研究中颗粒样目数选择 20 ~ 35 目，参考《页

岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定：GB/T 34533—2017》；②样品总体积的确定方法不同，柱塞样的总体积可通过卡尺测量法或阿基米德浸没法得到，颗粒样品的总体积通过测试样品的质量和视密度计算，样品的视密度通过块样的质量除以总体积得到；③氦气饱和样品所需的时间不同，柱塞样充分饱和氦气所需时间一般长于颗粒样；④所测孔隙度代表的意义不同，柱塞样氦气法所测孔隙度代表有效孔隙度，而颗粒样氦气法能测到原先不连通的孔隙，所测孔隙度可代表总孔隙度。

1.2 液体饱和法

液体饱和法测定页岩孔隙度的实验过程为：称量烘干后的页岩样品质量 (m_1)，将页岩样品放入真空加压罐，抽真空至 0.06 Pa，用已知密度 (ρ) 的液体注满真空加压罐，并加压 20 MPa、饱和 24 h 以上，将充分饱和液体的页岩岩样悬挂并完全浸入液体中称量样品质量 (m_2)，再将页岩岩样表面的液体擦除，在空气中称量得到饱和液体的岩样质量 (m_3)。根据阿基米德定律，饱和液体的岩样在空气中质量 (m_3) 与液体中称量的质量 (m_2) 之差，除以饱和液体的密度 (ρ)，得到岩样总体积 (V_z)。饱和液体的样品在空气中质量 (m_3) 与烘干页岩岩样的质量 (m_1) 之差，除以饱和液体的密度 (ρ)，即得到该页岩的孔隙体积 (V_k)。孔隙体积和总体积的百分比即为孔隙度 (φ)，其计算方程：

$$\varphi = \frac{(m_3 - m_1) / \rho}{(m_3 - m_2) / \rho} \times 100\% = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \times 100\% \quad (4)$$

式中 m_3 表示饱和液体的岩样在空气中的质量，g； m_1 表示烘干后的页岩岩样质量，g； ρ 表示饱和液体密度， g/cm^3 ； m_2 表示饱和液体的岩样完全浸没在液体中的质量，g。

2 柱塞样氦气法实验条件优化

选取四川盆地南部泸州地区 4 口页岩气评价井奥陶系五峰组—志留系龙马溪组的 27 个岩心样品 (表 1)，

表 1 奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩样品基本参数表

井号	样品数 / 个	深度 / m	TOC	石英含量	黏土矿物含量
Y2	8	4 096.7 ~ 4 149.4	1.94% ~ 4.40% (3.48%)	35% ~ 61% (45.6%)	11% ~ 36% (23.0%)
Y8	6	4 296.8 ~ 4 314.1	2.53% ~ 4.64% (3.89%)	40% ~ 70% (56.2%)	10% ~ 30% (19.8%)
L3	6	3 791.8 ~ 3 848.5	1.60% ~ 4.90% (3.47%)	33% ~ 68% (49.7%)	6% ~ 32% (20.3%)
L10	7	4 238.9 ~ 4 284.9	0.87% ~ 3.88% (2.78%)	26% ~ 62% (43.9%)	8% ~ 37% (24.6%)

注：括号内数据为平均值。

岩样有机碳含量 (TOC) 介于 0.87% ~ 4.90%, X 射线衍射全岩矿物分析显示样品石英含量介于 26% ~ 70%, 黏土矿物含量介于 6% ~ 36%。本次主要对柱塞样氦气法实验过程中样品制备、烘干条件、抽真空条件、氦气饱和平衡判定条件和氦气平衡压力等实验条件开展研究。

2.1 岩样制备与烘干

标准柱体的制备是卡尺测量法测量岩样体积的关键。由于页岩层理较发育, 采用常规钻样方法易钻碎页岩样品, 导致制样失败, 另外钻样过程中的机械振动和所使用的冷却液易使样品产生人工裂缝, 造成孔隙度测定结果出现误差^[31]。本次采用金刚石线切割方法制备柱塞样, 无机械振动、不需要冷却液, 可以提高柱塞样制备的成功率, 减少制样过程中人工裂缝产生的概率, 提高页岩孔隙度测试结果的可靠性。

烘干岩样是孔隙度测定前必须开展的工作, 页岩孔隙中主要存在自由水、毛细管束缚水和黏土束缚水, 其中自由水和毛细管束缚水所占据的空间均是烃类储集的潜在空间, 黏土束缚水主要以结合水形式存在于黏土矿物表面或层间, 难以储集天然气^[22,27,29,32-33]。在页岩有效孔隙度测定前, 需要去除页岩岩样中的自由水和毛细管束缚水, 但不能将黏土束缚水去除^[22,34]。《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定: GB/T 34533—2017》和《岩心分析方法: GB/T 29172—2012》推荐的烘干温度分别是 105 °C 和 60 °C^[21,30]。不同的烘干温度对页岩孔隙度的测定结果有一定影响, 付永红等^[22,33]针对四川盆地奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩平行样品开展不同烘干温度下的孔隙度测试, 结果表明当烘干温度小于 100 °C 时, 所测孔隙度随烘干温度增加而增加, 认为主要损失自由水和毛细管束缚水; 烘干温度介于 100 ~ 110 °C 时, 所测孔隙度结果较稳定, 认为是由于更细小孔隙内的毛细管束缚水所占孔隙体积较小; 当烘干温度大于 110 °C 以上, 所测孔隙度又出现上升趋势, 认为主要损失黏土束缚水。本次研究页岩样品烘干温度采用 105 °C。将制备的页岩柱塞样置入温度 105 °C 的烘箱中, 每间隔 8 h 称重一次, 发现 24 h 后页岩样品的质量变化均已小于 0.02%, 认为达到恒重状态, 推荐页岩样品在 105 °C 温度下烘干时间不少于 24 h。

2.2 样品室抽真空条件

页岩主要发育微纳米孔隙, 渗透率低, 比表面较常规天然气储层大, 在大气压下空气中的氮气和氧

气等分子也会扩散进入页岩样品孔隙中, 导致页岩样品中存在少量游离和吸附状态的气体分子, 如果不对页岩样品进行抽真空, 会导致页岩孔隙度测定结果产生误差^[23,33,35]。目前常用的氦气孔隙度测定仪器一般不配置真空泵, 为将低孔隙度、低渗透率页岩的孔隙度测定准确, 本次使用中国石油西南油气田公司研制的配备真空泵的页岩氦气孔隙度测定仪器。

为确定合理的样品室抽真空条件, 选取了 4 个页岩柱塞样品, 针对每个样品分别开展不抽真空、抽真空 5 min、抽真空 10 min、抽真空 30 min、抽真空 60 min 和抽真空 90 min 条件下的孔隙度测试, 同一样品 2 次测试间隔 1 天。实验结果表明: 抽真空条件下所测的页岩孔隙度大于不抽真空所测结果, 并且随着抽真空时间的增长, 页岩孔隙度有变大的趋势, 当抽真空时间达到 30 min 后, 所测页岩孔隙度结果基本稳定 (图 2)。当抽真空达到 30 min 时, 样品室中气体压力基本达到 0.1 Pa。考虑到各实验室所用真空泵的功率有所不同等因素, 将样品室中抽真空至一定压力所需时间会有差异, 抽真空时间仅作为经验参考, 因此推荐将样品室内抽真空至 0.1 Pa。

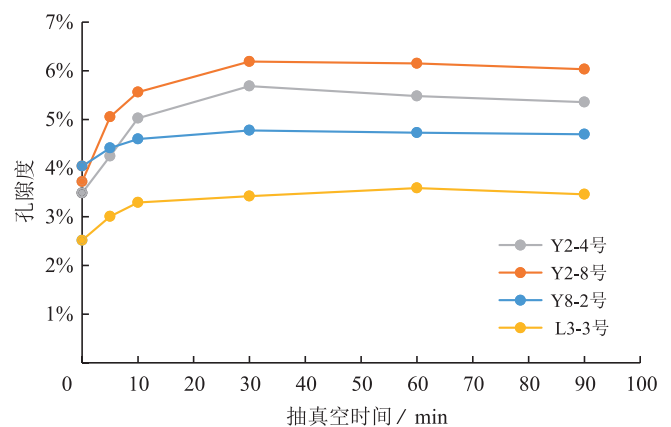


图 2 不同抽真空时间条件下页岩岩样孔隙度变化图

2.3 氦气饱和平衡条件

由于页岩低孔隙度、低渗透率特点, 在实验过程中页岩柱塞样充分饱和和氦气所需的时间较常规储层柱塞样更长。而氦气饱和样品时间也不宜过长, 时间过长后环境温度变化会影响实验结果, 实验效率也会明显降低, 因此确定合理的氦气饱和平衡条件很重要。

通过连续采集实验过程中样品缸压力数据, 运用波义尔定律计算页岩样品孔隙度, 可以得到页岩样品在实验过程中的样品缸内压力和孔隙度计算值随测试时间变化的曲线 (图 3), 在测试初始阶段, 样

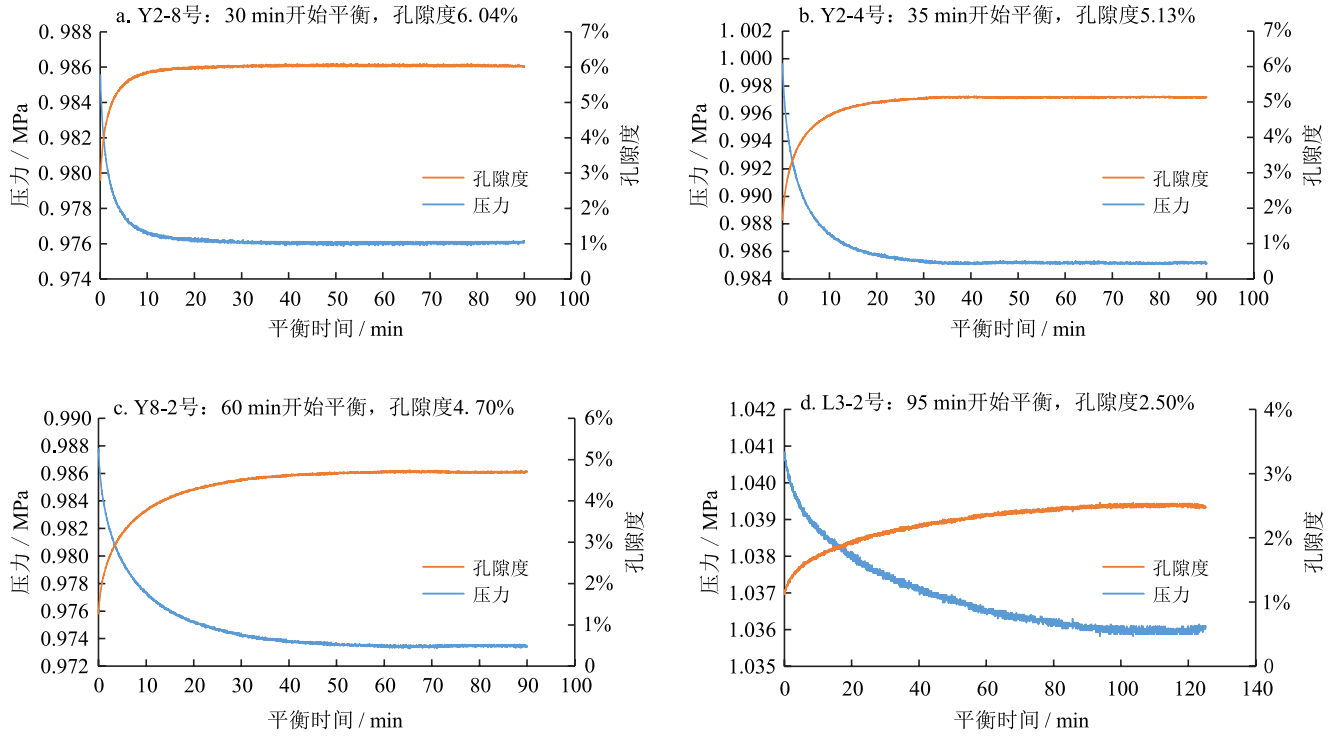


图 3 典型页岩样品测试过程中样品室压力和孔隙度计算结果随氦气饱和时间变化图

品缸压力迅速降低，孔隙度计算值迅速增大；当达到一定时间后，样品缸压力逐渐平衡，孔隙度结果也逐渐稳定。通过分析大量页岩样品测试数据，认为氦气充分饱和页岩样品孔隙达到平衡的时间通常为 30 min 至几个小时，且页岩孔隙度越低所需平衡时间越长。因此，推荐氦气饱和平衡判定条件采用：30 min 样品时氦气压力变化小于 0.21 kPa (0.03 psi)，对应孔隙度计算值变化小于 0.08%。该平衡判定条件既要求平衡时间不小于 30 min，同时要求 30 min 内孔隙度波动较小，按照该平衡判定条件能获取较准确的页岩孔隙度结果。

2.4 氦气平衡压力

已有学者研究表明，在不抽真空的条件下氦气注入压力和平衡压力对孔隙度测定结果有一定影响，压力越大，孔隙度测定结果越大^[23,25]。为了进一步明确在抽真空条件下不同氦气平衡压力对孔隙度测定结果的影响，本次开展了同一样品在抽真空条件下氦气平衡压力分别为 1.0 MPa、2.9 MPa、4.9 MPa 和 6.8 MPa 的对比实验，实验结果表明：氦气平衡压力增大对页岩孔隙度实验结果影响不明显（图 4），所以在抽真空条件下无需采用增大氦气平衡压力的方式来让氦气充分饱和页岩样品孔隙。氦气平衡压力受注入压力、样品缸体积、参考缸体积、样品体积和

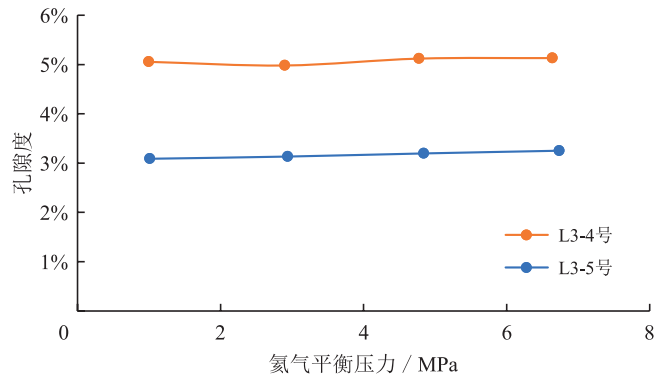


图 4 不同氦气平衡压力条件下页岩岩样孔隙度变化图

样品孔隙度等多因素影响，不易受人为控制，而氦气注入压力更易准确控制，因此，推荐设置氦气注入压力采用《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定：GB/T 34533—2017》标准中的 1.378 MPa (200 psi) 压力条件。

2.5 实验条件优化后效果

通过以上页岩柱塞样氦气法实验条件分析，改进形成了“抽真空+严格平衡条件”的页岩柱塞样氦气法孔隙度测定方法，推荐实验条件如下：页岩柱塞样制备采用线切割方法，样品在 105 °C 温度下烘干时间不少于 24 h，将样品室抽真空至 0.1 Pa，氦气饱和平衡判定条件采用 30 min 压力变化小于 0.21 kPa，

氮气注入压力设置为 1.378 MPa。

针对 L10 井页岩样品，开展改进后的柱塞样氮气法与常规的不抽真空、30 min 氮气饱和时间条件下的柱塞样氮气法实验对比，结果表明：改进后的柱塞样氮气法所测孔隙度明显大于常规柱塞样氮气法所测孔隙度，平均增大 0.79%（图 5）。此表明在采用推荐实验条件后，气体能更多地进入到页岩孔隙空间，使得测试结果更加接近页岩真实孔隙度值。

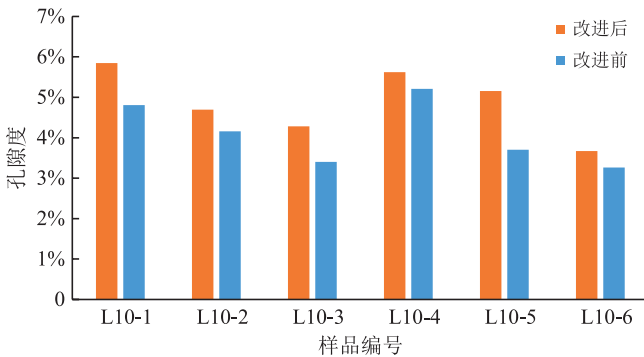


图 5 改进前后柱塞样氮气法所测 L10 井页岩岩样孔隙度对比图

3 不同页岩孔隙度测定方法对比

为了明确改进后的柱塞样氮气法与颗粒样氮气法、液体饱和法所测孔隙度结果的差异，选取川南地区奥陶系五峰组—志留系龙马溪组页岩岩心样品 60 个，所选样品均采用金刚石线切割方法制备柱塞样，先开展柱塞样氮气法孔隙度测试，然后对同一页岩柱塞样品进行液体饱和法测试（液体介质为酒精），另外将切割柱塞样之后剩余的块状样品粉碎以进行颗粒样氮气法测试。

3 种方法所测页岩孔隙度结果表明：颗粒样氮气法、柱塞样氮气法和液体饱和法所测孔隙度平均值分别为 4.44%、4.05% 和 3.94%，总体上表现为颗粒样氮气法大于柱塞样氮气法和液体饱和法所测结果（图 6），柱塞样氮气法和液体饱和法总体差异不大，在孔隙度较小时前者略大。

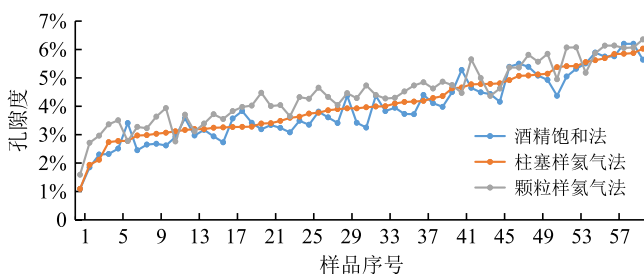


图 6 不同方法所测页岩岩样孔隙度对比图

颗粒样氮气法孔隙度结果大于柱塞样氮气法孔隙度（图 7），分析其原因为：将块样粉碎成颗粒样后，氮气更易充分饱和颗粒样品孔隙，同时粉碎后能测到原先封闭的孤立孔隙，颗粒样孔隙度反映页岩总孔隙度，柱塞样孔隙度反映页岩有效孔隙度，两者之差可反映柱塞样中不连通孔隙的占比^[16,27]，估算得到所测样品中不连通孔隙体积占岩石体积的 0.05% ~ 1.08%，平均 0.50%，占岩石总孔隙体积平均为 12.4%。

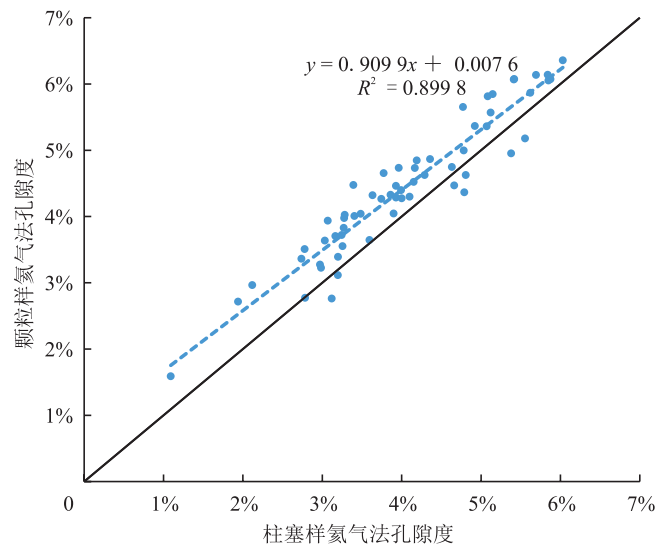


图 7 颗粒样氮气法与柱塞样氮气法所测页岩孔隙度对比图

柱塞样氮气法和液体饱和法所测孔隙度结果总体相差不大（图 8），83.3% 的样品绝对误差在 ±0.5% 以内。当孔隙度小于 4% 时，柱塞样氮气法所测孔隙度通常略大于液体饱和法所测孔隙度；当孔隙度大于 4% 时，两者总体相当。分析其原因认为：当页岩

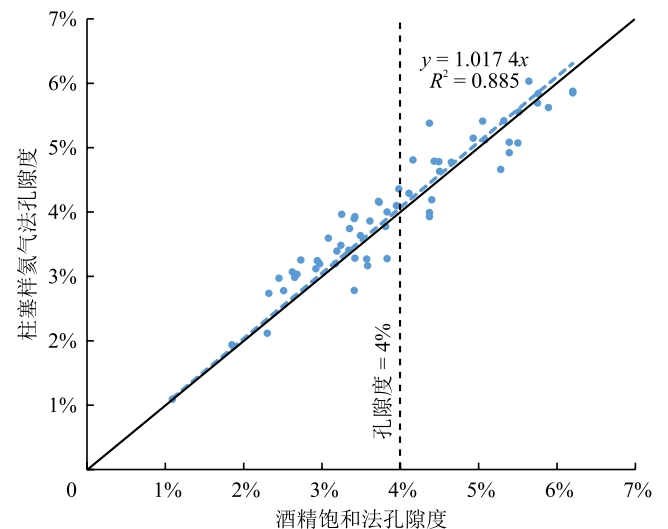


图 8 柱塞样氮气法和酒精饱和法所测页岩孔隙度对比图

孔隙度较小时，由于酒精分子直径更大和存在液体表面张力，它较氦气分子更难进入微小孔隙，导致液体饱和法所测结果偏小；当页岩孔隙度较大时，样品通常渗透性较好，相比孔隙度较小时酒精分子能较充分地饱和页岩孔隙，但液体饱和法仍受样品表面液体不易擦拭干净的人为操作影响，会导致结果偏大，总体上表现为两种方法所测结果相差不大。

4 页岩孔隙度测定方法推荐

柱塞样氦气法、颗粒样氦气法和液体饱和法3种页岩孔隙度测定方法各有其特点，本次主要从所测的孔隙度类型、可靠性和实验效率3个方面讨论。

1) 从所测的孔隙度类型来看。柱塞样氦气法和液体饱和法所测孔隙度结果代表有效孔隙度，而颗粒样氦气法所测孔隙度代表总孔隙度。由于目前国内页岩储量计算采用《页岩气资源量和储量估算规范：DZ/T 0254—2020》标准，储量计算中使用页岩有效孔隙度，采用柱塞样氦气法和液体饱和法更符合标准要求。

2) 从方法的可靠性来看。改进后的柱塞样氦气法通过采取抽真空和严格的氦气饱和平衡判定条件，让氦气能充分饱和页岩孔隙，能获取准确的有效孔隙度数据；而液体饱和法采用酒精或水等液体作为饱和介质，液体分子较氦气分子更难进入微小孔隙，少部分孔隙未测到，另液体饱和法受样品表面液体不易擦拭干净的人为操作影响，易产生误差，但从液体饱和法和柱塞样氦气法所测孔隙度结果对比来看，误差基本在±0.5%以内，液体饱和法可靠性较柱塞样氦气法略差，但也基本能满足生产需求；颗粒样氦气法已有GRI方法和《页岩气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定：GB/T 34533—2017》作为参考，对页岩总孔隙度的测定较可靠。

3) 从样品的实验效率来看。柱塞样氦气法通常一台设备只能测定一个样品，一个样品的实验周期在1小时到几个小时，实验效率稍低；颗粒样氦气法与柱塞样氦气法实验过程相似，但氦气饱和所需时间更短，实验效率中等；液体饱和法主要步骤为烘干、饱和和称量，其操作过程均可以批量开展，实验效率较高。

综上所述，页岩孔隙度测定方法优先推荐采用柱塞样氦气法，该方法所测页岩有效孔隙度结果可靠性高；液体饱和法可靠性略差，实验效率较高，能满足生产单位在短时间内完成批量实验的需求，该

方法可作为柱塞样氦气法的补充；颗粒样氦气法所测为总孔隙度，对研究页岩中连通孔隙和不连通孔隙有重要作用，可作为页岩孔隙发育特征研究的一种重要手段。

5 结论

1) 改进形成了“抽真空+严格平衡条件”的页岩柱塞样氦气法孔隙度测定方法，推荐实验条件如下：页岩柱塞样制备采用线切割方法，样品在105℃温度下烘干时间不少于24h，将样品室抽真空至0.1Pa，氦气饱和平衡判定条件采用30min压力变化小于0.21kPa，氦气注入压力设置为1.378MPa。

2) 不同方法所测页岩孔隙度结果总体上表现为颗粒样氦气法大于柱塞样氦气法与液体饱和法，分析其原因为颗粒样氦气法能测到原先封闭的孤立孔隙，反映地是页岩总孔隙度，而柱塞样氦气法和液体饱和法反映的是有效孔隙度。另外，柱塞样氦气法和液体饱和法总体差异不大，在孔隙度较小时前者略大，主要是由于液体分子较氦气分子更难进入微小孔隙，少部分孔隙未测到。

3) 页岩孔隙度测定方法优先推荐采用柱塞样氦气法，该方法所测页岩有效孔隙度结果可靠性高；液体饱和法可靠性略差，但实验效率高，能满足生产单位在短时间内完成批量实验的需求，该方法可作为柱塞样氦气法的补充；颗粒样氦气法所测为总孔隙度，对研究页岩中连通孔隙和不连通孔隙有重要作用，可作为页岩孔隙发育特征研究的一种重要方法。

参 考 文 献

- [1] 邹才能, 赵群, 王红岩, 等. 中国海相页岩气主要特征及勘探开发主体理论与技术[J]. 天然气工业, 2022, 42(8): 1-13.
ZOU Caineng, ZHAO Qun, WANG Hongyan, et al. The main characteristics of marine shale gas and the theory & technology of exploration and development in China[J]. Natural Gas Industry, 2022, 42(8): 1-13.
- [2] 郭旭升, 李宇平, 腾格尔, 等. 四川盆地五峰组—龙马溪组深水陆棚相页岩生储机理探讨[J]. 石油勘探与开发, 2020, 47(1): 193-201.
GUO Xusheng, LI Yuping, TENG Geer, et al. Hydrocarbon generation and storage mechanisms of deep-water shelf shales of Ordovician Wufeng Formation—Silurian Longmaxi Formation in Sichuan Basin, China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2020, 47(1): 193-201.
- [3] 马新华, 谢军, 雍锐, 等. 四川盆地南部龙马溪组页岩气储集层地质特征及高产控制因素[J]. 石油勘探与开发, 2020,

- 47(5): 841-855.
 MA Xinhua, XIE Jun, YONG Rui, et al. Geological characteristics and high production control factors of shale gas reservoirs in Silurian Longmaxi Formation, southern Sichuan Basin, SW China[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2020, 47(5): 841-855.
- [4] 陈更生, 董大忠, 王世谦, 等. 页岩气藏形成机理与富集规律初探[J]. *天然气工业*, 2009, 29(5): 17-21.
 CHEN Gengsheng, DONG Dazhong, WANG Shiqian, et al. A preliminary study on accumulation mechanism and enrichment pattern of shale gas[J]. *Natural Gas Industry*, 2009, 29(5): 17-21.
- [5] 马新华. 四川盆地南部页岩气富集规律与规模有效开发探索[J]. *天然气工业*, 2018, 38(10): 1-10.
 MA Xinhua. Enrichment laws and scale effective development of shale gas in the southern Sichuan Basin[J]. *Natural Gas Industry*, 2018, 38(10): 1-10.
- [6] 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. 页岩气地质评价方法: GB/T 31483—2015[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
 General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China & Standardization Administration of the People's Republic of China. Geological evaluation methods for shale gas: GB/T 31483-2015[S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.
- [7] 郭旭升, 胡东风, 黄仁春, 等. 四川盆地深层—超深层天然气勘探进展与展望[J]. *天然气工业*, 2020, 40(5): 1-14.
 GUO Xusheng, HU Dongfeng, HUANG Renchun, et al. Deep and ultra-deep natural gas exploration in the Sichuan Basin: Progress and prospect[J]. *Natural Gas Industry*, 2020, 40(5): 1-14.
- [8] 何晓, 陈更生, 吴建发, 等. 四川盆地南部地区深层页岩气勘探开发新进展与挑战[J]. *天然气工业*, 2022, 42(8): 24-34.
 HE Xiao, CHEN Gengsheng, WU Jianfa, et al. Deep shale gas exploration and development in the southern Sichuan Basin: New progress and challenges[J]. *Natural Gas Industry*, 2022, 42(8): 24-34.
- [9] 杨洪志, 赵圣贤, 刘勇, 等. 泸州区块深层页岩气富集高产主控因素[J]. *天然气工业*, 2019, 39(11): 55-63.
 YANG Hongzhi, ZHAO Shengxian, LIU Yong, et al. Main controlling factors of enrichment and high-yield of deep shale gas in the Luzhou Block, southern Sichuan Basin[J]. *Natural Gas Industry*, 2019, 39(11): 55-63.
- [10] 董大忠, 王玉满, 李新景, 等. 中国页岩气勘探开发新突破及发展前景思考[J]. *天然气工业*, 2016, 36(1): 19-32.
 DONG Dazhong, WANG Yuman, LI Xinjing, et al. Breakthrough and prospect of shale gas exploration and development in China[J]. *Natural Gas Industry*, 2016, 36(1): 19-32.
- [11] 雍锐, 陈更生, 杨学锋, 等. 四川长宁—威远国家级页岩气示范区效益开发技术与启示[J]. *天然气工业*, 2022, 42(8): 136-147.
 YONG Rui, CHEN Gengsheng, YANG Xuefeng, et al. Profitable development technology of the Changning-Weiyuan National Shale Gas Demonstration Area in the Sichuan Basin and its enlightenment[J]. *Natural Gas Industry*, 2022, 42(8): 136-147.
- [12] 国家能源局. 2022 年全国油气勘探开发十大标志性成果[EB/OL]. (2023-01-20)[2023-04-01]. http://www.nea.gov.cn/2023-01/20/c_1310692197.htm.
 National Energy Administration. Top 10 iconic achievements in national oil and gas exploration and development in 2022[EB/OL]. (2023-01-20)[2023-04-01]. http://www.nea.gov.cn/2023-01/20/c_1310692197.htm.
- [13] 国家能源局石油天然气司, 国务院发展研究中心资源与环境政策研究所, 自然资源部油气资源战略研究中心. 中国天然气发展报告(2022)[R]. 北京: 石油工业出版社, 2022.
 Petroleum and Natural Gas Department of the National Energy Administration, Institute for Resources and Environmental Policies of Development Research Center of the State Council & Strategic Research Center of Oil and Gas Resources of the Ministry of Natural Resources. China natural gas development report (2022)[R]. Beijing: Petroleum Industry Press, 2022.
- [14] 中华人民共和国自然资源部. 页岩气资源量和储量估算规范: DZ/T 0254—2020[S]. 武汉: 中国地质出版社, 2020.
 Ministry of Natural Resources, People's Republic of China. Regulation of shale gas resources and reserves estimation: DZ/T 0254-2020[S]. Wuhan: China Geological Publishing House, 2020.
- [15] 邹才能, 董大忠, 蔚远江, 等. 海相页岩气[M]. 北京: 科学出版社, 2021.
 ZOU Caineng, DONG Dazhong, WEI Yuanjiang, et al. Marine shale gas[M]. Beijing: Science Press, 2021.
- [16] 周尚文, 董大忠, 张介辉, 等. 页岩气储层孔隙度测试方法关键参数优化[J]. *天然气工业*, 2021, 41(5): 20-29.
 ZHOU Shangwen, DONG Dazhong, ZHANG Jiehui, et al. Optimization of key parameters for porosity measurement of shale gas reservoirs[J]. *Natural Gas Industry*, 2021, 41(5): 20-29.
- [17] 王世谦. 页岩岩心样品分析数据对比及其影响因素分析[J]. *天然气工业*, 2020, 40(1): 160-174.
 WANG Shiqian. Correlation of shale core analysis results and its influencing factors[J]. *Natural Gas Industry*, 2020, 40(1): 160-174.
- [18] GUIDRY K, LUFFEL D, CURTIS J. Development of laboratory and petrophysical techniques for evaluating shale reservoirs: GRI-95/0496[R]. Houston: ResTech Houston, Inc., 1996.
- [19] LUFFEL D L, GUIDRY F K. New core analysis methods for measuring reservoir rock properties of Devonian shale[J]. *Journal of Petroleum Technology*, 1992, 44(11): 1184-1190.
- [20] LUFFEL D L, GUIDRY F K, CURTIS J B. Evaluation of Devonian shale with new core and log analysis methods[J]. *Journal of Petroleum Technology*, 1992, 44(11): 1192-1197.
- [21] 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. 页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定: GB/T 34533—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
 General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China & Standardization Administration of the People's Republic of China. Measurement of helium porosity and pulse decay permeability of shale: GB/T

- 34533-2017[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [22] 付永红, 蒋裕强, 夏国勇, 等. 海相页岩孔隙度 GRI 测定方法优化 [J]. 天然气工业, 2020, 40(10): 20-28.
FU Yonghong, JIANG Yuqiang, XIA Guoyong, et al. Optimization of GRI porosity determination method for marine shale[J]. Natural Gas Industry, 2020, 40(10): 20-28.
- [23] 付永红, 蒋裕强, 陈虎, 等. 页岩柱塞样与碎样孔隙度差异性分析与启示 [J]. 石油实验地质, 2020, 42(2): 302-310.
FU Yonghong, JIANG Yuqiang, CHEN Hu, et al. Analysis and Enlightenment of porosity differences between shale plug samples and crushed samples[J]. Petroleum Geology and Experiment, 2020, 42(2): 302-310.
- [24] 翁剑桥, 李夏伟, 戚明辉, 等. 四川盆地龙马溪组页岩孔隙度实验方法分析 [J]. 岩矿测试, 2022, 41(4): 598-605.
WENG Jianqiao, LI Xiawei, QI Minghui, et al. Study on porosity measurement determination methods of a shale reservoir in the Longmaxi Formation, Sichuan Basin[J]. Rock and Mineral Analysis, 2022, 41(4): 598-605.
- [25] SUN Jianmeng, DONG Xu, WANG Jinjie, et al. Measurement of total porosity for gas shales by gas injection porosimetry (GIP) method[J]. Fuel, 2016, 186: 694-707.
- [26] 孙建孟, 宗成林, 董旭, 等. 基于核磁共振的页岩粉碎样品孔隙度研究 [J]. 测井技术, 2017, 41(5): 512-516.
SUN Jianmeng, ZONG Chenglin, DONG Xu, et al. Porosity measurement of crushed shales using NMR[J]. Well Logging Technology, 2017, 41(5): 512-516.
- [27] 蒋裕强, 刘雄伟, 付永红, 等. 渝西地区海相页岩储层孔隙有效性评价 [J]. 石油学报, 2019, 40(10): 1233-1243.
JIANG Yuqiang, LIU Xiongwei, FU Yonghong, et al. Evaluation of effective porosity in marine shale reservoir, western Chongqing[J]. Acta Petrolei Sinica, 2019, 40(10): 1233-1243.
- [28] 杨巍, 薛莲花, 唐俊, 等. 页岩孔隙度测量实验方法分析与评价 [J]. 沉积学报, 2015, 33(6): 1258-1264.
YANG Wei, XUE Lianhua, TANG Jun, et al. Analysis and evaluation of different measuring methods for shale porosity[J]. Acta Sedimentologica Sinica, 2015, 33(6): 1258-1264.
- [29] 李军, 武清钊, 路菁, 等. 页岩气储层总孔隙度与有效孔隙度测量及测井评价——以四川盆地龙马溪组页岩气储层为例 [J]. 石油与天然气地质, 2017, 38(3): 602-609.
LI Jun, WU Qingzhao, LU Jing, et al. Measurement and logging evaluation of total porosity and effective porosity of shale gas reservoirs: A case from the Silurian Longmaxi Formation shale in the Sichuan Basin[J]. Oil & Gas Geology, 2017, 38(3): 602-609.
- [30] 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. 岩心分析方法: GB/T 29172—2012[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China & Standardization Administration of the People's Republic of China. Practices for core analysis: GB/T 29172-2012[S]. Beijing: Standards Press of China, 2013.
- [31] 孙冲. 页岩孔隙度氦气法测试影响因素分析及方法改进 [J]. 江汉石油职工大学学报, 2022, 35(2): 15-17.
SUN Chong. Analysis of influencing factors and improvement of shale porosity test by Helium method[J]. Journal of Jiangnan Petroleum University of Staff and Workers, 2022, 35(2): 15-17.
- [32] 向雪冰, 司马立强, 王亮, 等. 页岩气储层孔隙流体划分及有效孔径计算——以四川盆地龙潭组为例 [J]. 岩性油气藏, 2021, 33(4): 137-146.
XIANG Xuebing, SIMA Liqiang, WANG Liang, et al. Pore fluid division and effective pore size calculation of shale gas reservoir: A case study of Longtan Formation in Sichuan Basin[J]. Lithologic Reservoirs, 2021, 33(4): 137-146.
- [33] 蒋裕强, 付永红, 谢军, 等. 海相页岩气储层评价发展趋势与综合评价体系 [J]. 天然气工业, 2019, 39(10): 1-9.
JIANG Yuqiang, FU Yonghong, XIE Jun, et al. Development trend of marine shale gas reservoir evaluation and a suitable comprehensive evaluation system[J]. Natural Gas Industry, 2019, 39(10): 1-9.
- [34] American Petroleum Institute. Recommended practices for core analysis[M]. 2nd ed. Washington DC: API, 1998.
- [35] 李新, 刘鹏, 罗燕颖, 等. 页岩气储层岩心孔隙度测量影响因素分析 [J]. 地球物理学进展, 2015, 30(5): 2181-2187.
LI Xin, LIU Peng, LUO Yanying, et al. Analysis of influencing factors on porosity measurement of shale gas reservoir core[J]. Progress in Geophysics, 2015, 30(5): 2181-2187.

(修改回稿日期 2023-03-10 编辑 韩建)



本文互动