

陆相富有机质页岩氦气法孔隙度测定的关键问题与思考

刘羽汐^{1,2},王秀娟^{2,3,4},白斌^{1,5,6},程党性^{2,3},王瑞⁷,王岚¹,杨亮⁸,李宁¹,王昕悦¹

[1. 中国石油勘探开发研究院,北京 100083;2. 中国石油长庆油田分公司,陕西 西安 710018;3. 低渗透油气田勘探开发国家工程实验室,陕西 西安 710018;4. 中国石油大学(北京)地球科学学院,北京 102249;5. 多资源协同陆相页岩油绿色开采全国重点实验室,黑龙江 大庆 163712;6. 北京大学工学院,北京 100871;7. 中国石油大庆油田公司,黑龙江 大庆 163453;8. 中国石油吉林油田公司勘探开发研究院,吉林 松原 138099]

摘要:目前陆相页岩氦气孔隙度测定参数不统一影响了对孔隙度的精准测量。根据氦气法孔隙度测定实验原理,围绕陆相淡水湖盆页岩系统开展了不同规格样品在60 h超长时间和不同注入压力条件下氦气膨胀法系统测试,提出了陆相富有机质页岩氦气法孔隙度测定方法。研究表明:①样品尺寸、平衡时间、温度和注入压力为测试关键因素,影响氦气饱和度。②延长平衡时间可有效提高氦气法孔隙度测量精度,松辽盆地白垩系青山口组一段页岩60 h测量孔隙度值相较25 min测量时间增幅为19.50%~37.64%;鄂尔多斯盆地三叠系延长组长7³油层亚组页岩的相应增幅为20.44%~45.10%。③粉碎样品能够有效缩短测试压力平衡时间,粉碎粒径应控制在主体孔径的3~4个数量级。延长平衡时间和增加注入压力均可提高氦气饱和度,但需引入压缩因子、弱连通孔校正和残余流体校正以减少因氦气分子偏离理想状态而造成的实验误差。④不同沉积体系下页岩储层在物性、孔隙类型、孔径分布和成岩演化过程中的改造程度不同,在氦气法孔隙度测定中需结合页岩储层特征分别确定测试条件与实验参数,建议长7³油层亚组页岩平衡时间≥36 h,青山口组页岩平衡时间≥48 h。⑤结合数值模拟形成氦气法孔隙度-时间预测图版,节约试验成本,提高测试准确性。

关键词:孔隙度测试优化;氦气法孔隙度测定;陆相页岩油;页岩储层;长7³油层亚组;延长组;鄂尔多斯盆地

中图分类号:TE122.2

文献标识码:A

Key issues and reflections on the helium porosity determination of continental organic-rich shales

LIU Yuxi^{1,2}, WANG Xiujuan^{2,3,4}, BAI Bin^{1,5,6}, CHEN Dangxing^{2,3}, WANG Rui⁷, WANG Lan¹,
YANG Liang⁸, LI Ning¹, WANG Xinyue¹

[1. Research Institute of Petroleum Exploration & Development, PetroChina, Beijing 100083, China; 2. Changqing Oilfield Company, PetroChina, Xi'an, Shaanxi 710018, China; 3. National Engineering Laboratory for Exploration and Development of Low Permeability Oil & Gas Fields, Xi'an, Shaanxi 710018, China; 4. College of Geosciences, China University of Petroleum (Beijing), Beijing 102249, China; 5. State Key Laboratory of Continental Shale Oil, Daqing, Heilongjiang 163712, China; 6. College of Engineering, Peking University, Beijing 100871, China; 7. Daqing Oilfield Company, PetroChina, Daqing, Heilongjiang 163453, China; 8. Research Institute of Exploration and Development, Jilin Oilfield Company, CNPC, Songyuan, Jilin 138099, China]

Abstract: The current methods of helium porosity measurement for continental shales tends to yield underestimated porosity due to insufficient equilibration time. Based on the experimental principle of helium porosity determination, we conduct an ultra-long-term (60 h) systematic test using the helium expansion method on shale samples of varying specifications under different injection pressures, based on the continental freshwater lacustrine basin shale reservoir system. Accordingly, a helium porosity determination method for continental organic-rich shales is proposed. The results indicate that the key factors influencing helium porosity measurement include pore structure, equilibration time,

收稿日期:2025-04-21;修回日期:2025-11-17。

第一作者简介:刘羽汐(1999—),女,助理工程师,非常规油气地质、页岩储层表征与评价。E-mail: liuyuxi_cq@petrochina.com.cn。

通信作者简介:白斌(1981—),男,博士、教授级高级工程师,致密油/页岩油形成条件与富集规律。E-mail: baibin81@petrochina.com.cn。

基金项目:国家自然科学基金项目(42072186);黑龙江省揭榜挂帅项目(2021ZXJ01A10);中国石油勘探开发研究院科学研究与技术开发项目(2022yjcq03);中国石油长庆油田公司关键核心技术攻关项目(KJZX2023-01);中国石油勘探开发研究院项目(RIPED-2025-JS-749);中国石油天然气股份有限公司科技项目(2023DJ84)。

temperature, and injection pressure, which significantly restrict the degree of helium saturation. A prolonged equilibration time can effectively enhance the accuracy of helium porosity measurement. For shale samples from the 1st member of the Cretaceous Qingshankou Formation (also referred to as the Qing 1 Member) in the Songliao Basin, the porosity measured under a test duration of 60 h increased by 19.50% ~ 37.64% compared to that measured under a test duration of 25 min. Meanwhile, for the shale samples from the 3rd oil sub-group of the 7th oil group of the Triassic Yanchang Formation (also referred to as the Chang 73 oil sub-group) in the Ordos Basin, the porosity measured under a test duration of 60 h increased by 20.44% ~ 45.10% compared to that obtained under a 25-min test. Crushed samples can effectively shorten the time for pressure equilibration for tests. It is recommended that the grain sizes of crushed samples should be 3–4 orders of magnitude of the dominant pore sizes. The helium saturation can be enhanced by extending the pressure equilibrium time and increasing the injection pressure. Furthermore, the experimental errors caused by the deviation of helium molecules from their ideal state can be reduced by introducing the compression factor, correction of weakly connected pores, and residual fluid correction. Shale reservoirs formed under different sedimentary systems exhibit different physical properties, pore types, and pore size distribution, as well as varying degrees of modification during the diagenetic evolution process. Therefore, the test conditions and experimental parameters for the helium porosity measurement should be determined based on the specific characteristics of shale reservoirs. It is recommended that the equilibration time should be set at equal to or longer than 36 h for shales from the Chang 73 oil sub-group and equal to or longer than 48 h for those from the Qingshankou Formation. A helium porosity-time prediction chart is developed in combination with numerical simulation, which can help reduce test costs and improve test accuracy.

Key words: optimization of porosity testing, helium porosity, continental shale oil, shale oil reservoir, Chang 7³ subgroup, Yanchang Formation, Ordos Basin

引用格式: 刘羽汐, 王秀娟, 白斌, 等. 陆相富有机质页岩氦气法孔隙度测定的关键问题与思考[J]. 石油与天然气地质, 2026, 47(2): 401–417. DOI: 10.11743/ogg20260204.

LIU Yuxi, WANG Xiujuan, BAI Bin, et al. Key issues and reflections on the helium porosity determination of continental organic-rich shales[J]. Oil & Gas Geology, 2026, 47(2): 401–417. DOI: 10.11743/ogg20260204.

中国陆相中-高熟页岩油资源量丰富, 主要集中在鄂尔多斯、松辽、渤海湾和准噶尔4大盆地。“十三五”资源评价显示, 中国页岩油总资源量达 $283.0 \times 10^8 \text{ t}^{[1-2]}$ 。随着理论认识与工业技术进步, 中国页岩油产量逐年攀升, 2024年产量已达 $600.0 \times 10^4 \text{ t}^{[2]}$ 。特别是在松辽盆地古龙页岩等陆相页岩区带, 2023年产油量达 $17.1 \times 10^4 \text{ t}^{[1]}$, 标志着陆相页岩从“生油”到“产油”的革命性突破, 展现出陆相湖盆富有机质页岩油气资源巨大的勘探潜力^[3]。

孔隙度是评价陆相页岩油储集空间、流体饱和度和地质储量的关键参数之一。然而, 陆相富有机质页岩普遍富含黏土-有机质、纹层页理发育、储集类型多样、微观结构复杂、介孔和微孔混杂共生, 整体呈现较强的非均质性特征^[4], 为页岩孔隙度的准确表征带来了诸多挑战。

前人通过图像分析法、流体注入饱和法和非物质注入法等多种实验方法测定页岩孔隙度^[5-6]。图像分析法以定性表征为主, 利用显微镜、透射电子显微镜

(TEM)、扫描电子显微镜(SEM)、原子力显微镜(AFM)、场发射扫描电镜-聚焦离子束(FE-SEM/FIB)和三维X射线扫描等微区观测技术, 直接获取页岩孔隙大小、形状、分布及颗粒接触关系等二维和三维图像信息, 并可通过统计学方法进一步获取页岩孔隙度和孔径分布等定量信息^[7-8], 但此类方法的可信度与精确度受成像质量和仪器分辨率等限制较大。尽管通过提高分辨率[如采用次毫米级(ICT)、微米级(Micro-CT)和纳米级(Nano-CT)]可在不同尺度上进行表征, 但仍面临微区分析能否完全保留原始储集空间信息、数字重构算法分辨率和测试范围矛盾等挑战^[9-11]。

注入分析法是利用不同介质注入饱和体积, 实现孔隙度测试。按注入介质可分为气测法[以氦气为介质的气体膨胀法(GRI和GIP)以及以CO₂和N₂为介质的等温吸附法]和饱和液体法[根据注入流体差异, 可细分为去离子水法(WIP)、煤油饱和法(KIP)、水-煤油饱和法(DLP)和压汞法(MICP)]。

在气测法中, CO₂和N₂吸附法在测定页岩微孔(孔

径 $< 2 \text{ nm}$) 和介孔(孔径介于 $2 \sim 50 \text{ nm}$) 时具有优势, 但气体分子直径较大且页岩对其吸附程度难定量, 对孔隙体积测定整体偏小。GRI 和 GIP 均使用氦气作为载气饱和岩心, 前者对象为颗粒样品, 后者为柱塞样品。氦气分子直径小(约为 0.18 nm) 且表面吸附性差, 能够更大限度饱和页岩微孔, 是目前广泛应用的有效孔隙度测定方法。

饱和液体法通过对比干燥样品和饱和已知密度流体后的样品重量, 间接计算总孔隙度。其中, WIP 法和 KIP 法受液体分子直径(水分子直径为 0.4 nm , 煤油分子直径为 $33.0 \sim 250.0 \text{ nm}$)、样品饱和程度以及饱和流体对岩石样品的破坏程度(如黏土矿物吸水膨胀)影响较大。DLP 法虽在一定程度上克服了上述问题, 但实验流程复杂、周期长, 且并未进行洗油处理, 导致高总有机碳含量(TOC)样品孔隙度难以充分饱和, 所测孔隙度数据往往偏低^[12]。MICP 法多用于表征页岩大孔(孔径 $> 50 \text{ nm}$)。普通压汞(压力为 30 MPa) 理论上的有效孔隙孔径下限约为 24.5 nm , 高压压汞(压力为 413 MPa) 孔径可达 1.8 nm 。由于页岩普遍低孔、低渗, 需较高排驱压力才能促使样品进汞, 但该过程易造成人工裂缝, 且页岩整体退汞效率较低, 实验具有破坏性。此外, 该方法测得样品孔径为最大开口尺寸, 导致整体孔径分布偏大^[13]。

核磁共振法(NMR)可实现孔隙内注入流体或自身流体的测试, 可在不损坏样品的前提下, 得到页岩孔隙度、孔隙大小分布、孔隙连通性和可动流体等信息。但页岩储层黏土矿物层间水和有机质骨架形成的核磁共振响应, 会影响其测量准确性^[6, 14]。

目前, 关于不同测试方法的适用性研究较为广泛, 但针对陆相页岩油储层孔隙度评价方法的适用条件、

实验流程和关键性指标可行性及标准等方面的研究仍较为薄弱。目前执行国家标准《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减渗透率的测定》(GB/T 34533—2017)^[15] 主要基于海相页岩样品建立, 其测试流程和评价标准是否适用于陆相页岩油储层尚待验证。因此, 本文重点分析氦气法测定孔隙度的关键影响因素, 通过对松辽盆地白垩系青山口组一段、鄂尔多斯盆地三叠系延长组长 7³ 油层亚组页岩开展系统实验, 从实验原理出发, 在不同样品尺寸和注入压力(100 psi 和 200 psi , $1 \text{ MPa} = 145 \text{ psi}$) 条件下进行超长时间氦气膨胀测试, 探讨陆相页岩氦气法孔隙度测定关键影响因素和优化参数, 旨在建立适用于陆相页岩的氦气法孔隙度测定实验新方法, 为陆相页岩油精准评价提供依据。

1 氦气法孔隙度测定关键问题

1.1 测定原理

氦气法孔隙度测定主要通过计算岩石外观体积与骨架体积之差所占比例, 以表征岩石的孔隙体积。为避免围压对氦气分子运动的限制导致测量结果偏低, 目前实验室广泛使用的氦气法孔隙度测定仪主要基于波义尔定律双室法(图1)。实验过程中, 首先进行气室校正, 随后将样品置于样品室, 以预设压力将氦气注入参比室, 平衡约 30 s 后记录压力 p_1 ; 打开参比室与样品室阀门, 使氦气充注至装有已知体积样品的样品室, 测量平衡后压力 p_2 ; 根据理想气体状态方程计算骨架体积。

由理想气体状态方程可得:

$$p_1 V_r + p_a (V_c - V_g) = p_2 (V_r + V_c - V_g) \quad (1)$$

式中: p_1 为原始参比室压力, MPa; p_a 为原始样品室压

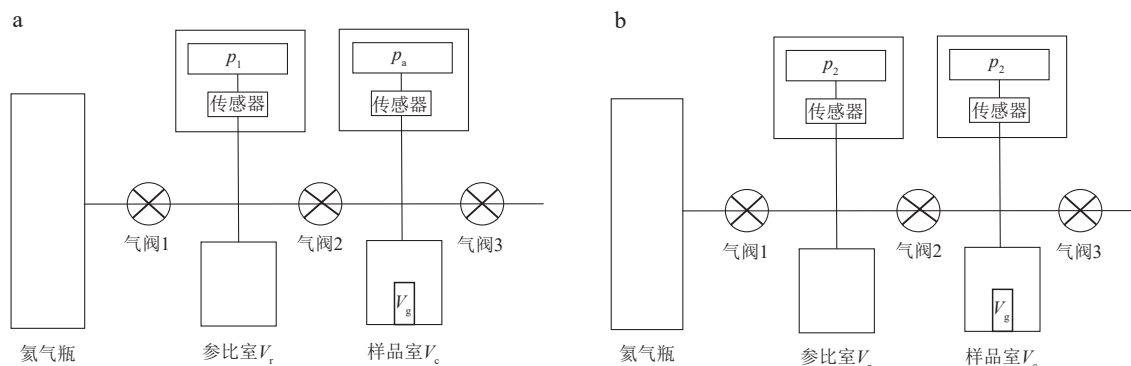


图1 基于波义尔定律双室法的氦气法孔隙度测定流程示意图

Fig. 1 Schematic diagram showing helium porosity determination using two chambers based on Boyle's law

a. 气室校正后, 仅向参比室注入一定压力气体; b. 打开气阀2, 使参比室与样品室压力达到平衡

p_1 : 原始参比室压力; p_a : 原始样品室压力; p_2 : 连通后参比室和样品室压力; V_r : 参比室体积; V_c : 样品室体积; V_g : 样品骨架体积

力, MPa; p_2 为连通后参比室和样品室压力, MPa; V_r 为参比室体积, m^3 ; V_c 为样品室体积, m^3 ; V_g 为样品骨架体积, m^3 。上述方程建立在测试过程环境恒温且忽略阀门驱替体积的假设基础上。

有效孔隙度 Φ 为:

$$\Phi = \frac{V_k}{V_y} \times 100\% = \frac{V_y - V_g}{V_y} \times 100\% \quad (2)$$

式中: Φ 为有效孔隙度, %; V_k 为样品孔隙体积, m^3 ; V_y 为样品外观体积, m^3 。上述方程建立在测试过程环境恒温且忽略阀门驱替体积的假设基础上。

1.2 关键因素

1.2.1 样品规格

页岩氦气法孔隙度测试采用粉末-颗粒和柱塞两类样品。孔隙度数据的可靠性取决于流体饱和和孔隙的程度^[6, 16]。与常规砂岩不同, 页岩孔隙尺寸更小且连通性差, 导致流体难以完全饱和, 而流体饱和程度受页岩样品大小影响明显, 且饱和程度随样品尺寸增大而增强^[16]。因此, 为增强流体饱和程度, 前人通过将样品粉碎以缩短氦气饱和平均路径, 从而更准确地测定页岩有效孔隙度。

美国天然气研究院提出利用粉碎颗粒测定氦气法孔隙度的方法(GRI)。通过汞浸没法测试页岩密度, 后将样品粉碎至粒径介于 0.60 ~ 0.85 mm 或更细的颗粒。取一定质量的颗粒样品, 经洗油和烘干预处理后, 采用双室氦气法孔隙度仪测量其骨架体积, 从而得到孔隙度。然而, 该方法中样品粉碎的粒径范围尚未形成统一标准, 且粉碎粒径对孔隙度测定结果具有显著影响。研究表明, 颗粒状页岩测得的孔隙度普遍高于柱塞样品。例如, 志留系龙马溪组页岩粉碎至粒径 0.25 ~ 2.00 mm 范围时, 孔隙度较柱塞页岩高 0.65% ~ 2.40%, 增幅达 11.21% ~ 44.36%^[6]。孔隙度随颗粒粒径减小呈增大趋势^[16]。因此, 针对不同页岩类型, 优选合适的粉碎粒径范围, 建立最佳孔隙度测试标准至

关重要, 但目前学界并未达成统一认识^[6, 17]。

对于页岩柱塞样品, 其外观体积测定普遍遵循国家标准《岩心分析法》(GB/T 29172—2012)^[18]。采用丈量法、密度法和液体浮力法进行测量, 介质包括水、煤油、酒精、汞和有机试剂等。然而, 页岩样品在钻取完整柱塞过程中易发生破损(图2), 导致丈量法精度受限。此外, 高黏土矿物含量页岩在液体浮力法中因吸胀作用而易引起显著偏差, 这些因素均为柱塞样品的准确测量带来挑战。

1.2.2 氦气饱和程度

骨架体积测定判断依据基于波义尔定律双室法, 其核心依据是参比室和样品室中气体达到平衡。平衡时间和注入压力是影响测定结果的关键因素。

对于常规储集层, 较小的注入压力(0.8 MPa)即可使气体快速进入岩心孔隙, 并达到设定的平衡状态^[19]。而页岩渗透率极低、孔喉半径较小(平均值为 2.8 nm), 矿物成分复杂, 在较低注入压力下氦气难以充分进入孔隙, 导致柱塞样品内气体充分饱和和所需时间更长^[14]。提高充注压力有助于氦气分子进入更小的孔隙^[20]。前人对龙马溪组页岩的研究表明, 6 h 测试期内孔隙度结果与稳定时间呈正相关关系, 稳定时间应接近或超过平衡时间, 否则会导致孔隙度测定值偏低^[21]。

目前, 国内实验室多遵循国家标准《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减渗透率的测定》(GB/T 34533—2017)^[15]进行页岩柱塞样品骨架体积测定。该标准基于海相页岩气样品制定, 对于高黏土矿物含量和高有机质含量的陆相页岩, 在平衡时间为 25 min 条件下常不足以使氦气完全饱和纳米级孔隙。虽然增大注入压力可在一定程度上缩短平衡时间, 但氦气分子对于材料的吸附曲线表明, 在高气体分子密度段, 分子筛吸附的氦气量与气体压力和分子密度成正比, 而压力引起的氦气压缩量远大于其吸附增量。因此, 如何在注入压力与饱和时间之间取得合理平衡, 仍是页岩储层氦气法孔隙度评价中亟待深入研究的问题。

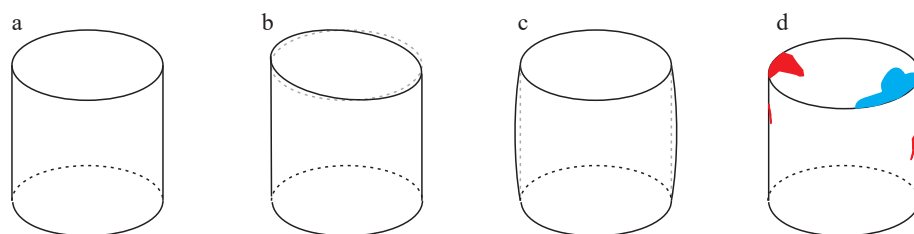


图2 氦气法孔隙度测定实验中柱塞样品制备的各种缺陷示意图

Fig. 2 Schematic diagrams showing defects in prepared plunger core samples for helium porosity experiments

a. 理想状态; b. 顶、底面不平整; c. 直径存在差异; d. 存在凸起、凹陷和切割形成的裂痕(红色为凸起, 蓝色为凹陷, 实线为切割形成的裂痕)

1.2.3 样品前处理

陆相页岩,特别是富有机质页岩,多赋存可溶有机质,这些有机质会占据部分孔隙。因此,是否进行洗油,对页岩孔隙度测定具有重要影响。Woodford 页岩[镜质体反射率(R_o) = 0.5% ~ 1.1%]有机溶剂抽提前、后扫描电镜图像证实,成熟生油页岩发育大量有机质孔隙,但这些孔隙往往被滞留沥青填充,导致其难以识别^[22]。

因此,国内实验室多在测试前加入溶剂抽提(洗油)处理,以还原原始孔隙结构。部分学者认为该方法会释放被残留沥青堵塞的页岩孔隙,从而获得更可靠的孔隙度数值^[23-25]。例如,经二氯甲烷(DCM)抽提后的 Posidonia 页岩,其氦气法孔隙度较未抽提样品提高了6% ~ 13%^[25]。

然而, DiStefano 等通过^[26]对比成熟 Eagle Ford 页岩溶剂抽提前后的 USANS 实验数据指出,洗油处理对页岩孔隙度的影响并非全为增孔。采用丙酮、苯、四氢呋喃和二硫化碳(CS_2)等不同溶剂对鄂尔多斯盆地三叠系延长组长7油层组页岩进行抽提,对比抽提前、后微孔和介孔特征,结果显示:丙酮抽提后样品微孔体积增加, CS_2 抽提后样品介孔体积增加,仅 CS_2 抽提后总孔体积(微孔+介孔)较原样增加^[27]。这表明溶剂抽提对原始孔隙结构测定的影响较为复杂。尽管该处理可有效去除孔隙中的可溶有机质,使部分被堵塞孔隙重新开放,但对于胶质和沥青质的溶解、迁移和去除程度难以定量。

此外,对于高黏土矿物含量和低成熟页岩而言,洗

油过程可能引发黏土矿物和有机质的溶胀作用,或导致可溶有机质发生迁移,从而压缩孔隙空间,造成孔隙体积减小^[26, 28]。因此,洗油处理对页岩孔隙度测定的具体影响目前尚未形成一致结论。

2 页岩油储层特征与孔隙度测试

根据焦方正对页岩油类型的划分^[29],鄂尔多斯盆地三叠系延长组长7³油层亚组和松辽盆地古龙凹陷白垩系青(青山口组)一段为典型的页岩型页岩油储层。本文选取以上两个区块典型页岩作为研究对象,系统开展岩石学、储层结构和地球化学分析(表1)。在此基础上,着重围绕氦气法孔隙度测定展开优化实验,以期落实陆相湖盆页岩氦气法孔隙度测定关键参数与新方法。

2.1 储层孔隙特征

长7³油层亚组页岩形成于内陆拗陷型淡水湖盆的湖侵环境,是一套以富有机质泥页岩为主的烃源岩层系。有机质类型以 I - II 型为主,有机质丰度高(TOC 介于14.1% ~ 24.5%),最高热解峰温(T_{max})介于391 ~ 438 °C,处于低成熟-成熟阶段。青山口组在松辽盆地区域内稳定发育,古龙页岩主要发育在半深湖-深湖相,页岩以富有机质黑色页岩为主,平均 TOC 为2% ~ 3%, R_o 介于1.0% ~ 1.6%,成熟度相对高。

尽管二者在沉积背景和烃源岩特征方面有一定差异,但均属典型的页岩型页岩油储层,与常规储集层或致密储层相比,具有以下鲜明特点。

表1 陆相湖盆青一段页岩与长7³油层亚组页岩样品基本地质特征

Table 1 General geological characteristics of shale samples from the Qing 1 Member and the Chang 7³ oil sub-group in continental lacustrine basins

盆地	松辽盆地	鄂尔多斯盆地
层位	白垩系青一段	三叠系长7 ³ 油层亚组
样品编号	B25, B26, B7, 12, 13, 16, 22, 23, 24	L14, L15, L17, L18, L22, L23, Z1, Z2, Z3
纹层类型	长英质、黏土质和生物介壳纹层	有机质-黏土质、黏土质和长英质纹层
矿物组分 含量/%	石英	19.2 ~ 35.5/30.4
	长石	7.3 ~ 21.5/13.2
	黏土矿物	11.9 ~ 58.4/47.0
	碳酸盐矿物	1.7 ~ 43.1/17.8
	黄铁矿	0.1 ~ 3.1/0.9
地球化学 特征	TOC /%	0.65 ~ 2.27/1.69
	有机质类型	I - II 型
	S_1 /(mg/g)	2.91 ~ 8.77/5.81
储层类型	黏土矿物相关孔缝、黏土矿物-有机质复合孔、 页理缝、微裂缝	粒间孔、粒内溶蚀孔、黏土矿物晶间孔、 黄铁矿晶间孔

注: TOC 为总有机碳含量; S_1 为游离烃含量; 矿物组分含量、 TOC 和 S_1 数据格式为“最小值 ~ 最大值/平均值”; “—”表示无数据。

1) 黏土矿物含量高,纹层结构复杂

长⁷油层亚组页岩以富有机质纹层状页岩为主,黏土矿物平均含量为26.2%,石英和长石含量较高,黄铁矿含量最高达31.5%。发育有机质-黏土质纹层、黏土质纹层和长英质纹层,长英质颗粒粒径介于黏土和粉砂级之间,黏土质基质中可见黄铁矿-有机质集合体。

青一段页岩黏土矿物含量较高,整体介于39.2%~60.0%(平均含量为51.1%),以伊利石和伊/蒙混层为主,含有少量绿泥石。陆源碎屑主要为石英和斜长石(平均含量为39.1%),方解石和白云石仅在局部赋存(平均含量介于0.6%~32.9%)。古龙页岩发育典型纹层结构,除有机质纹层外,可分为黏土质纹层、长英质纹层和介形虫钙质纹层3类。各类纹层频繁交互叠置,根据纹层组合可进一步分为黏土质页岩、长英质页岩和混积页岩3种主要岩相^[30]。

2) 孔隙类型复杂,微裂缝发育

青一段页岩主要发育微-纳米级孔喉和页理缝、微裂缝双重储集空间。黏土矿物相关孔隙结构对储集空间贡献显著,但连通性较差,无法作为良好的流动通道。有机质-黏土矿物复合孔数量多、孔径小^[31]。微裂缝尺度微纳米级,呈“之”字形或刀片状,部分连通有

机质孔,为页岩气的提供运移通道。

长⁷油层亚组页岩广泛发育纳米级刚性矿物颗粒支撑的粒间孔、粒内溶蚀孔、黏土矿物晶间孔和黄铁矿晶间孔。有机质内几乎无孔隙,多呈间断条带状分布。微裂缝主要为有机质单条收缩缝和多条连通的生烃增压缝。

3) 微纳米孔广泛发育,非均质性强

依据IUPAC孔隙尺度划分标准^[32],青一段页岩孔隙比表面积介于1.278~22.971 m²/g(平均值为10.713 m²/g),总孔隙体积介于0.005 0~0.032 7 cm³/g(平均值为0.019 0 cm³/g)。孔径呈单峰状分布,整体小于10 nm。微孔平均占比为3.80%,介孔平均占比为74.95%,宏孔平均占比为15.49%。

长⁷油层亚组页岩孔隙比表面积普遍偏小,仅为0.144~0.279 m²/g(平均值为0.196 m²/g),总孔隙体积为0.001 5~0.002 4 cm³/g(平均值为0.001 8 cm³/g)。孔径呈多峰分布,峰值出现在1~5、6~45和45~100 nm 3个区间,第二峰值区内普遍存在次级峰值。微孔平均占比为0.79%,介孔平均占比为54.10%,宏孔平均占比为45.11%,孔隙尺度相对更大(图3)。

4) 成岩演化过程中形成的次生矿物和有机质对储集空间的贡献存在差异

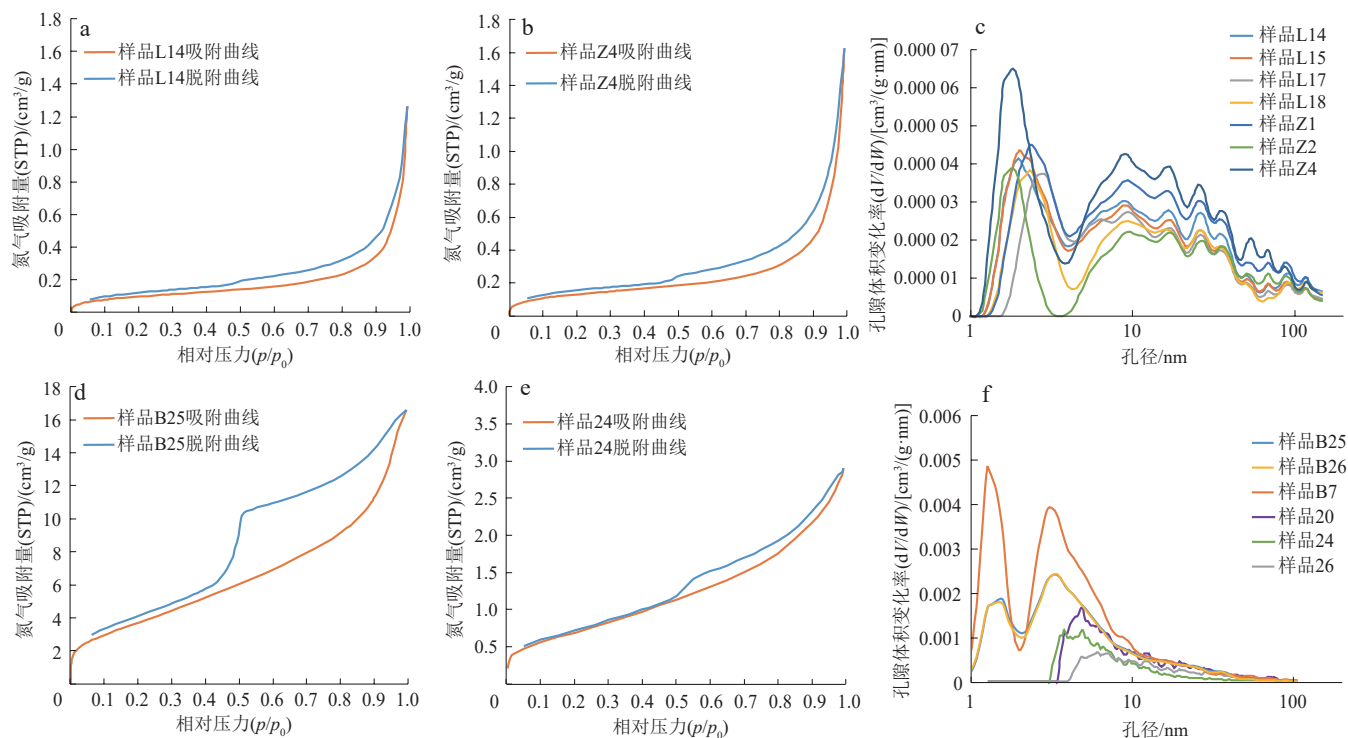


图3 陆相湖盆页岩氮气吸附曲线及孔径分布特征曲线

Fig. 3 Nitrogen adsorption-desorption curves and pore size distribution curves of shale samples from a continental lacustrine basin

a, b. 长⁷油层亚组页岩典型样品吸附-脱附曲线; c. 长⁷油层亚组页岩孔径分布曲线; d, e. 青一段页岩典型样品吸附-脱附曲线; f. 青一段页岩孔径分布曲线

p . 气体实际压力; p_0 . 气体在测量环境下的饱和蒸气压; STP. 标准温度(0℃)和压力(0.1 MPa)条件; V . 孔容; W . 孔径

长7³油层亚组页岩中石英和长石含量整体较高。尤其在凝灰质纹层发育部位,凝灰岩脱玻化过程长石强溶蚀释放K⁺形成溶蚀孔,相邻黏土质纹层吸收K⁺,

并脱Si⁴⁺,促使蒙脱石伊利石化并形成硅质纹层和微晶石英(图4a—g)。在这一过程中,层间脱水作用增加晶间孔,而黏土矿物晶间孔普遍尺度较小,因此微孔体积

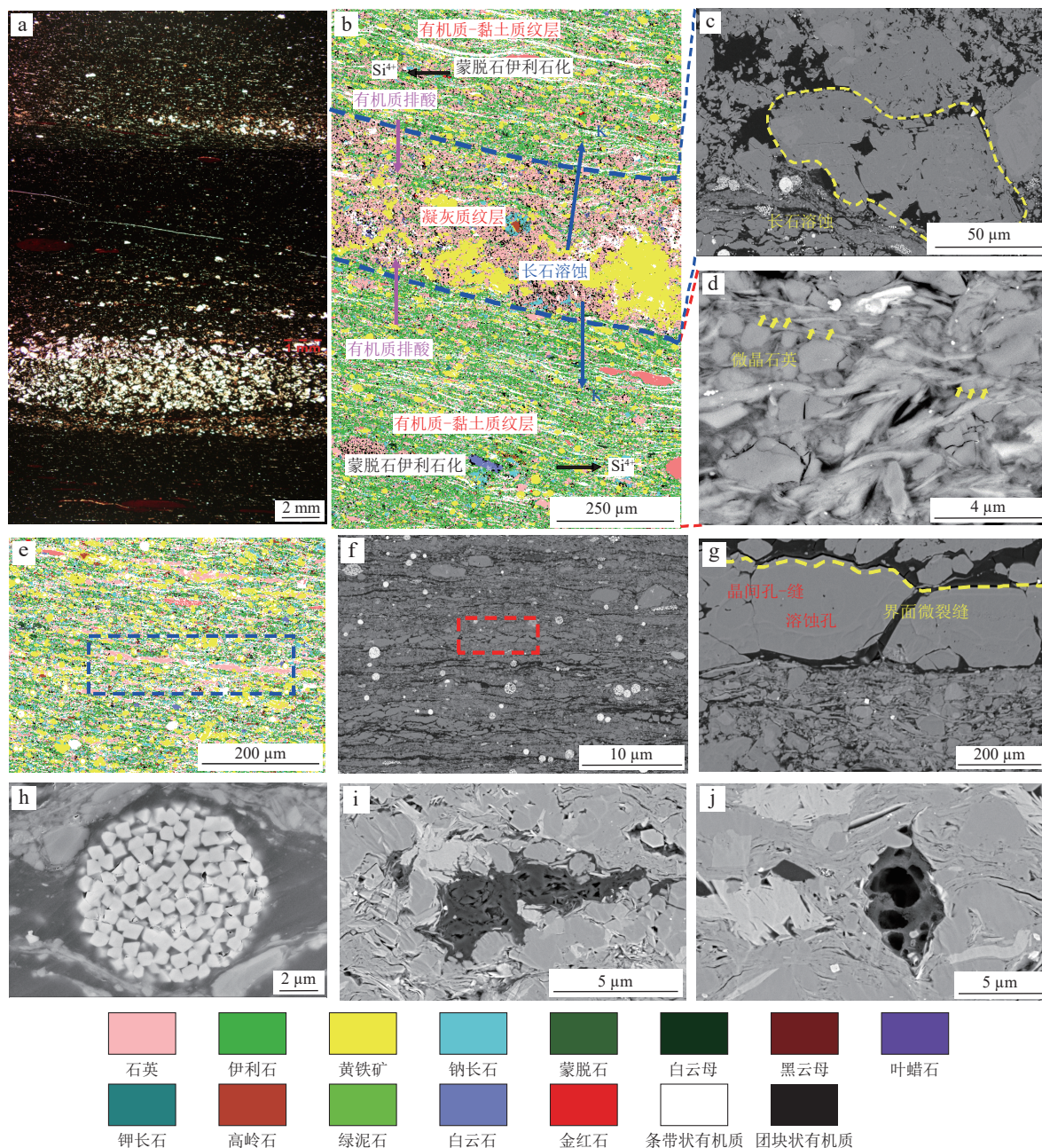


图4 鄂尔多斯盆地长7³油层亚组页岩与青一段古龙页岩微观孔隙特征照片

Fig. 4 Microscopic pore characteristics of shales of the Chang 7³ oil sub-group, Ordos Basin and shales of the Qing 1 Member in the Gulong Sag, Songliao Basin

a. 长7³油层亚组页岩,纹层结构,埋深2 260.10 m, Z80井,单偏光,普通薄片; b. 长7³油层亚组页岩,凝灰质纹层与黏土质-有机质纹层间物质交换与成岩作用,蓝色虚线对应c图区域,红色虚线对应d图区域,埋深2 260.10 m, Z80井, QEMSCAN(微区矿物扫描识别); c. 长7³油层亚组页岩,长石溶蚀并被固体有机质充填,埋深2 260.10 m, Z80井, SEM(扫描电镜); d. 长7³油层亚组页岩,黏土矿物间自生微晶石英,埋深2 260.10 m, Z80井, SEM; e. 长7³油层亚组页岩,自生硅质条带,蓝色方框对应f图,埋深2 262.90 m, Z80井, QEMSCAN; f. 对应e图蓝色方框区域,自生硅质条带,红色方框对应g图, SEM; g. 为f图红色区域放大图,可见自生硅界面微裂缝,晶间孔-缝, SEM; h. 长7³油层亚组页岩,单晶黄铁矿保留部分晶间孔,埋深2 263.70 m, Z80井, SEM; i. 青一段古龙页岩,有机质-黏土矿物复合孔-缝结构,埋深2 441.10 m, GY8HC井, SEM; j. 青一段古龙页岩,有机质-黏土矿物复合孔-缝结构,埋深2 431.60 m, GY1井, SEM

(b图和e图中不同颜色所代表的矿物见图例。)

和比表面积将增大。此外,有机酸排出也会促进长石溶蚀形成一定次生孔隙。

长7³油层亚组页岩热演化程度较低,有机质多呈条带状分布,或嵌入压实于晶间孔和粒间孔(图4f,g),降低了孔隙发育程度。塑性有机质与刚性矿物之间常见条带状自生硅质填充(图4b, e—g)。自生硅质以火山脱玻化产生的非晶状硅质产物为主,同时包括黏土矿物转化形成的微晶石英^[33](图4d)。这类弱结晶物质占据微裂缝通道,降低了孔隙度与孔隙空间的连通性。

值得注意的是,长7³油层亚组页岩发育大量黄铁矿,可分为单晶黄铁矿和黏土矿物-有机质-黄铁矿复合体两类。扫描电镜下发现,有机质对前者的充填程度相对较弱(图4h),孔隙尺寸可达微米级,且黄铁矿含量与介孔体积呈正相关,为油气分子提供了较好的储集空间。

青一段页岩中,刚性矿物粒度小,粒间孔不发育,但广泛发育微孔-介孔级有机质-黏土矿物复合孔和页理缝。有机质-黏土矿物复合孔以黏土矿物为骨架,孔隙体积来源受有机质生烃收缩作用影响^[30-31]。有机质-黏土矿物复合孔形态复杂(图4i,j),孔径大小不一,多呈蜂窝状、网状和缝状结构,常与黏土矿物和石英等无机矿物伴生,是青一段页岩重要的孔隙结构。

2.2 实验与结果

前文从样品尺寸、氦气饱和程度和样品前处理3个方面对氦气法孔隙度测试中的关键因素进行了讨论。由于难以评估洗油对原始孔隙结构的改变程度,本研究并未对样品进行洗油处理,仅抽取真空。所有柱塞样品均通过线切割制得,样品直径为2.5 cm,高

度为3.0~4.0 cm,其外观体积通过丈量法测定。粉碎样品,增大注入压力和延长平衡时间均能增大孔隙内氦气的饱和程度。因此,本文从以上3个方面对样品进行不同处理,评估三者对孔隙度测量影响,旨在寻求高效且低成本的优化方案。

2.2.1 粉碎颗粒

参考前人研究中页岩粉碎粒径多介于0.25~2.36 mm的结论^[6, 16-17],将青一段页岩粉碎至粒径为0.38~0.83 mm和0.83~2.36 mm两个粒径范围。与柱塞样品的氦气法孔隙度测试结果对比表明,页岩柱塞孔隙度整体较小,介于3.75%~5.60%;粒径为0.83~2.36 mm的颗粒样品孔隙度介于4.90%~6.60%;粒径为0.38~0.83 mm的颗粒样品孔隙度变化不大,孔隙度介于4.87%~6.64%(表2)。在同一实验条件下,颗粒样品的平衡时间缩短至柱塞样品的40%(图5a),所测孔隙度较柱塞样品增高0.12%~

表2 松辽盆地白垩系青一段页岩柱塞样与颗粒样孔隙度差异
Table 2 Differences in porosity measured with plunger core samples and crushed samples for shales from the Cretaceous Qing 1 Member, Songliao Basin

样品 编号	孔隙度/%		
	柱塞样	粉碎粒径	
		0.83~2.36 mm	0.38~0.83 mm
12	4.64	5.14	5.12
13	3.75	4.90	4.87
16	4.63	5.76	5.77
22	5.60	5.79	5.93
23	5.59	6.60	6.64
24	5.16	5.28	5.44

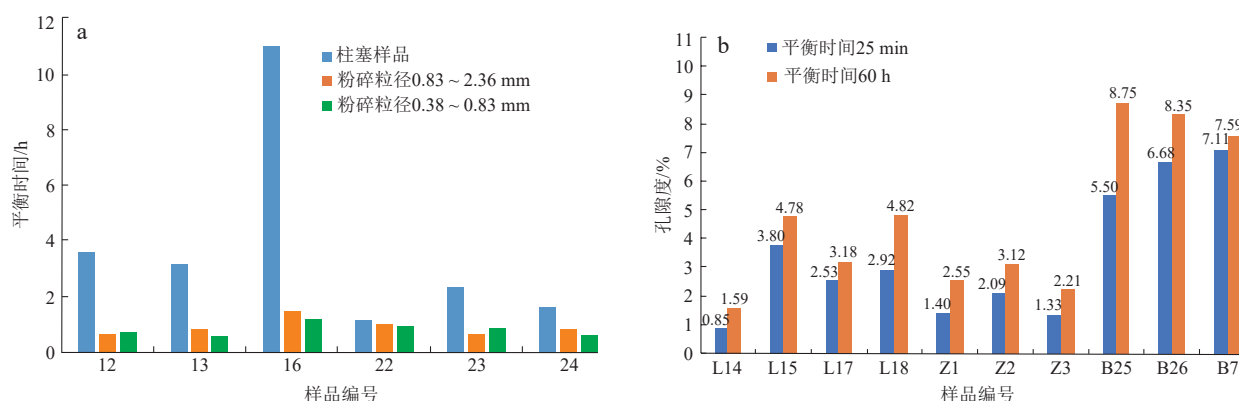


图5 氦气法孔隙度实验中页岩样品孔隙度与颗粒样品尺寸及柱塞样品平衡时间的关系

Fig. 5 Relationships between porosity of shale samples vs particle sample size and equilibration time of plunger samples in the helium porosity experiment

a. 青一段页岩样品不同粉碎尺寸下孔隙度测试平衡时间对比柱状图; b. 长7³油层亚组页岩和青一段页岩柱塞样品不同平衡时间下孔隙度对比柱状图

1. 15%,相对增高幅度为2.00%~31.00%。

2.2.2 平衡时间

按照目前国家标准《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减渗透率的测定》(GB/T34533—2017)测定方法,分别对比氦气平衡时间为25 min,1 h和60 h条件下的页岩氦气法孔隙度(表3;图5b)。实验表明,平衡时间为25 min时页岩氦气法孔隙度结果整体偏小。

长7³油层亚组页岩氦气在1 h平衡时间下,孔隙度相对25 min时增幅为0.48%~10.53%,平均增幅为4.45%;60 h下孔隙度相对25 min时增幅为20.44%~45.10%,平均增幅为33.54%。青一段页岩氦气在1 h平衡时间下,孔隙度值相对25 min时增幅为4.04%~14.78%,平均增幅为10.46%;60 h下孔隙度值相对25 min时提高19.50%~37.64%,平均增幅为27.33%。

鉴于页岩中页理缝发育且完整柱塞样品难以获取,本研究对同一样品在同一深度通过线切割的方式分别制取了垂直和平行于层理方向的样品(图6a)。垂直样品(S)指垂直页岩层理结构获取的样品,页理缝与圆柱样品截面平行;水平样品(H)指平行页岩层理结构获取的样品,页理缝与圆柱样品截面垂直。

对青一段页岩和长7³油层亚组页岩分别进行测试。结果显示,在60 h平衡时间下,青一段页岩样品

B25的垂直样品孔隙度为8.64%,水平样品孔隙度为8.35%;长7³油层亚组页岩L14样品的垂直样品孔隙度为5.35%,水平样品孔隙度为1.63%。整体来看,垂直样品孔隙度-平衡时间曲线在早期出现明显拐点后缓慢上升,而水平样品则无明显早期拐点(图6b₁—b₄)。这主要受控于氦气的扩散路径:在垂直样品中,氦气分子会优先沿层理缝快速进入页岩内部,随后缓慢由缝空间扩散至基质空间;而水平样品页理缝两段通道被上、下金属标样块体挤压,氦气分子率先接触基质缓慢扩散。

2.2.3 注入压力

为探究注入压力对平衡时间的影响,对同一样品L12(S)和L12(H)分别进行相同前处理并在此基础上分别设置了100 psi与200 psi两种注入压力。结果显示,在200 psi条件下,样品的压力平衡时间较100 psi条件缩短近一半,约在30 h后即可达到平衡(图7)。

前人研究表明,增加注入压力可以增加氦气饱和程度,获得更大的孔隙度^[34-35]。但本实验发现,L12(S)样品在100 psi和200 psi下达到平衡条件的孔隙度分别为3.71%和3.42%,L12(H)在100 psi和200 psi下达到平衡条件的孔隙度分别为6.11%和5.84%。在前人实验中也出现过此类情况^[36]。增大注入压力会使得氦气扩散速率增高,但对于纳米级孔隙,氦气饱和度

表3 青一段页岩与长7³油层亚组页岩氦气法孔隙度测试结果

Table 3 Porosity test results of shales from the Qing 1 member and Chang 7³ submember in the helium porosity experiment

层位	井号	样品编号	孔隙度/%			总测试 时间/h	截止测试 孔隙度/%	测试造成 误差/%
			平衡 25 min	平衡 1 h	平衡 60 h			
青一段	GY1	B25	5.50	6.29	8.75	66	8.75	37.14
		B26	6.68	6.68	—	56	8.35	24.85
		B7	7.11	7.11	7.59	144	8.53	16.65
		B8	7.30	8.56	8.70	144	8.79	16.95
		B9	3.44	4.20	4.39	144	4.41	22.00
	QY1	20	0.61	0.72	1.46	120	1.67	44.44
		24	0.32	0.38	0.99	120	1.03	67.68
		26	0.61	0.82	1.53	120	1.58	63.25
长7 ³ 油层亚组	Z75	Z-1	1.40	1.46	2.55	102	2.89	51.56
		Z-2	2.09	2.11	3.12	102	3.51	40.46
		Z-4	1.33	1.41	2.21	96	2.48	46.37
	L57	L-14	0.85	1.01	1.59	96	1.63	47.85
		L-15	3.80	3.91	4.78	96	5.35	28.97
		L-17	2.53	2.60	3.18	96	3.31	23.56
		L-18	2.92	3.07	4.82	120	4.99	41.48
		L-10	4.97	5.74	6.12	72	6.14	19.05
		L-11	2.13	3.02	3.70	72	3.72	47.74

注:“—”表示无数据。

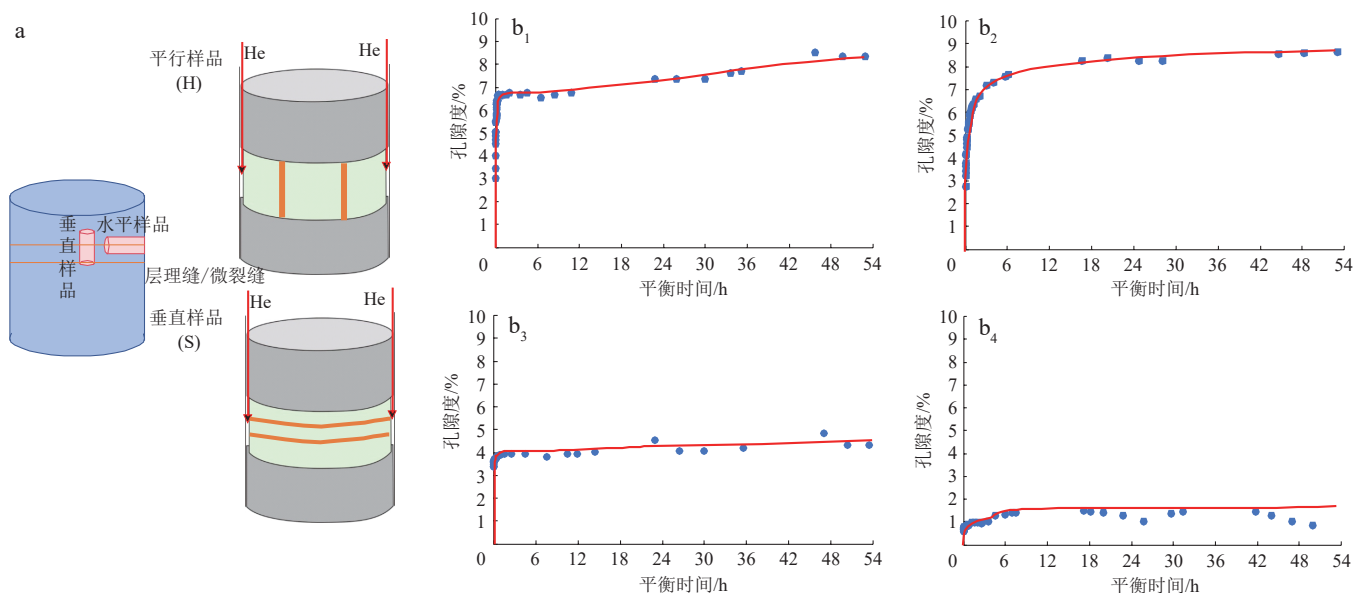


图6 氦气法孔隙度实验中页岩垂直层理样品与平行层理样品氦气饱和过程差异

Fig. 6 Differences in helium saturation process between shale samples perpendicular to bedding and parallel to bedding in helium porosity experiments

a. 样品仓内氦气进入样品过程差异示意图, 蓝色为井筒岩心, 绿色为不同取样方向样品, 灰色为实验仪器配置标准块, 橙色为层理缝-页理缝, 红色箭头代表仪器内氦气(He)进气方向; b₁. 青一段页岩样品 B25 垂直样品孔隙度-平衡时间(POR-t)曲线; b₂. 青一段页岩样品 B25 水平样品孔隙度-平衡时间(POR-t)曲线; b₃. 长7³油层亚组页岩样品 L14 垂直样品孔隙度-平衡时间(POR-t)曲线; b₄. 长7³油层亚组页岩样品 L14 水平样品孔隙度-平衡时间(POR-t)曲线

H. 平行样品; S. 垂直样品; He. 氦气

(图b₁—b₄中蓝色为实际数据点, 红线为拉平曲线。)

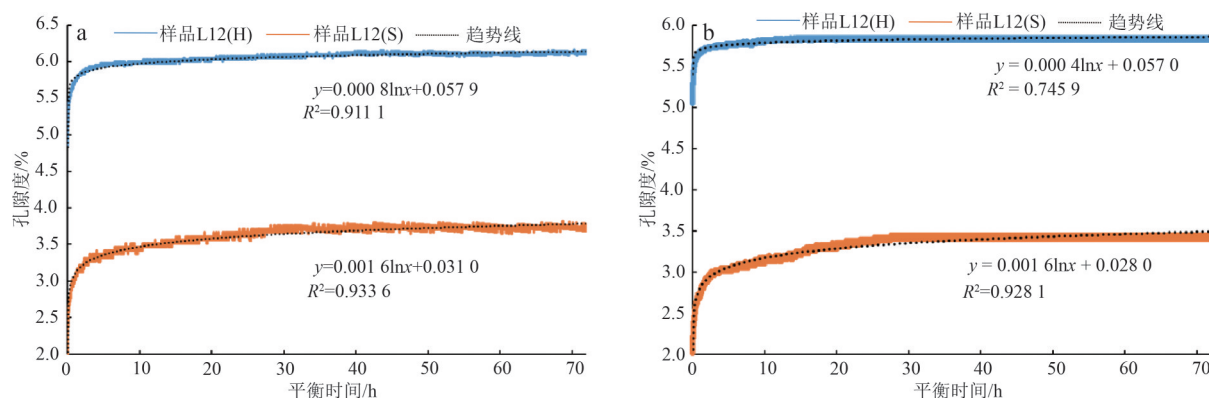


图7 氦气法孔隙度实验中长7³油层亚组页岩在不同注入压力下孔隙度-平衡时间(POR-t)曲线

Fig. 7 Porosity-time (POR-t) curves of shale in the Chang 7³ sub-member under different injection pressures in the helium porosity experiment

a. 100 psi; b. 200 psi

H. 平行样品; S. 垂直样品

可能会降低, 导致孔隙度值偏低。

3 讨论

3.1 纳米级“孔缝”结构延迟效应

实验结果表明, 松辽盆地青一段页岩孔隙度在

30 h后仍未达到平衡(图8), 整体表现为孔隙度在早期增长较快、曲线斜率较大, 后期增长逐渐趋缓; 而鄂尔多斯盆地长7³油层亚组页岩孔隙度-时间曲线在2~3 h出现明显拐点, 后缓慢平稳增长。

前人研究表明, 气体等温吸附曲线形态与吸附材料性质和结构复杂度无关, 孔隙结构对吸附的贡献体现在孔径大小与分子直径的匹配度。因此, 不同矿物

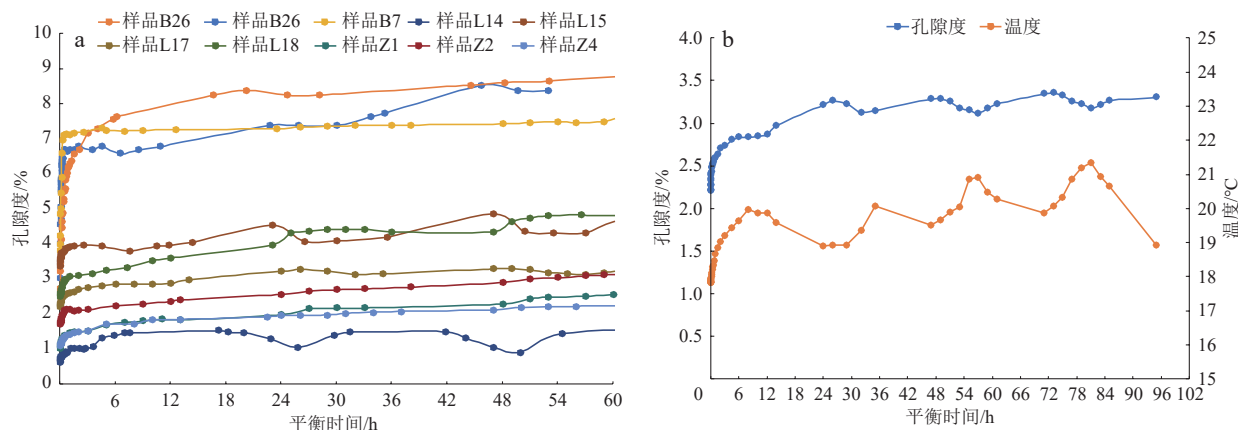


图8 GIP实验中长 7^3 油层亚组与青一段页岩样品孔隙度和温度随时间变化曲线

Fig. 8 Curves of porosity and temperature variation with time for shales in the Chang 7^3 subgroup and Qing 1 member in GIP experiment

a. 长 7^3 油层亚组与青一段页岩样品孔隙度-平衡时间(POR- t)曲线; b. 长 7^3 油层亚组页岩样品L15孔隙度-平衡时间与温度-平衡时间曲线

组成不会影响氮气分子吸附能力,样品内部达到平衡所需时间的差异主要受控于氮气在页岩中的平均运移路径^[37]。氮气分子的分子量小,易在毛管中漂荡,导致其分子自由程增大。在相同扩散距离内,耗时更长。借鉴甲烷分子扩散机制可以推断,氮气在早期阶段优先通过较大孔隙和微裂缝快速扩散,后期逐渐进入纳米级黏土相关孔隙和有机质孔,导致孔隙度累计曲线斜率减小。此外,氮气在页岩中的扩散速率远小于甲烷(3.5 MPa以下,氮气分子平均自由程至少约为甲烷的2倍^[38-39])。结合氮气吸附曲线分析,滞后环形态可在一定程度上反映孔隙形态,青一段页岩氮气吸附回滞环类型为 H_2-H_3 过渡型回滞环,主要表现为发育板状狭缝形孔隙-单边狭缝型孔隙;长 7^3 油层亚组页岩氮气吸附回滞环类型为 H_2-H_3 过渡型回滞环,以平行片状孔隙和大孔-细喉形开放“墨水瓶”状孔隙为特征^[39],更有利于氮气气体分子运移。

松辽盆地青一段页岩毫米级纹层结构使得页理缝广泛发育,缝宽集中在10~40 μm ,最高可达毫米级;高孔隙度区域和裂缝连通,使缝长垂向上可达250 μm 。青一段页岩页理缝发育,氮气早期可快速沿裂缝扩散,而其纳米级黏土矿物-有机质复合孔等基质孔隙则需更长时间达到充分饱和。相比之下,鄂尔多斯盆地长 7^3 油层亚组页岩长英质刚性颗粒含量高,且与其相关原生粒间孔缝系统以介孔-宏孔为主,连通性较好,整个孔隙网络内氮气达到的平衡时间因而相对缩短。

3.2 测试环境对测量的影响

理论上,随氮气饱和时间增加,页岩孔隙度应呈增幅逐渐减小的递增趋势,直至充分饱和平衡。然而,在

实际长时间测定过程中,观察到孔隙度周期性降低的现象(图8a),且该波动与测试环境温度呈负相关关系(图8b)。

波义尔定律原始定义为理想气体在定量定温条件下体积与气体的压强成反比。理想气体强调了气体分子本身不占有体积且分子之间无相互作用力的理想状态。目前,大多实验室在测试过程中未考虑在测试环境状态下氮气是否为理想气体。特别是,在陆相页岩孔隙度测定中,为充分饱和纳米级孔隙而延长平衡时间或提高注入压力,可能导致氮气在纳米孔缝结构中偏离理想气体状态。因此,对于陆相页岩储层孔隙度的测定,应考虑温度和压力条件对气体分子的影响。基于波义尔-马略特方程引入压缩因子 Z 对氮气偏离理想状态做出校正(式3)。

$$\frac{p_1 V_r}{Z_1 T_{1r}} + \frac{p_a (V_c - V_g)}{Z_a T_{1c}} = \frac{p_2 V_r}{Z_2 T_2} + \frac{p_2 (V_c - V_g)}{Z_2 T_2} \quad (3)$$

式中: Z_1 表示在 p_1 和 T_1 时的气体偏差因子,无量纲; Z_2 表示在 p_2 和 T_2 时的气体偏差因子,无量纲; Z_a 表示在 T_1 和大气压时的气体偏差因子,无量纲; T_{1r} 为 p_1 时参比室的绝对温度,K; T_{1c} 为 p_1 时样品室的绝对温度,K; T_2 为稳定后参比室和样品室的绝对温度,K。

在实际测定陆相页岩孔隙相关特性时,部分实验室通过图版或NIST数据库直接获取压缩因子 Z 值对气体状态进行校准。但实际上氮气法孔隙度实验测试压力较低(一般低于200 psi),在非恒温条件下对测试结果的影响不大。以本文测试条件为例,注入压力为100 psi,实际温度介于17.83~21.34 $^{\circ}\text{C}$, Z 值基本没有变化,仅处于 10^{-6} 数量级(1.000 346 012~1.000 349 668)。利用理论数据校正后,对应孔隙度仅增加0.001%~0.070%。而在实际测量的孔隙度-时间曲线中,氮气

分子对温度影响的敏感度增加(图9a)。

本文采用PR(Peng-Robinson)方程来计算压缩因子 Z 值,并结合黏土矿物组分和残余流体占比,对不同类型的陆相页岩储层进行拟合和加权计算。PR方程适用于描述非理想气体行为,在处理非极性和弱极性气体体系的相平衡方面具有较高精度。有效应力引起孔隙介质的基质收缩,特别是黏土矿物和有机质含量高的低渗透性页岩,样品内部易形成高压区域(图9b)。另一方面,高有机质含量孔隙介质的吸附作用可能导致基质膨胀,从而降低气体扩散系数^[41]。陆相页岩中复杂的纳米级孔喉结构形成的狭缝通道(特别是以古龙页岩为代表的“孔缝”复合结构)进一步抑制了分子渗流能力。残留液体与氦气共存形成的气—液两相间的阻力效应,可能使得样品内部存在局部高压,加剧氦气分子对温度变化的敏感性。

此外,变质脱水作用释放的流体、热增压和压实作用导致的孔隙度损失均会造成内部孔隙超压的形成^[40,43-44]。因此,引入黏土矿物加权和残余流体加权,能够更有效反映氦气在页岩内部复杂多变环境下的真实行为,为深入理解温度对页岩孔隙度测定结果的影响提供更可靠的数据支持。

关于立方型状态方程计算压缩因子为:

$$Z^3 - (1 - B)Z^2 + (A - 2B - 3B^2)Z - (AB - B^2 - B^3) = 0 \quad (4)$$

式中: Z 为压缩因子,无量纲; A 和 B 为相关计算系数,

无量纲:

$$A = \frac{a\alpha p}{R^2 T^2} \quad (5)$$

$$B = \frac{bp}{RT} \quad (6)$$

上式中,PR方程定义的系数 a (无量纲), b (无量纲)和 α (无量纲)依次为:

$$a = 0.45724 \frac{R^2 T_c^2}{p_c} \quad (7)$$

$$b = 0.07780 \frac{RT_c}{p_c} \quad (8)$$

$$k = 0.37363 + 1.54226\omega - 0.26992\omega^2 \quad (9)$$

$$\alpha = \left[1 + k \left(1 - \sqrt{T_r} \right) \right]^2 \quad (10)$$

$$p_r = \frac{p}{p_c} \quad (11)$$

$$T_r = \frac{T}{T_c} \quad (12)$$

式中: T 为瞬时温度,K; p 为瞬时压力,Pa; R 为气体常数,取值为8.314,无量纲; T_c 为临界温度,K; p_c 为临界压力,Pa; ω 为偏心因子,无量纲; k 为由纯物质的饱和蒸气压与饱和液体的密度数据关联得到,无量纲; p_r 为对比压力,无量纲; T_r 为对比温度,无量纲。

为探究不同类型富有机质页岩黏土矿物含量和残余流体对孔隙度测定的影响,本研究分别对鄂尔多斯盆地长7³油层亚组页岩和松辽盆地青一段页岩黏土矿物含量与孔隙体积和比表面积之间的相关性进行了分

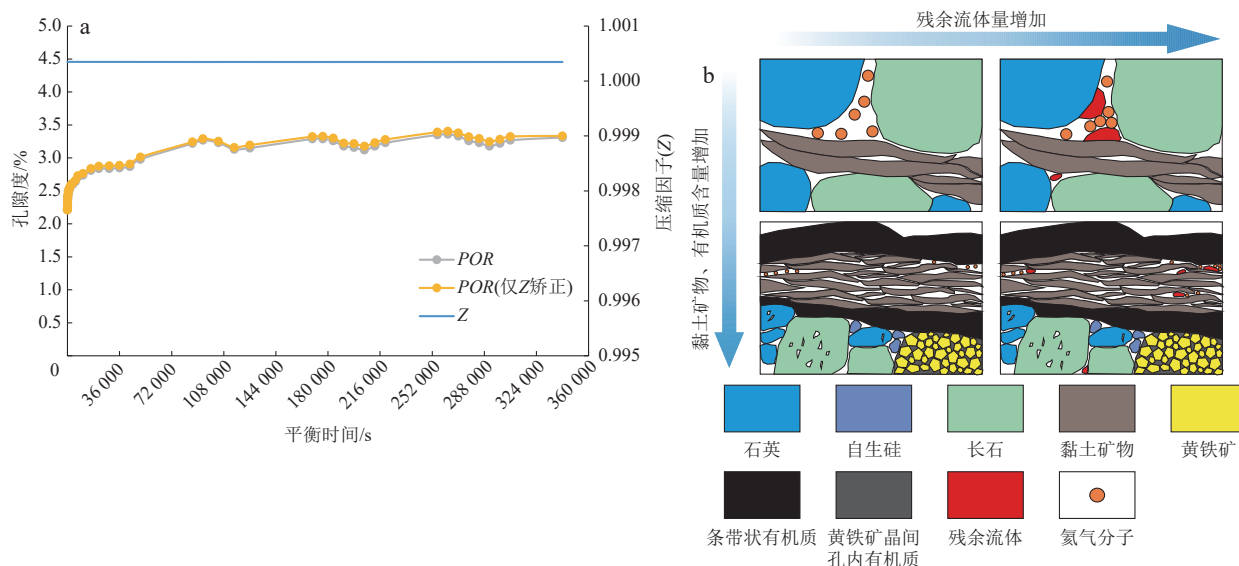


图9 GIP实验中氦气偏离理想状态体现形式

Fig. 9 Manifestations of helium deviation from its ideal state in GIP experiments

a. 样品L16采用PR方程校正前、后孔隙度和压缩因子随平衡时间变化曲线;b. 孔隙内部高压区域形成模型示意图

POR. 孔隙度;Z. 压缩因子

析(图10)。结果表明,长7³油层亚组页岩黏土矿物含量和孔隙比表面积呈正相关,而和孔隙体积和有机质含量呈负相关;青一段页岩黏土矿物含量与孔隙比表面积、孔隙体积和有机质含量呈正相关。

结合不同样品的孔隙度-时间曲线认为,在陆相页岩氮气法孔隙度测定中,早期氮气分子主要进入连通孔缝,尚未或仅少部分进入到纳米级孔隙中,受温度和压力影响的程度较小。该时期,氮气分子流动受阻的主要原因是未被干燥完全的残余有机质或重烃分子吸附。随着测试时间延长,氮气分子逐渐进入到黏土矿物控制的微米孔缝中。此外,该类孔缝迂曲度高、喉道狭窄,且狭小孔道中残余有机质和重烃增多,二者共同作用在页岩内部形成孔隙高压区,导致氮气分子对温度的敏感性显著增加。因此,本文建议对孔隙度-时间曲线拐点前的部分进行残余流体校正,对拐点后的阶段进行弱联通孔缝与残余流体校正。

首先,通过X射线衍射(XRD)测试得到样品的黏土矿物含量,在不同黏土矿物含量区间分别拟合得到经验系数(K_1),弱联通孔缝加权系数(R_1)计算式为:

$$R_1 = K_1 C_{\text{clay}} \quad (13)$$

式中: R_1 为弱联通孔缝加权系数,无量纲; K_1 为经验系

数,无量纲; C_{clay} ,黏土矿物含量,%。

其次,采用岩石热解测得样品游离烃含量(S_1)与残余烃含量(S_2),将二者实验数据相结合确立相关系数(K_2),并建立弱连通孔缝受残余流体影响加权系数(R_2),计算式为:

$$R_2 = K_2 \frac{S_1}{S_2} \quad (14)$$

式中: R_2 为弱连通孔缝受残余流体影响加权系数,无量纲; K_2 为在不同黏土矿物含量区间分别拟合的经验系数,无量纲; S_1 为游离烃含量,mg/g; S_2 为残余烃含量,mg/g。

以鄂尔多斯盆地长7³油层亚组页岩样品L16为例,校正后的氮气法孔隙度-时间曲线见图11。

3.3 精细评价与优化建议

通过上述研究,目前在国家标准《页岩氮气法孔隙度和脉冲衰减渗透率的测定》(GB/T34533—2017)设定条件下,氮气无法在陆相页岩内部达到充分饱和,因而无法对陆相湖盆页岩储层孔隙度进行准确表征。

尽管可通过粉碎样品缩短氮气分子路径,但在利用页岩粉碎颗粒开展氮气法孔隙度测定时,必须充分

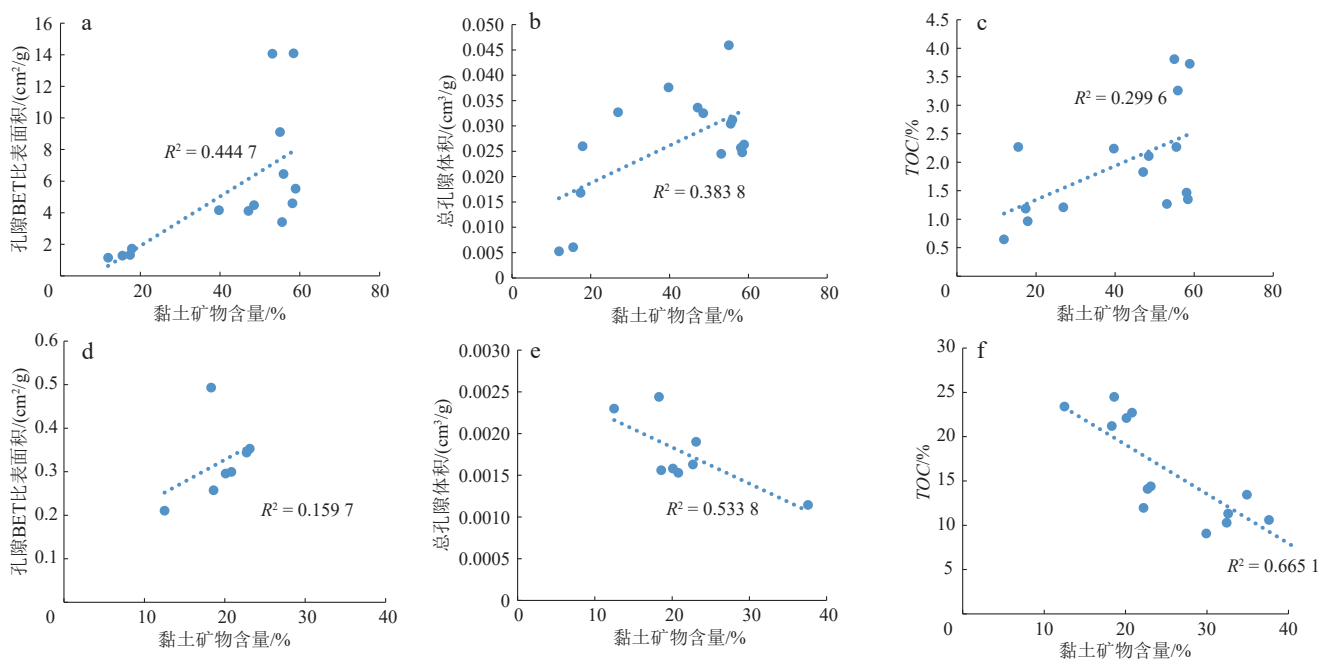


图10 长7³油层亚组和青一段页岩储层氮气吸附实验结果与地质特征参数相关曲线

Fig. 10 Correlation curves between nitrogen adsorption experiment results and geological characteristics of the Chang 7³ subgroup and the Qing 1 member

a. 青一段页岩氮气吸附孔隙比表面积与黏土矿物含量相关性; b. 青一段页岩氮气吸附总孔隙体积与黏土矿物含量相关性; c. 青一段页岩 TOC 与黏土矿物含量相关性; d. 长7³油层亚组页岩氮气吸附孔隙比表面积与黏土矿物含量相关性; e. 长7³油层亚组页岩氮气吸附总孔隙体积与黏土矿物含量相关性; f. 长7³油层亚组页岩 TOC 与黏土矿物含量相关性

BET. Brunauer-Emmett-Teller 方程; TOC. 总有机碳含量

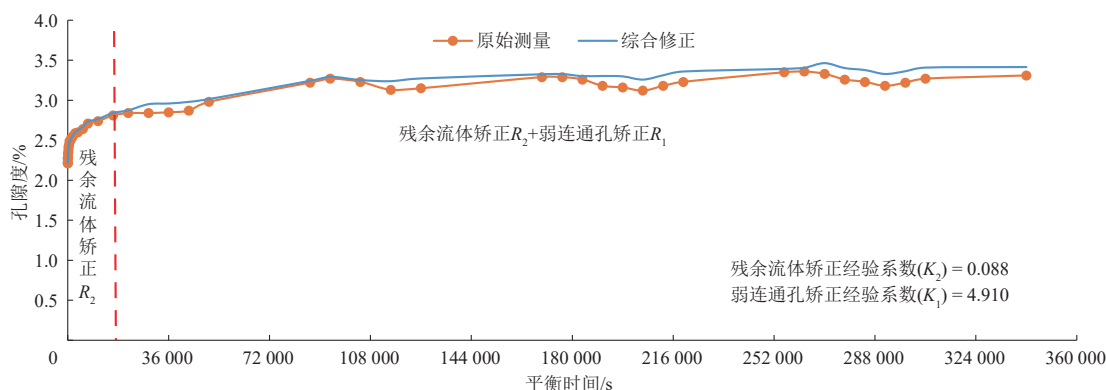


图11 长7³油层亚组页岩样品L16综合修正孔隙度-平衡时间(*POR-t*)曲线

Fig. 11 Comprehensive corrected *POR-t* curve of shale sample L16 from the Chang 7³ subgroup

R_1 : 弱联通孔-缝加权系数; R_2 : 弱连通孔-缝受残余流体影响加权系数; K_1 : 弱联通孔-缝加权系数相关经验值; K_2 : 弱连通孔-缝受残余流体影响加权系数相关经验系数

(图中红色虚线表示氦气扩散发生位置由连通孔-缝为主转变为弱连通孔和基质孔节点。)

考虑孔隙孔径分布范围,即所选取粒径在尽量不伤害原始孔隙结构的前提下进行最大孔隙体积测定,建议采用的粒径是主体孔径的3~4个数量级。需要注意的是,对于缝网结构发育的储层,粉碎造成的裂缝的损失很难定量,因此不建议使用颗粒样氦气法表征有效孔隙度。针对页岩型页岩油储层有效孔隙度的表征,本文建议使用线切割的柱塞样品进行低压、恒温长时间饱和氦气法测量。考虑到现有仪器在恒温条件方面的缺失,以及长时间测量造成实验成本的增加,本文通过大量样品测试并结合数值模拟实验结果,建立陆相页岩氦气法孔隙度测定 *POR-t* 图版,获取准确孔隙度值。

对无法处于恒温状态的样品先进行多因素气体校正,后再进行数值模拟。数值模拟过程中,根据实验仪器压感计精度设置平衡阈值为孔隙度值波动小于 $\pm 0.03\%/h$ (取决于仪器压感计精度),使其无限逼近平衡状态。基于拟合段进行孔隙度计算和预测,长时间测试仅需短时间数据就可准确预测孔隙度,测量精度增幅超20%。

本文以古龙凹陷青一段页岩样品B25为例,通过实验获得66 h内孔隙度、压力、温度随时间变化值,采用幂函数逼近方法,进行曲线拟合(图12)。预测结果显示,氦气达到平衡需要18 d,最终孔隙度为9.978%,测试结果减少孔隙度损失幅度可达53.50%。

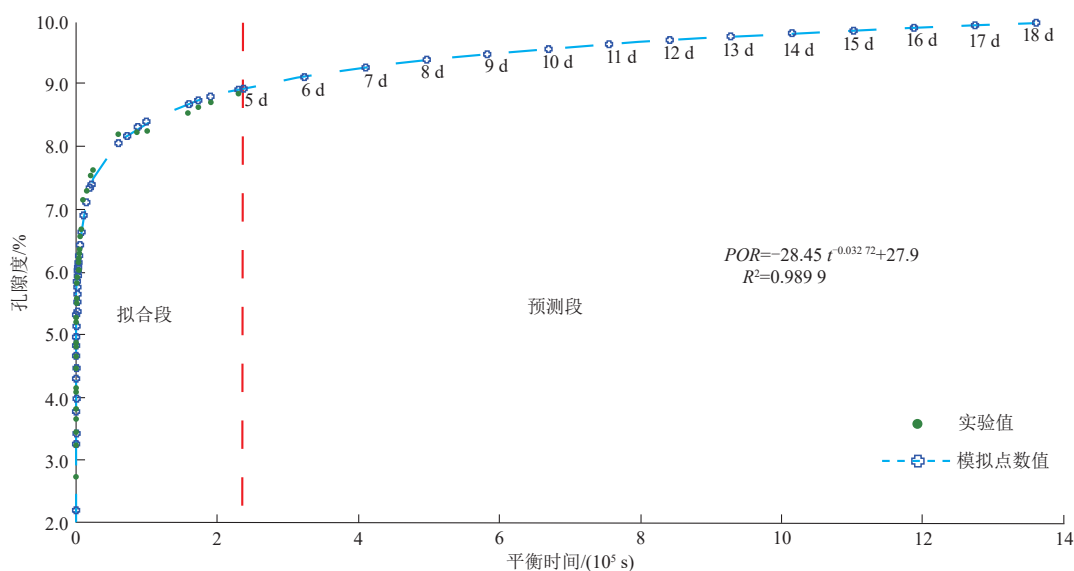


图12 青一段样品B25氦气法孔隙度(*POR*)数值模拟预测曲线

Fig. 12 Numerical simulation prediction curve of helium porosity for sample B25 from the Qing 1 member

(图中红色虚线表示拟合段与预测段分界。)

4 结论

1) 目前陆相页岩氮气法孔隙度测定存在平衡时间过短造成孔隙度值偏小的问题。以鄂尔多斯盆地长7³油层亚组和松辽盆地青一段页岩为例,与目前国标执行条件下测定孔隙值相比,长7³油层亚组页岩60 h孔隙度增幅为20.44%~45.1%,平均增幅为33.54%;青一段页岩60 h孔隙度增幅为19.50%~37.64%,平均增幅为27.33%。

2) 测定页岩粉碎样品氮气法孔隙度,能够有效缩短测试压力平衡时间,提高实验效率。对粉碎颗粒测试需考虑孔径分布范围,建议粉碎粒径为主体孔径的3~4个数量级;柱塞样品需延长平衡时间和增加注入压力提高氮气饱和度,建议引入压缩因子、弱连通孔校正和残余流体校正因氮气分子偏离理想状态而造成的实验误差。

3) 陆相页岩油储层非均质性强,不同沉积体系下储层在物性、孔隙类型、孔径分布与成岩演化过程中的改造程度不同。因此,在开展储层氮气法孔隙度测定的过程中,应结合页岩储层特征分别确定测试标准与参数,实现对陆相页岩精确评价。对于长7³油层亚组页岩平衡时间 ≥ 36 h,对于青山口组页岩平衡时间 ≥ 48 h。

4) 为节约试验成本,提高测试准确性,建议基于恒温低压、压缩因子已知情况下长时间的测定数据拟合结果,建立陆相页岩氮气法孔隙度-时间($POR-t$)图版,优化陆相页岩氮气法孔隙度测定的精确度。

参 考 文 献

- [1] 赵喆,白斌,刘畅,等. 中国石油陆上中-高成熟度页岩油勘探现状、进展与未来思考[J]. 石油与天然气地质, 2024, 45(2): 327-340.
- ZHAO Zhe, BAI Bin, LIU Chang, et al. Current status, advances, and prospects of CNPC's exploration of onshore moderately to highly mature shale oil reservoirs [J]. Oil & Gas Geology, 2024, 45(2): 327-340.
- [2] 贾承造,庞雄奇,宋岩,等. 全油气系统的4种基本类型及其资源开发领域[J]. 石油与天然气地质, 2025, 46(4): 1019-1038.
- JIA Chengzao, PANG Xiongqi, SONG Yan, et al. Four basic types of whole petroleum systems and their major plays [J]. Oil & Gas Geology, 2025, 46(4): 1019-1038.
- [3] 白斌,李国欣,白雪峰,等. 松辽盆地白垩系古龙页岩由“生油”到“产油”的革命性转变及战略意义[J]. 科技导报, 2024, 42(24): 5-12.

- BAI Bin, LI Guoxin, BAI Xuefeng, et al. The revolutionary transformation from oil generation to oil production in the Cretaceous Gulong shale in Songliao Basin and its strategic significance [J]. Science & Technology Review, 2024, 42(24): 5-12.
- [4] 胡素云,白斌,陶士振,等. 中国陆相中高成熟度页岩油非均质地质条件与差异富集特征[J]. 石油勘探与开发, 2022, 49(2): 224-237.
- HU Suyun, BAI Bin, TAO Shizhen, et al. Heterogeneous geological conditions and differential enrichment of medium and high maturity continental shale oil in China [J]. Petroleum Exploration and Development, 2022, 49(2): 224-237.
- [5] MARES T E, RADLIŃSKI A P, MOORE T A, et al. Assessing the potential for CO₂ adsorption in a subbituminous coal, Huntly Coalfield, New Zealand, using small angle scattering techniques [J]. International Journal of Coal Geology, 2009, 77 (1/2): 54-68.
- [6] 付永红,司马立强,张楷晨,等. 页岩岩心气测孔隙度测量参数初探与对比[J]. 特种油气藏, 2018, 25(3): 144-148, 174.
- FU Yonghong, SIMA Liqiang, ZHANG Kaichen, et al. Preliminary study and comparison of shale core gas-porosity test parameters [J]. Special Oil & Gas Reservoirs, 2018, 25 (3): 144-148, 174.
- [7] LIU Chun, SHI Bin, ZHOU Jian, et al. Quantification and characterization of microporosity by image processing, geometric measurement and statistical methods: Application on SEM images of clay materials [J]. Applied Clay Science, 2011, 54 (1): 97-106.
- [8] FREDRICH J T, MENÉNDEZ B, WONG T F. Imaging the pore structure of geomaterials [J]. Science, 1995, 268 (5208): 276-279.
- [9] 焦堃,姚素平,吴浩,等. 页岩气储层孔隙系统表征方法研究进展[J]. 高校地质学报, 2014, 20(1): 151-161.
- JIAO Kun, YAO Suping, WU Hao, et al. Advances in characterization of pore system of gas shales [J]. Geological Journal of China Universities, 2014, 20(1): 151-161.
- [10] 白斌,朱如凯,吴松涛,等. 利用多尺度CT成像表征致密砂岩微观孔喉结构[J]. 石油勘探与开发, 2013, 40(3): 329-333.
- BAI Bin, ZHU Rukai, WU Songtao, et al. Multi-scale method of nano (micro) -CT study on microscopic pore structure of tight sandstone of Yanchang Formation, Ordos Basin [J]. Petroleum Exploration and Development, 2013, 40(3): 329-333.
- [11] 王瑞飞,张祺,邵晓岩,等. 多尺度CT成像技术识别超低渗透砂岩储层纳米级孔喉[J]. 地球物理学进展, 2020, 35(1): 188-196.
- WANG Ruifei, ZHANG Qi, SHAO Xiaoyan, et al. Identification of ultra-low permeability sandstone reservoir nano pore-throat by multi-scale CT imaging technique [J]. Progress in Geophysics, 2020, 35(1): 188-196.
- [12] TOPÓR T, DERKOWSKI A, KUILA U, et al. Dual liquid porosimetry: A porosity measurement technique for oil- and gas-

- bearing shales[J]. *Fuel*, 2016, 183: 537–549.
- [13] GIESCHE H. Mercury porosimetry: A general (practical) overview[J]. *Particle & Particle Systems Characterization*, 2006, 23(1): 9–19.
- [14] 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.
- [15] 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.
- [16] ZHAO C, ZHOU W, HU Q H, et al. Porosity measurement of granular rock samples by modified bulk density analyses with particle envelopment[J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2021, 133: 105273.
- [17] COMISKY J T, NEWSHAM K E, RUSHING J A, et al. A comparative study of capillary-pressure-based empirical models for estimating absolute permeability in tight gas sands [C]//SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Anaheim, 2007. Richardson: Society of Petroleum Engineers, 2007: SPE–110050–MS.
- [18] 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.
- [19] 石强, 陈鹏. 页岩“刚-弹嵌合”孔隙骨架模型及超压状态孔隙度测量方法—以四川盆地南部志留系龙马溪组深层超压硅质页岩为例[J]. *石油勘探与开发*, 2023, 50(1): 113–124.
SHI Qiang, CHEN Peng. “Rigid-elastic chimera” pore model and overpressure porosity measurement method for shale: A case study of the deep overpressure siliceous shale of Silurian Longmaxi Formation in southern Sichuan Basin, SW China [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2023, 50(1): 113–124.
- [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] 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.
- [22] LÖHR S C, BARUCH E T, HALL P A, et al. Is organic pore development in gas shales influenced by the primary porosity and structure of thermally immature organic matter? [J]. *Organic Geochemistry*, 2015, 87: 119–132.
- [23] HAN Hui, GUO Chen, ZHONG Ningning, et al. Pore structure evolution of lacustrine shales containing Type I organic matter from the Upper Cretaceous Qingshankou Formation, Songliao Basin, China: A study of artificial samples from hydrous pyrolysis experiments [J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2019, 104: 375–388.
- [24] VALENZA J J II, DRENZEK N, MARQUES F, et al. Geochemical controls on shale microstructure [J]. *Geology*, 2013, 41(5): 611–614.
- [25] MOHNHOFF D, LITKE R, KROOSS B M, et al. Flow-through extraction of oil and gas shales under controlled stress using organic solvents: Implications for organic matter-related porosity and permeability changes with thermal maturity [J]. *International Journal of Coal Geology*, 2016, 157: 84–99.
- [26] DISTEFANO V H, MCFARLANE J, STACK A G, et al. Solvent-pore interactions in the Eagle Ford shale formation [J]. *Fuel*, 2019, 238: 298–311.
- [27] CAO Yan, HAN Hui, LIU Houwu, et al. Influence of solvents on pore structure and methane adsorption capacity of lacustrine shales: An example from a Chang 7 shale sample in the Ordos Basin, China [J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2019, 178: 419–428.
- [28] DISTEFANO V H, MCFARLANE J, ANOVITZ L M, et al. Extraction of organic compounds from representative shales and the effect on porosity [J]. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2016, 35(Part A): 646–660.
- [29] 焦方正, 邹才能, 杨智. 陆相源内石油聚集地质理论认识及勘探开发实践[J]. *石油勘探与开发*, 2020, 47(6): 1067–1078.
JIAO Fangzheng, ZOU Caineng, YANG Zhi. Geological theory and exploration & development practice of hydrocarbon accumulation inside continental source kitchens [J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2020, 47(6): 1067–1078.
- [30] 白斌, 戴朝成, 侯秀林, 等. 松辽盆地白垩系青山口组页岩层系非均质地质特征与页岩油甜点评价[J]. *石油与天然气地质*, 2023, 44(4): 846–856.
BAI Bin, DAI Chaocheng, HOU Xiulin, et al. Geological heterogeneity of shale sequence and evaluation of shale oil sweet spots in the Qingshankou Formation, Songliao Basin [J]. *Oil & Gas Geology*, 2023, 44(4): 846–856.
- [31] 冯子辉, 霍秋立, 曾花森, 等. 松辽盆地古龙页岩有机质组成与有机质孔形成演化[J]. *大庆石油地质与开发*, 2021, 40(5): 40–55.
FENG Zihui, HUO Qiuli, ZENG Huasen, et al. Organic matter compositions and organic pore evolution in Gulong shale of Songliao Basin [J]. *Petroleum Geology & Oilfield Development in Daqing*, 2021, 40(5): 40–55.

- [32] ROUQUEROL J, AVNIR D, FAIRBRIDGE C W, et al. Recommendations for the characterization of porous solids [J]. Pure and Applied Chemistry, 1994, 66(8): 1739–1758.
- [33] 白斌, 戴朝成, 侯秀林, 等. 陆相湖盆页岩自生硅质特征及其油气意义[J]. 石油勘探与开发, 2022, 49(5): 896–907.
BAI Bin, DAI Chaocheng, HOU Xiulin, et al. Authigenic silica in continental lacustrine shale and its hydrocarbon significance [J]. Petroleum Exploration and Development, 2022, 49(5): 896–907.
- [34] 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.
- [35] 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.
- [36] 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.
- [37] GREGG S J, SING K S W. Adsorption, surface area and porosity [M]. 2nd ed. London: Academic Press, 1982.
- [38] HELLER R, VERMYLEN J, ZOBACK M. Experimental investigation of matrix permeability of gas shales [J]. AAPG Bulletin, 2014, 98(5): 975–995.
- [39] 宋泽章, 阿比德·阿不拉, 吕明阳, 等. 氮气吸附滞后回环定量分析及其在孔隙结构表征中的指示意义——以鄂尔多斯盆地上三叠统延长组7段为例[J]. 石油与天然气地质, 2023, 44(2): 495–509.
- SONG Zezhang, ABIDE Abula, LYU Mingyang, et al. Quantitative analysis of nitrogen adsorption hysteresis loop and its indicative significance to pore structure characterization: A case study on the Upper Triassic Chang 7 Member, Ordos Basin [J]. Oil & Gas Geology, 2023, 44(2): 495–509.
- [40] XU Hao, TANG Dazhen, ZHAO Junlong, et al. A new laboratory method for accurate measurement of the methane diffusion coefficient and its influencing factors in the coal matrix [J]. Fuel, 2015, 158: 239–247.
- [41] SUN Zexiang, LI Pengpeng, ZHOU Shixin. A laboratory observation for gases transport in shale nanochannels: Helium, nitrogen, methane, and helium-methane mixture [J]. Chemical Engineering Journal, 2023, 472: 144939.
- [42] 施砍园, 庞雄奇, 陈君青, 等. 全油气系统中储层润湿性与界面张力等关键参数变化特征及其分子动力学模拟[J]. 石油与天然气地质, 2025, 46(4): 1107–1122.
SHI Kanyuan, PANG Xiongqi, CHEN Junqing, et al. Variation characteristics and molecular dynamics simulation of key parameters including reservoir wettability and interfacial tension in the whole petroleum system [J]. Oil & Gas Geology, 2025, 46(4): 1107–1122.
- [43] IRWIN W P, BARNES I. Effect of geologic structure and metamorphic fluids on seismic behavior of the San Andreas fault system in central and northern California [J]. Geology, 1975, 3(12): 713–716.
- [44] BERRY F A F. High fluid potentials in California coast ranges and their tectonic significance [J]. AAPG Bulletin, 1973, 57(7): 1219–1249.
- (编辑 王迪)