

# 页岩柱塞样与碎样孔隙度差异性分析与启示

付永红<sup>1,2</sup>, 蒋裕强<sup>1,2</sup>, 陈虎<sup>3</sup>, 周克明<sup>4</sup>, 邱峻晰<sup>5</sup>,  
张海杰<sup>6</sup>, 刘雄伟<sup>1</sup>, 谷一凡<sup>1</sup>, 蒋增政<sup>7</sup>

(1. 西南石油大学 地球科学与技术学院, 成都 610500; 2. 中国石油非常规油气重点实验室 储层评价实验室, 成都 610500;  
3. 中国石油西南油气田公司 开发事业部, 成都 610051; 4. 中国石油西南油气田公司 勘探开发研究院, 成都 610213;  
5. 四川页岩气勘探开发有限责任公司, 成都 610051; 6. 重庆页岩气勘探开发有限责任公司, 重庆 610213;  
7. 四川杰瑞泰克科技有限公司, 成都 610500)

**摘要:**页岩孔隙度是评价页岩储层品质和页岩气储量计算的重要参数之一, 因此准确测量页岩孔隙度十分重要。测量页岩孔隙度的方法较多, 从样品形状上可分为柱塞样和碎屑颗粒样, 从测量方法上可分为液体饱和法和氦气饱和法。目前对柱塞样孔隙度和碎样孔隙度测量结果比对研究较少, 两者差异更是鲜见报道。首先通过测量典型柱塞样孔隙度, 确定不同测量方法的适用范围; 然后将柱塞样粉碎后测量其碎样孔隙度及分析影响碎样孔隙度的因素; 最后比较柱塞样孔隙度和碎样孔隙度之间的差异。实验结果表明, 页岩柱塞样氦孔隙度为页岩连通孔隙度, 碎样氦孔隙度为页岩总孔隙度, 且后者较前者高 0.65%~2.40%, 约占总孔隙度的 11.21%~44.36%。柱塞样氦孔隙度偏小的原因主要有: (1) 测量氦孔隙度的注入压力过低; (2) 测量氦孔隙度前未对样品抽真空; (3) 柱塞样中大量的不连通孔隙无法被氦气有效饱和。不同矿物组分与柱塞样、碎样孔隙度之间的相关性分析表明, 不连通孔隙主要存在于有机质中, 少量存在于黏土矿物中。为实现页岩气高效开发, 可在压裂液中添加适当的化学剂, 改造有机质和黏土矿物结构, 释放不连通孔隙中的页岩气, 以提高页岩气单井产量和页岩气采收率。

**关键词:**页岩岩心; 柱塞样; 碎样; 孔隙度差异; 不连通孔隙

**中图分类号:** TE135

**文献标识码:** A

## Analysis and enlightenment of porosity differences between shale plug samples and crushed samples

FU Yonghong<sup>1,2</sup>, JIANG Yuqiang<sup>1,2</sup>, CHEN Hu<sup>3</sup>, ZHOU Keming<sup>4</sup>, QIU Xunxi<sup>5</sup>,

ZHANG Haijie<sup>6</sup>, LIU Xiongwei<sup>1</sup>, GU Yifan<sup>1</sup>, JIANG Zengzheng<sup>7</sup>

(1. School of Geoscience and Technology, Southwest Petroleum University, Chengdu, Sichuan 610500, China;

2. Unconventional Reservoir Evaluation Laboratory, UOGKL, CNPC, Chengdu, Sichuan 610500, China;

3. Exploration Department, PetroChina Southwest Oil & Gas Field Company, Chengdu, Sichuan 610051, China;

4. Research Institute of Exploration and Development, PetroChina Southwest Oil & Gas Field Company, Chengdu, Sichuan 610213, China;

5. Sichuan Shale Gas Exploration and Development Company Limited, Chengdu, Sichuan 610051, China;

6. Chongqing Shale Gas Exploration and Development Company Limited, Chongqing 610213, China;

7. Sichuan Geoscience and Technology Company Limited, Chengdu, Sichuan 610500, China)

**Abstract:** Shale porosity is one of the important parameters for shale reservoir quality evaluation and shale gas reserve calculation, so it is very important to accurately measure shale porosity. There are many methods to measure shale porosity. Liquid saturation and helium saturation methods are applied to core plugs and crushed samples. At present, there are few comparative studies on the measurement results of the porosity of plug samples and crushed samples, and the differences between them are even less reported. Firstly, the porosity of plug samples is measured using different measurement methods. Then, the plug samples are crushed and the porosity of the crushed samples is measured, and the factors affecting porosity are analyzed. Finally, the differences between

**收稿日期:** 2019-10-24; **修订日期:** 2019-12-29。

**作者简介:** 付永红(1990—), 男, 博士研究生, 主要从事油气地质、储层地质及油气藏开发地质研究。E-mail: fyh\_swpu@163.com。

**基金项目:** 国家自然科学基金项目“页岩储层纳米孔隙结构表征及渗流机理研究”(51674044)、四川省应用基础研究项目“海相页岩气建产核心区智能评价系统研究(省重)”(2019YJ0340)、四川省苗子工程重点项目“基于压裂液返排规律评价页岩气储层压裂效果的方法研究”(2019JDRC0095)、高等学校学科创新引智计划(111计划)“深层海相页岩气高校开发学科创新引智基地”(D18016)联合资助。

the porosity of the plug samples and the crushed samples are compared. The experiment results show that the porosity of shale plug samples (helium saturation method) is the connected porosity of shale, and the porosity of crushed samples is the total porosity of shale, and the latter is 0.65%–2.40% higher than the former, which accounts for 11.21%–44.36% of the total porosity. There are several reasons. (1) The injection pressure of helium saturation method is too low. (2) The samples are not evacuated. (3) A large number of unconnected pores in the shale plug samples are not effectively saturated with helium. The correlation between different mineral components and the porosity of plug and crushed samples shows that the unconnected pores mainly exist in organic matter and a small amount in clay minerals. Appropriate chemical reagents can be added in the process of reservoir transformation to effectively modify the structure of organic matter and clay minerals, and release shale gas in these disconnected pores as far as possible, so as to improve shale gas recovery.

**Key words:** shale core; plug sample; crushed sample; porosity difference; unconnected pore

随着常规油气资源的不断开发和消耗,非常规资源的有效开发已呈必然趋势<sup>[1]</sup>。页岩气全球资源量达  $456 \times 10^{12} \text{ m}^3$ , 是煤层气与致密砂岩气资源量的总和<sup>[2]</sup>, 在现有技术经济条件下展示出巨大的资源潜力<sup>[3]</sup>。美国页岩气勘探开发的技术突破<sup>[4-7]</sup>, 极大地促进了我国页岩气资源勘探开发的进程。

页岩孔隙以纳米孔隙为主, 常规储层孔隙度测量方法难以适用于低孔高产页岩气储层评价<sup>[8]</sup>。因此, 准确测量页岩孔隙度是评价页岩储层品质和页岩气储量计算的重要前提之一<sup>[9-12]</sup>。核磁共振(NMR)<sup>[13]</sup>、压汞<sup>[14]</sup>、气体吸附<sup>[14]</sup>、小角散射<sup>[15]</sup>等方法逐渐应用于页岩孔隙度表征<sup>[16]</sup>, 国内通常采用氦孔法或液体饱和法<sup>[17]</sup>测量页岩柱塞样孔隙度, 国外以碎样孔隙度测量为主<sup>[18]</sup>。氦气分子半径小, 分子筛效应弱<sup>[19-20]</sup>, 可有效测量页岩连通孔隙度, 但氦孔隙度与其他方法测量孔隙度之间的差异认识不明确。这些问题将严重影响页岩气总资源量评估及页岩气评层选区和高效开发。

## 1 实验样品和岩石学特征

选取重庆西部荣昌地区 R203 井志留系龙马溪组 6 块柱塞样品(直径 25 mm×长度 40 mm), 首

先采用氦孔法、液体饱和法和 NMR 法依次测量柱塞样孔隙度, 然后将柱塞样粉碎成不同粒径大小 (>20, 10~20, 5~10, 2~5, 0.25~2, 0.15~0.25 mm), 再测量碎样氦孔隙度, 并对比柱塞样孔隙度与碎样孔隙度之间的差异, 在此基础上确定页岩总孔隙度和连通孔隙度。实验样品的有机碳含量分布在 1.63%~3.70%之间, 石英含量分布在 49.9%~61.2%之间, 黏土含量分布在 24.2%~30.7%之间(表 1)。由于有机碳含量和矿物组分的差异, 可能造成不同样品间的孔隙度差异明显, 如有机碳含量与孔隙度存在较好关系<sup>[12]</sup>, 即有机碳含量高, 孔隙度相对较高。

## 2 孔隙度测量步骤

液体饱和法和核磁共振法均采用抽真空加压饱和盐水(2%的 NaCl 溶液)和饱和油(十二烷), 分别测量其平行柱塞样的孔隙度。实验步骤如下:

(1) 将 6 组平行样在 200 °C 条件下烘干 24 h 后备用;

(2) 选取其中一组平行样测量氦气孔隙度, 饱和压力分别为 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.5, 2.0, 3.0 MPa;

(3) 测量完氦孔隙度后再将样品饱和油, 测量其孔隙度;

表 1 实验样品有机碳含量和岩石矿物学特征

Table 1 TOC content and petrological mineralogical characteristics of shale samples

编号	深度/m	有机碳含量/%	矿物含量/%					
			黏土	石英	长石	方解石	白云石	黄铁矿
R203-1	4 323.29	2.82	30.7	50.2	6.0	6.2	3.8	3.1
R203-2	4 324.27	2.72	29.8	49.9	7.0	5.2	4.9	3.2
R203-3	4 343.99	1.63	26.0	61.2	4.2	4.4	3.1	1.1
R203-4	4 333.14	2.57	24.2	57.6	6.1	5.4	4.3	2.4
R203-5	4 343.24	3.70	29.7	54.7	3.3	2.9	5.2	4.2
R203-6	4 338.31	3.30	28.6	60.2	5.0	1.5	1.4	3.3

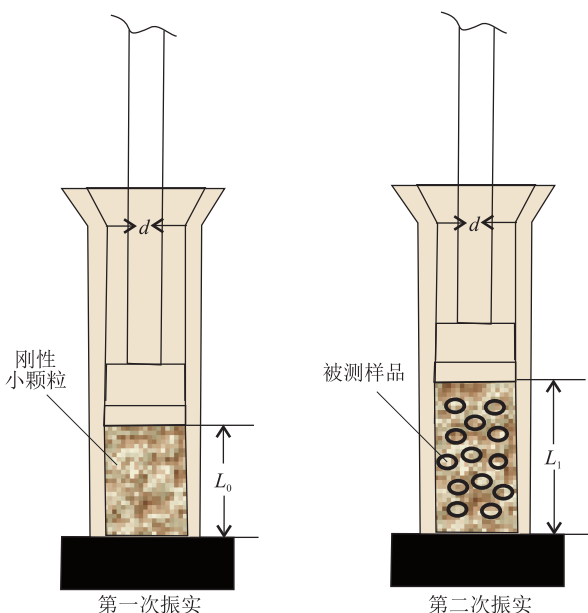


图1 碎样外观总体积测量原理

Fig.1 Measuring principle of appearance total volume of crushed sample

(4) 另一组平行样饱和盐水后, 测量其盐水孔隙度;

(5) 液体饱和法和孔隙度测量完毕后, 再采用核磁共振测量孔隙度;

(6) 将饱和油的样品烘干, 并逐渐粉碎至不同粒径, 测量碎样孔隙度。

柱塞样氦孔隙度和液体饱和法和孔隙度测量方法参考标准“岩心分析方法: GB/T 29172—2012”。核磁共振孔隙度测量步骤详见参考文献[13]。碎样氦孔隙度测量时, 外观总体积测量采用向圆柱形容器中加刚性小颗粒(刚性小颗粒小于60目, 不会粘附于页岩颗粒表面), 在外加振实压力下进行充填, 根据未装样品和装满样品前后两次柱塞的位置之差, 计算碎样外观体积(图1)。计算公式如下:

$$V_b = \frac{1}{4} \pi d^2 (L_1 - L_0)$$

式中:  $V_b$  为被测样品的外观总体积,  $\text{cm}^3$ ;  $d$  为圆柱形容器的内直径,  $\text{cm}$ ;  $L_0$  为仅装入刚性颗粒时柱塞离底座的高度,  $\text{cm}$ ;  $L_1$  为装入被测样品后柱塞离底座的高度,  $\text{cm}$ 。

碎样颗粒体积测量采用波义耳双室法, 参考标准《岩心分析方法: GB/T 29172—2012》。

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 柱塞样孔隙度测量结果分析

利用氦孔法、液体饱和法和核磁共振法测量柱

塞样孔隙度差异明显(表2), 其中饱和盐水核磁共振孔隙度最大, 饱和盐水液体饱和法和孔隙度次之, 氦气饱和法和孔隙度最小。

#### 3.1.1 液体饱和法和孔隙度测量结果分析

采用盐水和油作为饱和介质测量页岩柱塞样品孔隙度, 结果显示饱和油的孔隙度小于饱和盐水的孔隙度(表2)。研究区页岩发育大规模有机孔、粒内溶孔和有机质边缘缝等(图2), 这些孔隙空间和裂缝空间具有不同的润湿性, 影响了油水进入有机孔和无机孔的难易程度, 造成孔隙度测量结果出现较大差异。实验表明, 柱塞样单位质量岩心自吸水量较自吸油量大, 表明页岩柱塞样具有更多的亲水性连通孔隙, 而亲油性连通孔隙相对较少<sup>[21-23]</sup>, 也造成饱和盐水核磁孔隙度偏大。由表1可知, 此次研究样品黏土矿物含量较高(24.2%~30.7%), 且成分以伊利石为主<sup>[24]</sup>, 吸水后由于水化作用可产生微裂缝<sup>[25-28]</sup>, 导致更多的水滞留于水化作用产生的微裂缝中, 进一步使饱和盐水的孔隙度大于饱和油的孔隙度, 也造成饱和盐水的核磁孔隙度大于饱和油的核磁孔隙度。

#### 3.1.2 核磁共振孔隙度测量结果分析

为了分析核磁共振孔隙度较液体饱和法和孔隙度偏大的原因, 实验测量前对样品进行了原始状态 and 不同温度烘干后的核磁  $T_2$  谱测量, 发现 200 °C 干燥后页岩样品仍具有较高的核磁信号(图3)。研究表明, 这些信号主要是由黏土矿物层间水未完全去除和有机质核磁响应引起。在计算核磁共振

表2 不同方法柱塞样孔隙度测量结果

Table 2 Plug sample porosity by various methods %

样品号	液体饱和法和孔隙度		核磁孔隙度		氦孔隙度	
	饱和油	饱和盐水	饱和油	饱和盐水	0.8 MPa	3.0 MPa
R203-1	4.49	5.71	4.55	6.99	3.71	4.25
R203-2	4.85	5.50	4.98	4.12	3.50	4.09
R203-3	3.06	4.11	3.16	4.98	3.20	3.80
R203-4	3.97	4.68	4.04	5.14	2.68	3.02
R203-5	5.02	6.05	5.49	6.78	4.05	4.98
R203-6	4.73	6.36	4.91	6.98	4.36	5.26

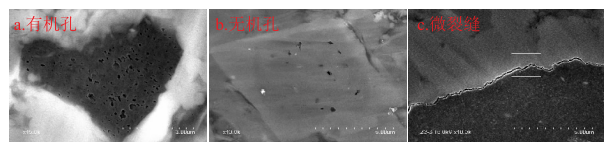


图2 样品 R203-1 有机孔(a)、无机孔(b)及微裂缝(c)电镜观测结果

Fig.2 Electron microscopic observations of organic pores(a), inorganic pores(b) and micro fractures(c) in sample R203-1

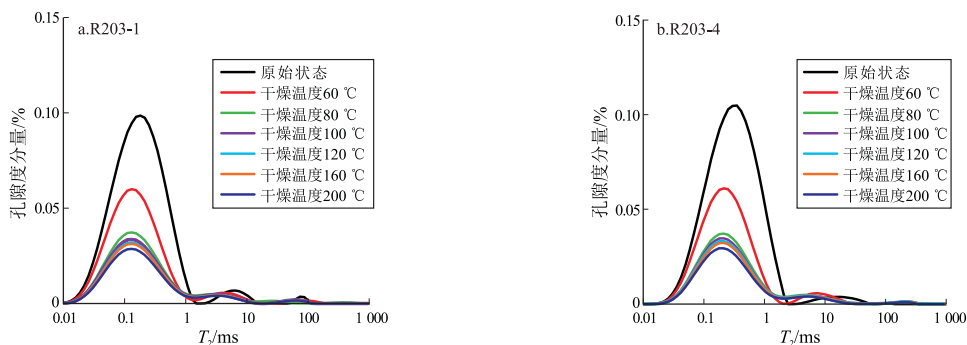


图3 岩心 R203-1(a)和 R203-4(b)在不同干燥温度下的核磁  $T_2$  谱

Fig.3 NMR  $T_2$  spectra of cores R203-1(a) and R203-4(b) at different drying temperatures

孔隙度时,干燥岩心的核磁信号也将计算为总孔隙度的一部分,导致核磁共振孔隙度较其他柱塞样孔隙度测量结果偏大。此外,核磁共振还可以检测到页岩闭孔中所含的 H 原子,闭孔也是导致核磁共振孔隙度测量结果偏大的原因之一。不管采用哪种实验测量方法,R203-1号样品的孔隙度本身大于 R203-4号样品的孔隙度,所以 R203-1号样品在不同状态下的核磁强度大于 R203-4号样品的核磁强度。此外,R203-1号样品的黏土含量也大于 R203-4号样品的黏土含量,其黏土晶间的束缚水含量也相对较高。

### 3.1.3 氦孔隙度测量结果分析

氦孔法在常规岩心孔隙度测量中应用广泛,但测量的页岩孔隙度与其他方法相比结果大大偏小(表2)。由于页岩发育大量微纳米孔隙,氦孔法饱和压力较低,氦气难以进入将其饱和,为此开展了不同注入压力下的氦孔隙度测量。图4显示,当注入压力逐渐升高时,氦孔隙度逐渐增大,尤其是在2 MPa之前,孔隙度增加比较明显。由图5可知,在0.20~2.07 MPa气体注入压力下,气体进入孔隙空间所需时间更长,孔隙度也随注入压力的增加而增大,可见随着注入压力增大,氦气分子可进入更

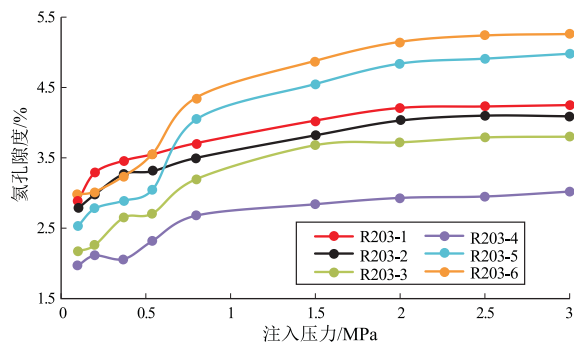


图4 氦孔隙度与注入压力的关系

Fig.4 Relationship between helium porosity and injection pressure

多微小孔隙。页岩中微小孔隙数量多,但孔隙体积占比小,使得注入压力小于1 MPa之前,孔隙度增加明显;而在1~2 MPa注入压力下,孔隙度增加缓慢。由于页岩孔隙细小,氦气分子在较小的注入压力下难以充分饱和,导致氦气孔隙度较液体饱和及核磁共振孔隙度偏小。增大注入压力(3 MPa)后的氦气孔隙度仍较饱和盐水的孔隙度小,表明影响氦气孔隙度测量结果的影响因素不仅仅只有注入压力。对比氦孔隙度与液体饱和法测量流程发现:饱和液体前,样品经过长时间抽真空处理;而氦孔法没有对样品进行抽真空,样品孔隙中有气体存在,占据了部分孔隙空间。此外,页岩平均孔喉半径较小<sup>[29-30]</sup>、比表面大,对空气和甲烷分子具有较强的吸附能力,也将造成氦孔隙度测量结果偏低。

页岩黏土矿物含量高,孔隙类型复杂多样,孔喉细小、比表面大,矿物和有机质的润湿性差异大,对气体分子的吸附能力较强,导致核磁共振孔隙度和液体饱和法孔隙度结果大于氦孔隙度。氦孔隙度偏低的原因主要为:(1)注入压力过低;(2)测量样品前未对样品抽真空。为准确测量页岩孔隙度,需建立一套抽真空和高压饱和氦气的实验方法。

## 3.2 碎样孔隙度测量结果分析

### 3.2.1 粉碎粒径的影响

为了与柱塞样孔隙度测量结果对比,选取2 MPa作为饱和压力,理由是注入压力小于2 MPa时,柱塞样孔隙度测量结果变化非常明显,而大于2 MPa后测量结果基本不变。与常规砂岩相比,气体分子难以快速进入页岩纳米孔隙,也需要更长的平衡时间<sup>[31-32]</sup>,样品粒径不同,饱和平衡时间也不同。图6显示,当粒径大于5 mm时,测量孔隙度值随粒径的减小而增大;当粒径小于5 mm时,孔隙度测量值趋于稳定。粒径较大(大于5 mm)的样品在相同的注入压力条件下,氦气分子完全进入页岩纳米孔隙空间相对困难,使测量孔隙度偏小。

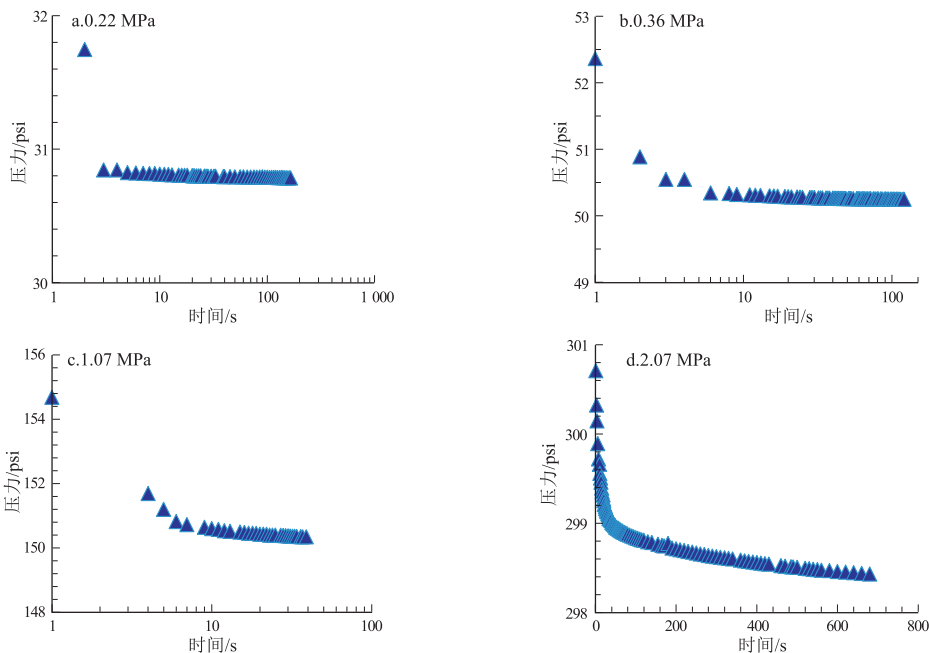


图 5 样品 R203-1 不同注入压力与平衡时间关系

Fig.5 Relationship between different injection pressures and balance time of sample R203-1

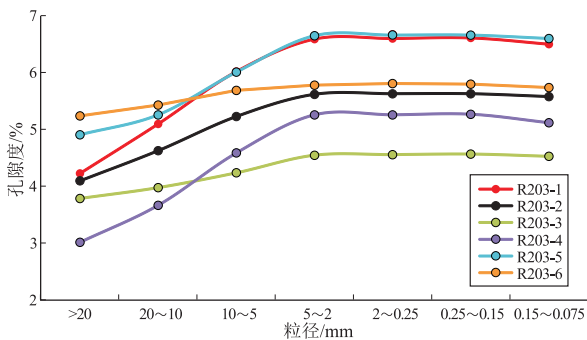


图 6 粉碎粒径与氦孔隙度测量结果关系

Fig.6 Relationship between crushed particle size and helium porosity

当样品被粉碎至一定程度后,氦气分子能有效进入纳米孔隙中,测量的氦孔隙度值才具有较高的真实性。此外,6 个样品本身的孔隙度大小和有机碳含量不同导致图 6 中曲线不同。孔隙度和有机碳含量越大,粉碎样品的孔隙度也越大。

粉碎至较小的粒径是否会破坏岩心的孔隙结构,使测量孔隙度值偏小? 换言之,粉碎程度越高,测量结果是否越精确? 因此,在粉碎过程中必须考虑对孔隙结构的破坏作用。页岩颗粒骨架主要由黏土和泥沙压实成岩,其粒径分布在  $30 \sim 60 \mu\text{m}$ <sup>[33]</sup>。根据美国材料与试验学会(American Society for Testing and Materials, ASTM)粒径分类标准,细沙类被分为黏土和泥沙两类,对应的粒径应小于  $0.074 \text{ mm}$ ,可通过的标准筛目数为 200 目<sup>[18]</sup>,故岩心粉碎的粒径必须大于颗粒粒径才能保证孔隙不被破

坏。图 6 显示,当粒径分布在  $0.25 \sim 0.15 \text{ mm}$  时,出现孔隙度减小的现象,表明岩心粉碎至  $0.25 \text{ mm}$  可能破坏岩心孔隙结构。因此,页岩样品粉碎至粒径为  $5 \sim 0.25 \text{ mm}$  时测量的氦孔隙度更接近于岩石的总孔隙度。

### 3.2.2 振实压力和振实次数的影响

碎样外观总体积也是影响氦孔隙度准确测量的关键因素。本论文采用“填积法”实现了对碎样外观体积的测量。为增强外观总体积测量结果的可靠性,选择已知体积的标准钢块进行体积标定,分析不同振实压力和不同振实次数条件下的钢块体积。图 7 显示,当振实压力大于  $80 \text{ N}$  后,测量的外观体积基本不变;振实次数大于 5 次后,测量的外观体积较为可信。因此可选取  $100 \text{ N}$  的振实压力和 10 次振实次数来标定 5 块已知体积的标块体积,测量结果与已知结果具有较高的一致性(图 8)。

因此,注入压力为  $2 \text{ MPa}$ ,粉碎粒径为  $5 \sim 0.25 \text{ mm}$ ,振实压力为  $100 \text{ N}$ ,振实次数为 10 次条件下测量的岩石氦孔隙度可认为是页岩岩石的总孔隙度。

### 3.3 柱塞样与碎样氦孔隙度差异分析

部分学者认为,在岩心粉碎过程中绝大部分死孔隙或不连通孔隙被打开,使其变为可连通孔隙,增加了有效孔隙度<sup>[34]</sup>。然而,杨巍等<sup>[35]</sup>采用边长为  $2 \text{ cm}$  的块状页岩样品进行研究,指出在样品粉碎过程中可以增加有效孔隙体积,但页岩有效孔隙的主要贡献者仍然为大孔、中孔和微裂缝,在打开

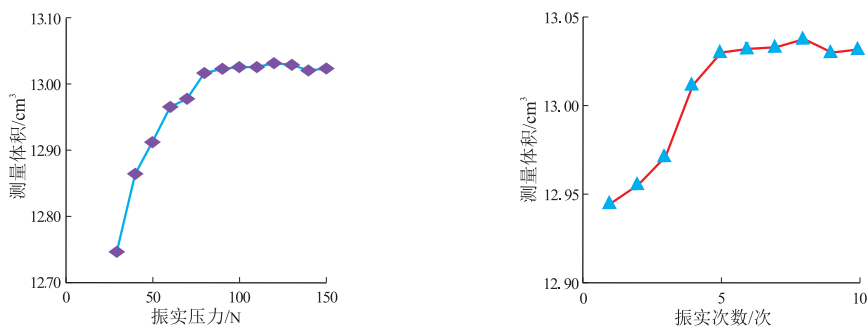


图7 测量标块外观总体积与振实压力和振实次数的关系

Fig.7 Relationship between standard block volume and compaction pressure and times

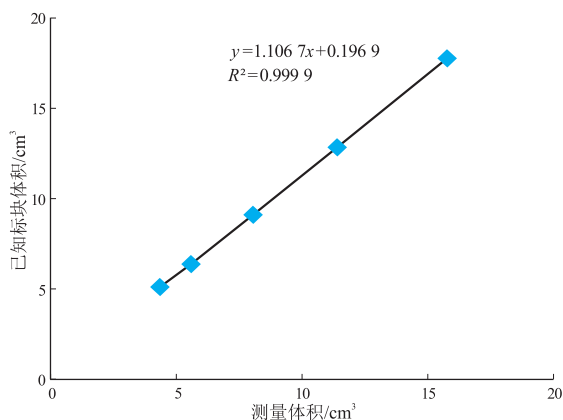


图8 标块的测量体积与真实体积的关系

Fig.8 Relationship between measured and real volumes of standard blocks

死孔隙的同时,大孔、中孔和微裂缝将受到不同程度的破坏,使有效孔隙体积减小。该实验研究证明边长为 2 cm 的块状样品不能完全打开不连通孔隙,气体分子不能完全进入有机孔和闭孔。前文已得出页岩样品粉碎至粒径为 5~0.25 mm 并不会破坏岩石的颗粒结构,孔隙并不会因此而遭受损失。图 9 显示,粒径为 2.00~0.25 mm 碎样氦孔隙度远大于柱塞样氦孔隙度(注入压力为 2 MPa),其差值分布在 0.65%~2.40%,占总孔隙度的 11.21%~

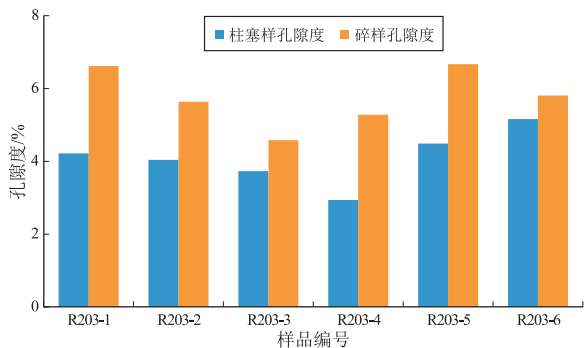


图9 柱塞样与碎样(2.00~0.25 mm)氦孔隙度对比

Fig.9 Comparison of helium porosity between plug samples and crushed samples (2.00~0.25 mm)

44.36%。由此可知,柱塞样与碎样之间的孔隙度差异主要源于页岩孔隙连通程度的差异,柱塞样样品粒径较大,很多孤立孔隙或非连通孔隙将无法被氦气分子探测,导致孔隙度偏小;将样品粉碎可有效减小孔隙未连通的盲区,增大气体探测孔隙空间,从而测量岩石中的总孔隙空间,包含连通部分和不连通部分。

图 10 显示,柱塞样氦孔隙度与有机碳含量和黏土矿物含量明显正相关,实验样品的有机质孔隙是氦孔隙度的主要贡献者。将岩心粉碎至 2.00~0.25 mm 后,大量不连通的孔隙被打开,碎样氦孔隙度与有机碳含量的相关性比柱塞样更大,表明页岩中大量不连通孔隙主要存在于有机质内。碎样氦孔隙度与柱塞样氦孔隙度相差越大,反映了页岩样品中孔隙发育程度越复杂。相关文献已证实页岩中发育大量的不连通孔隙<sup>[36-37]</sup>,在粉碎过程中被打开<sup>[38-40]</sup>。故通过研究认为,柱塞样孔隙度通常表达连通孔隙的信息,而碎样孔隙度代表页岩总孔隙度的信息。

#### 4 孔隙度差异对页岩气开发的启示

页岩储层矿物组分复杂,孔隙类型多样,孔喉细小、比表面大,矿物和有机质的润湿性差异大,对气体分子的吸附能力较强,使其有效开发极具挑战性。研究表明,页岩除了发育连通孔隙外,还发育大量不连通孔隙,最高可占页岩样品总孔隙体积的 44.36%。为了实现页岩气高效开采,就必须考虑将这部分不连通孔隙变成连通孔隙,才能有效提高页岩气产量。

大型水力压裂技术已成为实现页岩气商业高效开采的主要技术手段<sup>[41-44]</sup>。水力压裂技术主要是通过高压使岩石破碎,并形成大量网状缝,以提高页岩气的流动能力。因此,有效的体积改造与缝网改造程度将决定单井页岩气产量。在压裂过程

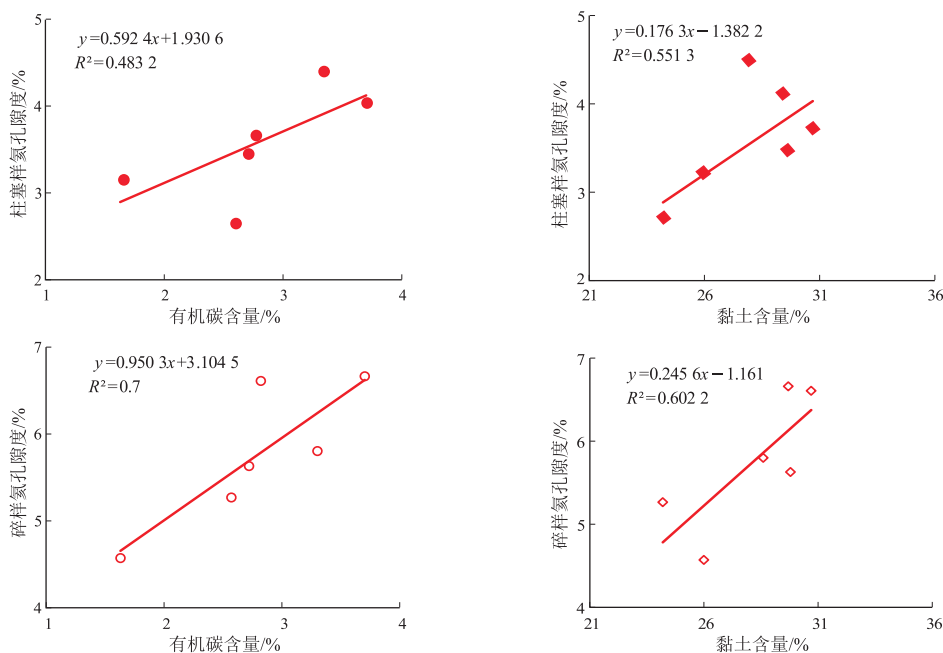


图 10 柱塞样和碎样氦孔隙度与有机碳含量和黏土矿物含量的关系

Fig.10 Relationship between helium porosity and TOC content and clay mineral content both in plug samples and crushed samples

中大量的压裂液注入地层并与页岩基质相互作用,可形成大量网状缝。大量的网状裂缝与页岩基质接触后便能有效增加页岩的泄气体积,但不能完全释放不连通孔隙中的天然气。由于不连通孔隙主要存在于有机质和黏土矿物中,为了有效释放这部分孔隙中的天然气,需提高页岩储层整体可改造能力,以创造更多的孔隙空间或裂缝空间,提高缝网与有机质和黏土矿物的接触面积,为压裂液与有机质和黏土矿物相互作用提供更多的空间和机会。为实现页岩气高效开发,可考虑在压裂液中添加适当的化学剂,改造有机质和黏土矿物结构,释放不连通孔隙中的页岩气,以提高页岩气单井产量和页岩气采收率。

### 5 结论

(1)页岩储层矿物组分复杂,孔隙类型多样,孔喉细小、比表面大,矿物和有机质的润湿性差异大,对气体分子的吸附能力较强,导致核磁共振孔隙度和液体饱和法孔隙度(油、盐水)测量的柱塞样孔隙度误差相对较大。若黏土矿物含量较低时,可采用饱和盐水的方法测量页岩柱塞样孔隙度。而氦孔隙度偏低的原因主要为注入压力过低和测量样品前未对样品抽真空。

(2)碎样氦孔隙度影响因素主要为粉碎粒径、振实压力及振实次数。实验研究表明,注入压力为 2 MPa 时,在粉碎粒径为 5.00~0.25 mm、振实压力

为 100 N、振实次数为 10 次的测量条件下,测量的碎样氦孔隙度更接近于页岩样品的总孔隙度。

(3)页岩中大量的不连通孔隙导致碎样氦孔隙度与柱塞样氦孔隙度之间存在较大差异。柱塞样氦孔隙度无法表达不连通的孔隙信息。柱塞样经粉碎后大量不连通孔隙被打开,因此,柱塞样氦孔隙度为连通孔隙度,碎样氦孔隙度可视为页岩总孔隙度。

(4)不连通孔隙主要存在于有机质中,少量存在于黏土矿物中。两者差值大小在某种程度上可反映页岩样品中孔隙发育程度的复杂性。可在压裂液中添加适当的化学剂,改造有机质和黏土矿物结构,释放不连通孔隙中的页岩气,以提高页岩气单井产量和页岩气采收率。

### 参考文献:

[1] 邹才能,朱如凯,吴松涛,等.常规与非常规油气聚集类型、特征、机理及展望:以中国致密油和致密气为例[J].石油学报,2012,33(2):173-187.  
ZOU Caineng, ZHU Rukai, WU Songtao, et al. Types, characteristics, genesis and prospects of conventional and unconventional hydrocarbon accumulations: taking tight oil and tight gas in China as an instance[J]. Acta Petrolei Sinica, 2012, 33(2): 173-187.

[2] 李建忠,董大忠,陈更生,等.中国页岩气资源前景与战略地位[J].天然气工业,2009,29(5):11-16.  
LI Jianzhong, DONG Dazhong, CHEN Gengsheng, et al. Prospects and strategic position of shale gas resources in China[J]. Natural Gas Industry, 2009, 29(5): 11-16.

- [3] 邹才能,张国生,杨智,等.非常规油气概念、特征、潜力及技术:兼论非常规油气地质学[J].石油勘探与开发,2013,40(4):385-399.  
ZOU Caineng, ZHANG Guosheng, YANG Zhi, et al. Geological concepts, characteristics, resource potential and key techniques of unconventional hydrocarbon: on unconventional petroleum geology [J]. Petroleum Exploration and Development, 2013, 40(4):385-399.
- [4] 赵文智,董大忠,李建忠,等.中国页岩气资源潜力及其在天然气未来发展中的地位[J].中国工程科学,2012,14(7):46-52.  
ZHAO Wenzhi, DONG Dazhong, LI Jianzhong, et al. The resource potential and future status in natural gas development of shale gas in China[J]. Engineering Sciences, 2012, 14(7):46-52.
- [5] 贾承造,郑民,张永峰.中国非常规油气资源与勘探开发前景[J].石油勘探与开发,2012,39(2):129-136.  
JIA Chengzao, ZHENG Min, ZHANG Yongfeng. Unconventional hydrocarbon resources in China and the prospect of exploration and development[J]. Petroleum Exploration and Development, 2012, 39(2):129-136.
- [6] 程涌,陈国栋,尹琼,等.中国页岩气勘探发现现状及北美页岩气的启示[J].昆明冶金高等专科学校学报,2017,33(1):16-24.  
CHENG Yong, CHEN Guodong, YIN Qiong, et al. Exploration and development status of shale gas in China and enlightenment from North American prosperous shale gas [J]. Journal of Kunming Metallurgy College, 2017, 33(1):16-24.
- [7] 邹才能,董大忠,杨桦,等.中国页岩气形成条件及勘探实践[J].天然气工业,2011,31(12):26-39.  
ZOU Caineng, DONG Dazhong, YANG Hua, et al. Conditions of shale gas accumulation and exploration practices in China [J]. Natural Gas Industry, 2011, 31(12):26-39.
- [8] JARVIE D M, HILL R J, RUBLE T E, et al. Unconventional shale-gas systems; the Mississippian Barnett shale of north-central Texas as one model for thermogenic shale-gas assessment [J]. AAPG Bulletin, 2007, 91(4):475-499.
- [9] LOUCKS R G, REED R M, RUPPEL S C, et al. Morphology, genesis, and distribution of nanometer-scale pores in siliceous mudstones of the Mississippian Barnett shale [J]. Journal of Sedimentary Research, 2009, 79(12):848-861.
- [10] ROSS D J K, BUSTIN R M. The importance of shale composition and pore structure upon gas storage potential of shale gas reservoirs [J]. Marine and Petroleum Geology, 2009, 26(6):916-927.
- [11] 纪文明,宋岩,姜振学,等.四川盆地东南部龙马溪组页岩微-纳米孔隙结构特征及控制因素[J].石油学报,2016,37(2):182-195.  
JI Wenming, SONG Yan, JIANG Zhenxue, et al. Micro-nano pore structure characteristics and its control factors of shale in Longmaxi Formation, southeastern Sichuan Basin [J]. Acta Petrolei Sinica, 2016, 37(2):182-195.
- [12] 陈尚斌,夏筱红,秦勇,等.川南富集区龙马溪组页岩气储层孔隙结构分类[J].煤炭学报,2013,38(5):760-765.  
CHEN Shangbin, XIA Xiaohong, QIN Yong, et al. Classification of pore structures in shale gas reservoir at the Longmaxi Formation in the south of Sichuan Basin [J]. Journal of China Coal Society, 2013, 38(5):760-765.
- [13] 谢然红,肖立志,邓克俊.核磁共振测井孔隙度观测模式与处理方法研究[J].地球物理学报,2006,49(5):1567-1572.  
XIE Ranhong, XIAO Lizhi, DENG Kejun. NMR logging porosity activation and data processing method [J]. Chinese Journal of Geophysics, 2006, 49(5):1567-1572.
- [14] 杨峰,宁正福,孔德涛,等.高压压汞法和氮气吸附法分析页岩孔隙结构[J].天然气地球科学,2013,24(3):450-455.  
YANG Feng, NING Zhengfu, KONG Detao, et al. Pore structure of shales from high pressure mercury injection and nitrogen adsorption method [J]. Natural Gas Geoscience, 2013, 24(3):450-455.
- [15] LEE S, FISCHER T B, STOKES R M, et al. Dehydration effect on the pore size, porosity, and fractal parameters of shale rocks: ultrasmall-angle X-ray scattering study [J]. Energy & Fuels, 2014, 28(11):6772-6779.
- [16] 张盼盼,刘小平,王雅杰,等.页岩纳米孔隙研究新进展[J].地球科学进展,2014,29(11):1242-1249.  
ZHANG Panpan, LIU Xiaoping, WANG Yajie, et al. Research progress in shale nanopores [J]. Advances in Earth Science, 2014, 29(11):1242-1249.
- [17] 李桂梅.液体饱和法岩石孔隙度测量不确定度评定[J].计量与测试技术,2012,39(4):83-84.  
LI Guimei. The assessment of measuring the porosity of core using fluid saturation method [J]. Metrology & Measurement Technique, 2012, 39(4):83-84.
- [18] 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.
- [19] VERMESSE J, VIDAL D, MALBRUNOT P. Gas adsorption on zeolites at high pressure [J]. Langmuir, 1996, 12(17):4190-4196.
- [20] MALBRUNOT P, VIDAL D, VERMESSE J. Storage of gases at room temperature by adsorption at high pressure [J]. Applied Thermal Engineering, 1996, 16(5):375-382.
- [21] XU Mingxiang, DEHGHANPOUR H. Advances in understanding wettability of gas shales [J]. Energy & Fuels, 2014, 28(7):4362-4375.
- [22] YANG Liu, GE Hongkui, SHI Xian, et al. Experimental and numerical study on the relationship between water imbibition and salt ion diffusion in fractured shale reservoirs [J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2017, 38:283-297.
- [23] MAKHANOV K, HABIBI A, DEHGHANPOUR H, et al. Liquid uptake of gas shales: a workflow to estimate water loss during shut-in periods after fracturing operations [J]. Journal of Unconventional Oil and Gas Resource, 2014, 7:22-32.
- [24] 蒋裕强,董大忠,漆麟,等.页岩气储层的基本特征及其评价[J].天然气工业,2010,30(10):7-12.  
JIANG Yuqiang, DONG Dazhong, QI Lin, et al. Basic features and evaluation of shale gas reservoirs [J]. Natural Gas Industry,



- 2010,30(10):7-12.
- [25] ODUSINA E O, SONDERGELD C H, RAI C S. NMR study of shale wettability [C]//Canadian Unconventional Resources Conference. Alberta, Canada; Society of Petroleum Engineers, 2011:15-17.
- [26] BABADAGLI T. Sealing of co-current and counter-current capillary imbibition for surfactant and polymer injection in naturally fractured reservoirs [C]//SPE/AAPG Western Regional Meeting. Long Beach, California; SPE, 2000:1-13.
- [27] KARPYN Z T, ALAJMI A, RADAELLI F, et al. X-ray CT and hydraulic evidence for a relationship between fracture conductivity and adjacent matrix porosity [J]. *Engineering Geology*, 2009, 103(3/4):139-145.
- [28] 李相方, 蒲云超, 孙长宇, 等. 煤层气与页岩气吸附/解吸的理论再认识 [J]. *石油学报*, 2014, 35(6):1113-1129.  
LI Xiangfang, PU Yunchao, SUN Changyu, et al. Recognition of absorption/desorption theory in coalbed methane reservoir and shale gas reservoir [J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2014, 35(6):1113-1129.
- [29] 王瑞飞, 沈平平, 宋子齐, 等. 特低渗透砂岩油藏储层微观孔喉特征 [J]. *石油学报*, 2009, 30(4):560-563.  
WANG Ruifei, SHEN Pingping, SONG Ziqi, et al. Characteristics of micro-pore throat in ultra-low permeability sandstone reservoir [J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2009, 30(4):560-563.
- [30] 高辉, 解伟, 杨建鹏, 等. 基于恒速压汞技术的特低—超低渗透砂岩储层微观孔喉特征 [J]. *石油实验地质*, 2011, 33(2):206-211.  
GAO Hui, XIE Wei, YANG Jianpeng, et al. Pore throat characteristics of extra-ultra low permeability sandstone reservoir based on constant-rate mercury penetration technique [J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2011, 33(2):206-211.
- [31] ETMINAN S R, JAVADPOUR F, MAINI B B, et al. Measurement of gas storage processes in shale and of the molecular diffusion coefficient in Kerogen [J]. *International Journal of Coal Geology*, 2014, 123:10-19.
- [32] LUFFEL D L, HOPKINS C W, SCHETTLER JR P D. Matrix permeability measurement of gas productive shales [C]//SPE Annual Technical Conference and Exhibition. Houston, Texas; Society of Petroleum Engineers, 1993.
- [33] GLORIOSO J C, RATTIA A J. Unconventional reservoirs; basic petrophysical concepts for shale gas [C]//SPE/EAGE European Unconventional Resources Conference and Exhibition. Vienna, Austria; SPE, 2012.
- [34] 李霞, 周灿灿, 李潮流, 等. 页岩气岩石物理分析技术及研究进展 [J]. *测井技术*, 2013, 37(4):352-359.  
LI Xia, ZHOU Cancan, LI Chaoliu, et al. Advances in petrophysical analysis technology of shale gas [J]. *Well Logging Technology*, 2013, 37(4):352-359.
- [35] 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.
- [36] BAHADUR J, RADLINSKI A P, MELNICHENKO Y B, et al. Small-angle and ultrasmall-angle neutron scattering (SANS/USANS) study of new albany shale; a treatise on microporosity [J]. *Energy & Fuels*, 2015, 29(2):567-576.
- [37] SUN Mengdi, YU Bingsong, HU Qinhong, et al. Pore structure characterization of organic-rich Niutitang shale from China; Small Angle Neutron Scattering (SANS) study [J]. *International Journal of Coal Geology*, 2018, 186:115-125.
- [38] TINNI A, SONDERGELD C, RAI C. Particle size effect on porosity and specific surface area measurements of shales [C]//International Symposium of the Society of Core Analysts. Avignon, France; SCA, 2014.
- [39] KARASTATHIS A. Petrophysical measurements on tight gas shale [D]. Norman, Oklahoma; University of Oklahoma, 2007.
- [40] COMISKY J T, SANTIAGO M, MCCOLLOM B, et al. Sample size effects on the application of mercury injection capillary pressure for determining the storage capacity of tight gas and oil shales [C]//Canadian Unconventional Resources Conference. Calgary, Alberta, Canada; SPE, 2011.
- [41] 刘欣, 张莉娜, 张耀祖. 川东南页岩气井压裂参数对开发效果的影响; 以 LP-133HF 井为例 [J]. *油气藏评价与开发*, 2018, 8(5):77-80.  
LIU Xin, ZHANG Lina, ZHANG Yaozu. Influence of fracturing parameters on development effects of shale gas wells in southeast Sichuan Basin; a case of well LP-133HF [J]. *Reservoir Evaluation and Development*, 2018, 8(5):77-80.
- [42] 蒋廷学, 苏瑗, 卞晓冰, 等. 常压页岩气水平井低成本高密度缝网压裂技术研究 [J]. *油气藏评价与开发*, 2019, 9(5):78-83.
- JIANG Tingxue, SU Yuan, BIAN Xiaobing, et al. Network fracturing technology with low cost and high density for normal pressure shale gas [J]. *Reservoir Evaluation and Development*, 2019, 9(5):78-83.
- [43] 王妍妍, 刘华, 王卫红, 等. 基于返排产水数据的页岩气井压裂效果评价方法 [J]. *油气地质与采收率*, 2019, 26(4):125-131.  
WANG Yanyan, LIU Hua, WANG Weihong, et al. Evaluation of shale gas well fracturing performance based on flowback water production data [J]. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, 2019, 26(4):125-131.
- [44] 赖富强, 罗涵, 覃栋优, 等. 基于层次分析法的页岩气储层可压裂性评价研究 [J]. *特种油气藏*, 2018, 25(3):154-159.  
LAI Fuqiang, LUO Han, QIN Dongyou, et al. Crushability evaluation of shale gas reservoir based on analytic hierarchy process [J]. *Special Oil & Gas Reservoirs*, 2018, 25(3):154-159.