

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.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.202012270173】

四川盆地龙马溪组页岩孔隙度实验方法分析

翁剑桥^{1,2,3}, 李夏伟^{1,2,3}, 戚明辉^{1,2,3}, 张焯毓^{1,2,3}, 王禹^{1,2,3}, 张伟^{1,4}

- (1. 页岩气评价与开采四川省重点实验室, 四川 成都 610091;
2. 自然资源部复杂构造区页岩气勘探开发工程技术创新中心, 四川 成都 610091;
3. 四川省科源工程技术测试中心, 四川 成都 610091;
4. 中国石油西南油气田勘探开发研究院, 四川 成都 610213)

摘要: 孔隙度是页岩气藏勘探、评价的关键参数, 快速、准确测定页岩孔隙度对于储量计算至关重要。目前有氦气法、液体饱和法、图像分析法应用于页岩孔隙度测定, 但方法间、实验室间比对效果欠佳。本文选取69件四川盆地志留统龙马溪组页岩样品, 应用X射线衍射、氦离子抛光-扫描电镜、压汞-氦气吸附等分析测试技术研究样品特征, 开展方法间的孔隙度测定比对实验, 分析各方法的适用性。结果表明: ①龙马溪组页岩黏土含量高、有机质孔隙多、孔喉细小、渗流能力差, 导致了外来液体和气体难以快速进入孔隙中, 对岩心图像资料的分辨率有很高要求; ②液体饱和法(酒精法)使用20MPa压力饱和样品24h, 导致了岩心损伤, 测得的孔隙度偏离真实值; 图像分析法因忽略了矿物基质中的微孔(孔径 < 2nm)和介孔(孔径 < 50nm)等因素使孔隙度测定结果不可靠; ③氦气法孔隙度测定结果与烘干温度、稳定时间密切相关, 温度越高则测得的孔隙度越大, 稳定时间过短会使孔隙度结果偏小。在60℃下烘干岩心24h以上至恒重状态后, 通过设置合理的稳定时间, 氦气法可获得准确的孔隙度结果, 适当提高注入压力有助于加快实验速率。

关键词: 页岩孔隙度; 氦气吸附; 样品损伤; 氦气法; 烘干温度; 稳定时间

要点:

- (1) 龙马溪组页岩黏土含量高、有机质孔隙多、孔喉细小, 液体加压饱和过程会损伤岩心, 导致孔隙度测定结果偏离真实值。
- (2) 60℃下样品可烘干至恒重, 温度过高可能导致黏土束缚水和结构水被除去, 改变页岩孔隙结构。
- (3) 氦气法孔隙度实验中稳定时间不应少于所需平衡时间, 提高注入压力有助于加快实验速率。

中图分类号: TE122

文献标识码: B

页岩气是以吸附和游离方式赋存于富有机质泥页岩中的自生自储式天然气^[1]。中国四川盆地龙马溪组页岩分布广泛而稳定, 实践表明该层系页岩气勘探开发前景广阔^[2], 亟需开展储量评价工作。孔隙度是作为基础的储层物性参数^[3], 是页岩气储量评价过程中容积法计算游离气含量的关键因素之一,

这对孔隙度实验速率和数据精度提出了较高的要求。

目前国外常用美国天然气研究所的GRI方法进行页岩总孔隙度实验, 中国常用于页岩孔隙度测定的众多方法可以分为三大类: ①氦气法; ②液体饱和法, 包括酒精法、压汞法、核磁共振法等; ③图像分析法。国家标准《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法

收稿日期: 2020-12-27; 修回日期: 2021-04-13; 接受日期: 2022-02-23

基金项目: 四川省中央引导地方科技发展专项项目“四川盆地海相高演化页岩有机质孔隙发育机制及含气量评价研究”(2020ZYD027); 四川省煤田地质局2021年度科研计划项目“四川盆地龙马溪组页岩孔隙度实验方法研究”(KJ2021-01)

作者简介: 翁剑桥, 硕士, 工程师, 从事地质实验测试研究。E-mail: wengjianqiao@yeah.net.

渗透率的测定》(GB/T 34533—2017)和《岩心分析方法》(GB/T 29172—2012)中介绍有单双室法、饱和称重法等方法测定岩石孔隙度;孙建孟等^[4]以核磁共振法分析不同粉碎程度的页岩孔隙度有效性;李磊等^[5]以电子计算机断层(CT)扫描技术为基础,计算了四川元坝地区页岩的微裂缝孔隙度;张涛等^[6]同时应用压汞、核磁共振、图像分析、液体饱和等方法开展研究;于萍等^[7]分别通过吸水实验和氦气法开展了页岩孔隙度测定工作。前期研究初步探索了页岩孔隙度实验的多种方法,保障了勘探开发进程。王世谦^[8]通过分析大量数据指出方法间、实验室内对比效果不甚理想,有必要进行综合对比与优选。总体来看,以往研究工作局限于特定方法的深入讨论,对于方法间数据差异的来源和理论分析还有待细化。

本文通过氩离子抛光-扫描电镜分析、压汞-氮气吸附联测等,明确样品矿物组成、孔隙结构和渗吸特征,开展了氦气法、液体饱和法(酒精法)及图像分析法的孔隙度比对实验。结合比对结果和样品损伤情况以及不同方法的实验原理,研究其在四川盆地龙马溪组页岩中的适用性,并探讨了烘干温度、稳定时间等实验条件的影响,为页岩孔隙度实验方法优选和改进提供理论依据。

1 实验部分

1.1 样品采集

样品采自于四川盆地内川东南低陡构造带永川新店子背斜的YY-9井,龙马溪组页岩厚度78m,以1m间隔取样69件作为本次实验样品。其有机质含量丰富,总有机碳(TOC)平均含量为2.37%,最高可达6.06%;热演化程度相近,已达到高-过成熟阶段,镜质体反射率(R_o)介于2.70%~3.05%之间。

1.2 仪器设备

所有实验测试工作均在页岩气评价与开采四川省重点实验室进行。采用设备包括Axio Scope A1偏光显微镜、X'Pert Powder X射线衍射仪、PECS II氩离子抛光仪、Sigma 300场发射扫描电镜、Auto Pore 9500压汞仪、ASAP 2460比表面分析仪、METTLER TOLEDO AL204天平、PHI-220型孔隙度测定仪、Helios Nano Lab 660聚焦离子束扫描电镜、Phoenix nanotom M型CT扫描仪等。

1.3 实验方案

取不同深度的样品明确矿物组成、孔隙结构和渗吸特征,再进行方法间的孔隙度比对实验,最后对

采用不同方法测定孔隙度后的样品开展孔隙结构研究,探讨样品的损伤程度。

1.3.1 样品特征分析

块状样品磨制为厚0.03mm薄片,在显微镜下进行薄片鉴定。粉末样品磨至200目,用X射线衍射仪进行全岩矿物分析明确矿物组成。将氩离子抛光处理后的2~4mm大小的块状样品在扫描电镜下观察,划分孔隙类型;再用块状样品进行压汞测试,取80~100目粉末在40℃条件下烘干4h后进行氮气吸附实验,联合测定后得到孔径分布情况。将块状样品置于液体中,根据不同时间的质量变化绘制曲线,以研究其渗吸特征。

1.3.2 孔隙度不同测定方法比对实验

在不同深度钻取直径为2.54cm的柱塞样,先进行氦气法孔隙度实验,再将柱塞样切为两段,分别采用液体饱和法(酒精法)、图像分析法测定其孔隙度,对不同方法测得的孔隙度结果以及液体饱和法(酒精法)实验前后的样品孔隙结构进行对比,结合实验原理确定各种方法的使用效果。

(1) 氦气法

依据波义耳定律,以吸附性能差、分子小的氦气作为测试气体,分别由双室法、单室法测定颗粒体积和孔隙体积,再求取孔隙度的方法称为氦气法孔隙度实验。选取长度3cm以上、两端面平行且垂直于轴线的柱塞样^[9],在60℃条件下烘干后测定其氦气法孔隙度。

(2) 液体饱和法(酒精法)

为避免黏土矿物的水化作用影响孔隙度结果^[6],选用酒精作为测试流体,将样品在60℃条件下烘干称重,置于实验装置中,抽真空至 7×10^{-4} Pa,在20MPa下加压饱和酒精24h,再取出样品,称量其饱和质量以及浸没于酒精中的质量,根据阿基米德原理计算酒精法孔隙度作为液体饱和法数据。

这里未采用核磁共振和压汞实验测定孔隙度,是因为黏土矿物中大量层间水产生的核磁信号会导致核磁孔隙度偏大^[10],而页岩颗粒粒径对核磁共振孔隙度结果也有影响^[11];受进汞压力限制,汞难以进入2.98nm以下的孔隙空间^[12],压汞孔隙度是偏小的,并且进汞过程中容易产生人工裂缝,影响结果准确性。

(3) 图像分析法

首先钻取直径为1mm的小样放在载物台上旋转360°,以600nm分辨率进行扫描,X射线穿透物体后可获得大量CT图像。完成三维模型重构后,

使用 VG Studio Max 软件以灰度阈值分割^[13],对孔隙空间进行提取和统计^[14-16]。再在干酪根区域选取 $15\mu\text{m} \times 15\mu\text{m} \times 7\mu\text{m}$ 的子样,用离子束垂直表面切割得到 5~20nm 厚的连续切片,以 7nm 的分辨率识别有机质孔隙,计算其占干酪根的体积百分比。将有机质孔隙体积百分比修正至 CT 扫描的尺度后,可计算得到孔隙度数据^[17]。

1.3.3 样品损伤情况分析

将进行了液体饱和法(酒精法)孔隙度实验的样品,磨制成 80~100 目粉末,烘干后再次进行氮气吸附实验,并与孔隙度实验前孔隙结构进行比较、分析,明确样品在孔隙度实验中的损伤情况。

2 结果与讨论

2.1 页岩样品特征

2.1.1 矿物组成

黏土矿物、石英、碳酸盐矿物和长石是龙马溪组页岩的主要矿物类型,纵向上随深度增加,具有石英含量递增而黏土矿物含量逐渐减少的规律。黏土矿物种类主要是伊利石、绿泥石和伊蒙混层,在偏光显微镜下为黄褐色,(纹)层状构造明显。石英和长石在显微镜下难以区分,呈棱角状、细小粒状零散分布于隐晶或微晶的黏土矿物集合体中。其他矿物包括黄铁矿、菱铁矿和海绿石等,呈团块状、条带状在局部聚集,偶见具有定向展布的细小片状云母。

2.1.2 孔隙结构

样品经氩离子抛光处理后,在扫描电镜图像上识别出三类孔隙:有机质孔隙、黏土矿物孔隙和脆性矿物孔隙。有机质孔隙属次生成因,是有机质在高演化阶段裂解产生,数量众多,平面上呈椭圆或不规则状,空间上由细小的喉道连通,内部结构复杂。黏土矿物孔隙主要是片状黏土矿物集合体中发育的层间缝和微裂缝。脆性矿物孔隙则是石英、长石、碳酸盐矿物等的溶蚀孔和粒间孔。四川盆地涪陵气田龙马溪组页岩还存在构造裂缝作为第四类储集空间^[2],但容易被有机质充填。

高压压汞和氮气吸附均被用于表征孔隙结构^[18-22]。实验选取 7 件页岩样品进行压汞和氮气吸附实验,按照《页岩全孔径分布的测定 压汞-吸联合法》(NB/T 14008—2015)规定,以 6nm 为衔接点将压汞测得的大-中孔孔径分布和氮气吸附测得的中-微孔孔径分布数据进行归一化计算和拼接,得到样品全孔径分布如图 1 所示,可见微孔(孔径 < 2nm)和介孔(孔径 < 50nm)占绝对优势。

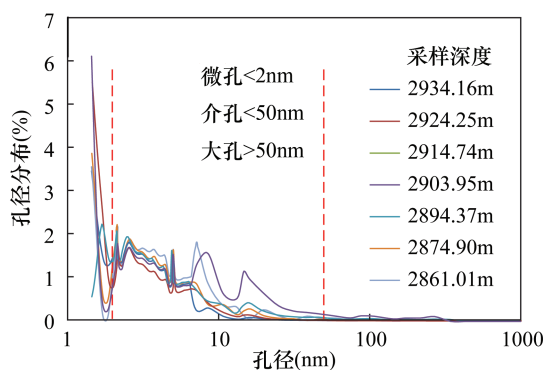


图1 龙马溪组页岩孔径分布

Fig. 1 Pore diameter distribution of shale in the Longmaxi Formation

2.1.3 渗吸曲线

自然状态下流体通过某种机理侵入岩石基质的过程称为自发渗吸,吸收液体与样品质量的比值即为自吸率。20℃时页岩样品在不同液体中的自吸曲线初期上升较快,随后上升速率减慢、形态逐渐平稳,最终在酒精、蒸馏水和 5% 浓度的氯化钾溶液中的自吸率分别仅为 0.94%、0.89%、0.79%。氮气吸附测得该样品孔容为 $0.01477\text{cm}^3/\text{g}$,温度 20℃时酒精、蒸馏水和 5% 浓度的氯化钾溶液密度分别为 $0.799\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.05\text{g}/\text{cm}^3$,孔隙中充满三种液体产生的质量变化应当介于 1.18%~1.55%。说明无外界压力驱动时,各种液体都难以通过自发渗吸作用充满孔隙空间。这是由于样品中总有机碳(TOC)含量高,有机孔是主要储集空间之一^[23],页岩颗粒对有机溶剂润湿亲和力和较强,呈弱油湿特征,酒精能进入微孔内,但有机孔形态复杂、孔道迂曲度大导致渗吸速率偏慢,需要较长的时间才能达到稳定;黏土矿物含量高使得块状页岩表面有强亲水性^[24],但黏土矿物水化会堵塞孔隙^[25]、形成中等偏强的水敏损害,降低渗流能力。

2.2 孔隙度不同测定方法适用性分析

2.2.1 氮气法实验条件

(1) 烘干温度

样品烘干是孔隙度实验必须的前处理步骤,岩样中的水分包括可动水、毛细管束缚水、闭孔束缚水、黏土束缚水和黏土结构水,其中可动水和毛细管束缚水存在于孔隙空间内。蒋裕强等^[26]研究认为在 80℃ 以下主要损失可动水和毛细管束缚水,80~120℃ 基本不损失水,120℃ 以上主要损失黏土束缚水。《页岩氮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 115℃ 和

60℃,烘干温度越高则相应的孔隙度结果越大^[27]。将10件样品在60℃条件下烘干,发现24h后质量变化均已小于0.2‰,达到恒重状态。Perth盆地的实践^[28]也表明页岩孔隙内的水分在60℃下即可完全除去,温度过高可能会改变孔隙结构。因此推荐页岩样品的烘干温度以60℃为宜。

(2) 稳定时间及注入压力

页岩样品孔喉细小,微孔和介孔占绝对优势。氦气在形态复杂的有机质孔隙内扩散速度较慢,压力达到平衡前,孔隙度结果与稳定时间呈正相关关系(图2)。将氦气充满孔隙空间所需的时间称为平衡时间,柱塞样长度越小、渗透率越高,则平衡时间越短。注入压力也会影响平衡时间:在柱塞样上下游设置初始压差0.8MPa,逐步提高上游注入压力,发现平衡时间明显减少(图3),即注入压力越大,气体分子越能快速进入并充满孔隙^[29]。《岩心分析方法》(GB/T 29172—2012)规定注入压力范围为0.689~1.378MPa,在此区间内可尽量提高压力来缩短所需平衡时间,以加快孔隙度实验速率,但设置的稳定时间应该接近或超过平衡时间,否则会导致孔隙度测定结果偏低。

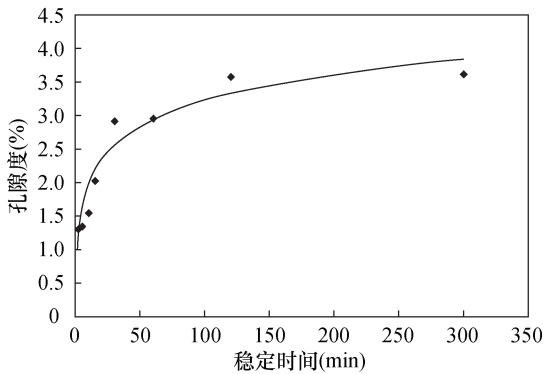


图2 不同稳定时间下的孔隙度

Fig. 2 Porosity results under different settling time

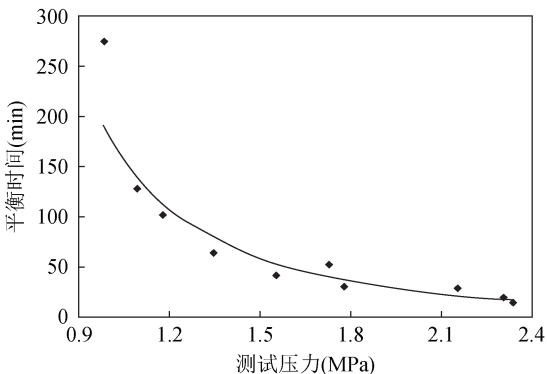


图3 不同测试压力下的平衡时间

Fig. 3 Balance time under different test pressure

2.2.2 液体饱和法(酒精法)样品损伤情况

饱和和酒精前后样品的氮气吸附等温线如图4所示,吸附和脱附曲线在高压部分不重合形成吸附回线,饱和酒精前后迟滞环特征一致,属于IUPAC(国际纯粹和应用化学联合会)分类方案的H2b型,即孔隙形态保持为墨水瓶状无变化。吸附曲线均为II型,但饱和酒精后吸附曲线向下偏移,说明孔隙体积发生变化,吸附量减小。

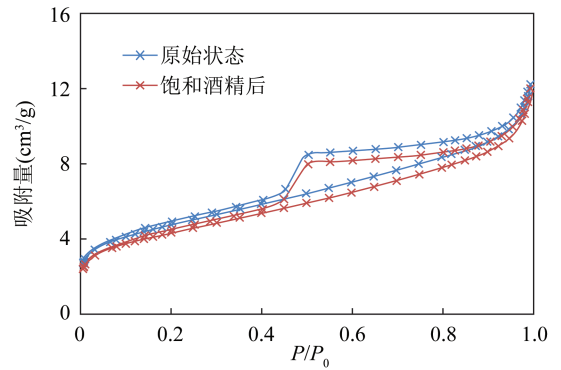


图4 龙马溪组页岩氮气吸附等温线

Fig. 4 Adsorption isotherms of shale in the Longmaxi Formation

杨海等^[30]用蒸馏水饱和页岩样品后发现,在黏土矿物膨胀应力和矿物颗粒溶蚀作用的影响下,裂缝体积分数和总表面积明显增加,CT扫描图像上清晰可见原始裂缝的扩张、延伸和新裂缝的产生。总之,液体加压饱和过程会对页岩孔隙结构产生不可逆改变,导致孔隙度结果偏离真实值^[31]。

2.2.3 孔隙度测定结果比对

从不同深度随机选取25件页岩样品,分别采用氦气法、液体饱和法(酒精法)测定其孔隙度,结果如图5所示,氦气法孔隙度介于0.83%~5.98%,平均值为3.08%;液体饱和法(酒精法)孔隙度分布在1.45%~6.27%,均值为4.06%,二者趋势一致。但对于液体饱和法(酒精法)的真空加压饱和过程中孔隙结构产生了不可逆改变,尤其针对四川盆地龙马溪组页岩,孔隙空间的微小扩张能使孔隙度明显增大,因此液体饱和法(酒精法)测定的孔隙度在低值区间偏高。

采用图像分析法测定3件样品孔隙度结果分别为1.58%、2.76%、6.02%,与氦气法数据吻合较好,绝对差值均小于0.5%,获取的高分辨率图像可提供直观的孔隙空间特征。页岩气藏评价,特别是储量计算时,不连通的孔隙空间并无意义,但目前图

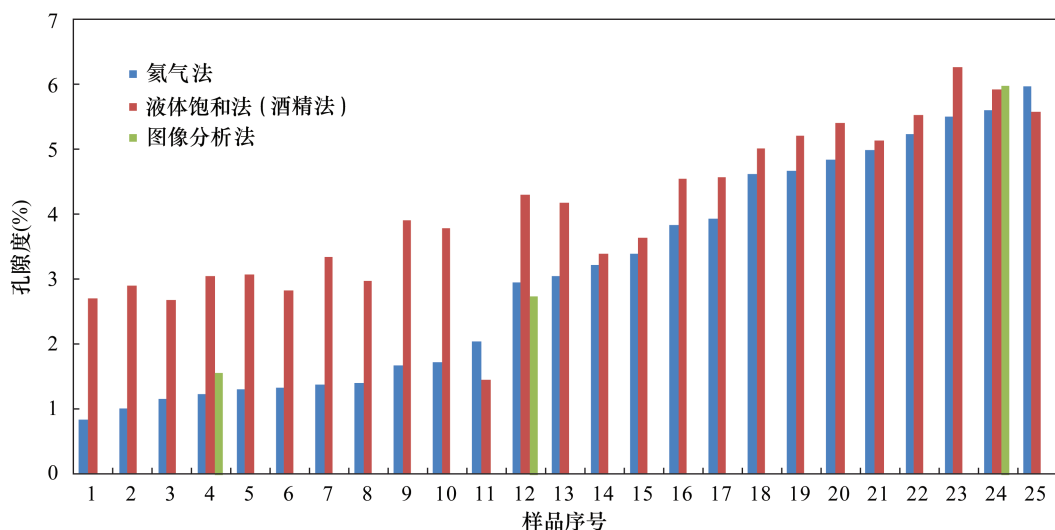


图5 不同方法孔隙度测试结果

Fig. 5 Porosity measured by different methods

像分析法在自动提取、统计分析时不能区分连通孔隙和不连通孔隙,且忽略了矿物基质中微孔和介孔,其孔隙度数据并不完全可靠。

3 结论

研究表明四川盆地龙马溪组页岩黏土含量高、有机质孔隙发育、孔隙细小且形态复杂,页岩样品块体亲水、颗粒亲油。在测定孔隙度常用的三种方法中,液体饱和法(酒精法)的加压饱和过程改变孔隙结构;图像分析法忽略了矿物基质中的微孔和介孔,且不能区分连通孔隙和不连通孔隙;氦气法不损伤岩心,适用于孔隙结构复杂的龙马溪组页岩。宜选用形状规则、长度不小于3cm的柱塞样,在60℃下烘干后,以氦气为测试气体进行孔隙度实验,设置的稳定时间不应少于所需平衡时间,可通过提高注入压力的方式来加快实验速率。

本文结合龙马溪组页岩样品特征,通过实验分析不同孔隙度测定方法的适用性,对提升孔隙度数据准确性和加快实验速率提出了建议。该项工作可为页岩孔隙度相关标准制修订和页岩气储量准确计算提供参考。

致谢: 页岩气评价与开采四川省重点实验室刘虎高级工程师在论文写作方面提出了宝贵建议,曹茜高级工程师在孔隙结构部分给予了深入指导,在此深表感谢!

4 参考文献

- [1] 邹才能,董大忠,王社教,等. 中国页岩气形成机理、地质特征及资源潜力[J]. 石油勘探与开发, 2010, 37(6):641-653.
Zou C N, Dong D Z, Wang S J, et al. Geological characteristics, formation mechanism and resource potential of shale gas in China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2010, 37(6):641-653.
- [2] 龙胜祥,彭勇民,刘华,等. 四川盆地东南部下志留统龙马溪组一段页岩微-纳米观地质特征[J]. 天然气工业, 2017, 37(9):23-30.
Long S X, Peng Y M, Liu H, et al. Micro- and nano-scale geological characteristics of the shale in the first member of lower Silurian Longmaxi Fm in SE Sichuan Basin[J]. Natural Gas Industry, 2017, 37(9):23-30.
- [3] 曹茜,王兴志,戚明辉,等. 页岩油地质评价实验测试技术研究进展[J]. 岩矿测试, 2020, 39(3):337-349.
Cao Q, Wang X Z, Qi M H, et al. Research progress on experimental technologies of shale oil geological evaluation[J]. Rock and Mineral Analysis, 2020, 39(3):337-349.
- [4] 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 J M, Zong C L, Dong X, et al. Porosity measurement of crushed shales using NMR [J]. Well Logging Technology, 2017, 41(5):512-516.
- [5] 李磊,郝景宇,肖继林,等. 微米级X射线断层成像技术对四川元坝地区页岩微裂隙的定量表征[J]. 岩矿测试, 2020, 39(3):362-372.

- Li L, Hao J Y, Xiao J L, et al. Quantitative characterization of shale micro - fracture in the Yuanba area of the Sichuan Basin by micro X - ray tomography[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2020, 39(3) : 362 - 372.
- [6] 张涛, 张希巍. 页岩孔隙定性与定量方法的对比研究[J]. *天然气勘探与开发*, 2017, 40(4) : 34 - 43.
- Zhang T, Zhang X W. Comparative study on qualitative and quantitative methods for shale pore characterization[J]. *Natural Gas Exploration and Development*, 2017, 40(4) : 34 - 43.
- [7] 于萍, 张瑜, 闫建萍, 等. 四川盆地龙马溪组页岩吸水特征及3种页岩孔隙度分析方法对比[J]. *天然气地球科学*, 2020, 31(7) : 1016 - 1027.
- Yu P, Zhang Y, Yan J P, et al. The characteristics of water uptake and the comparative studies on three methods of determining porosity in organic - rich shale of Longmaxi Formation in Sichuan Basin[J]. *Natural Gas Geoscience*, 2020, 31(7) : 1016 - 1027.
- [8] 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 S Q. Correlation of shale core analysis results and its influencing factors[J]. *Natural Gas Industry*, 2020, 40(1) : 160 - 174.
- [9] 陈思宇, 田华, 柳少波, 等. 致密储层样品体积测量对孔隙度误差的影响[J]. *石油实验地质*, 2016, 38(6) : 850 - 856.
- Chen S Y, Tian H, Liu S B, et al. Influence of bulk volume measurement on porosity error in tight reservoir core plug analysis[J]. *Petroleum Geology & Experiment*, 2016, 38(6) : 850 - 856.
- [10] 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 X, Liu P, Luo Y Y, et al. Analysis of influencing factors on porosity measurement of shale gas core[J]. *Progress in Geophysics*, 2015, 30(5) : 2181 - 2187.
- [11] 高效曾. 核磁共振孔隙度和岩性有关[J]. *测井技术*, 1998(4) : 71 - 74.
- Gao X Z. NMR porosity is related with lithology[J]. *Well Logging Technology*, 1998(4) : 71 - 74.
- [12] 朱晴, 乔向阳, 张磊. 高压压汞在致密气藏孔喉分布表征和早期产能评价中的应用[J]. *岩矿测试*, 2020, 39(3) : 373 - 383.
- Zhu Q, Qiao X Y, Zhang L. Application of high - pressure mercury injection in pore - throat distribution characterization and early productive evaluation of tight gas reservoir[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2020, 39(3) : 373 - 383.
- [13] 苟启洋, 徐尚, 郝芳, 等. 纳米 CT 页岩孔隙结构表征方法研究——以 JY - 1 井为例[J]. *石油学报*, 2018, 39(11) : 1253 - 1261.
- Gou Q Y, Xu S, Hao F, et al. Characterization method of shale pore structure based on nano - CT: A case study of Well JY - 1[J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2018, 39(11) : 1253 - 1261.
- [14] 戚明辉, 李君军, 曹茜. 基于扫描电镜和 JMicroVision 图像分析软件的泥页岩孔隙结构表征研究[J]. *岩矿测试*, 2019, 38(3) : 260 - 269.
- Qi M H, Li J J, Cao Q. The pore structure characterization of shale based on scanning electron microscopy and JMicroVision[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2019, 38(3) : 260 - 269.
- [15] 白名岗, 夏响华, 张聪, 等. 场发射扫描电镜及 PerGeos 系统在安页 1 井龙马溪组页岩有机质孔隙研究中的联合应用[J]. *岩矿测试*, 2018, 37(3) : 225 - 234.
- Bai M G, Xia X H, Zhang C, et al. Study on shale organic porosity in the Longmaxi Formation, AnYe - 1 well using field emission - scanning electron microscopy and PerGeos system[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2018, 37(3) : 225 - 234.
- [16] Keller L M, Schuetz P, Erni R, et al. Characterization of multi - scale microstructural features in Opalinus Clay[J]. *Microporous & Mesoporous Materials*, 2013, 170 : 83 - 94.
- [17] 贾宁洪, 吕伟峰, 常天全, 等. 高效无损岩心孔隙度精确测量新方法[J]. *石油学报*, 2018, 39(7) : 824 - 828, 844.
- Jia N H, Lyu W F, Chang T Q, et al. A new method for precisely measuring core porosity with high efficiency and no destruction[J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2018, 39(7) : 824 - 828, 844.
- [18] 胡钦红, 张宇翔, 孟祥豪, 等. 渤海湾盆地东营凹陷古近系沙河街组页岩油储集层微米 - 纳米级孔隙体系表征[J]. *石油勘探与开发*, 2017, 44(5) : 681 - 690.
- Hu Q H, Zhang Y X, Meng X H, et al. Characterization of micro - nano pore networks in shale oil reservoirs of Paleogene Shahejie Formation in Dongying Sag of Bohai Bay Basin, East China[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2017, 44(5) : 681 - 690.
- [19] 杨峰, 宁正福, 胡昌蓬, 等. 页岩储层微观孔隙结构特征[J]. *石油学报*, 2013, 34(2) : 301 - 311.
- Yang F, Ning Z F, Hu C P, et al. Characterization of microscopic pore structures in shale reservoirs[J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2013, 34(2) : 301 - 311.
- [20] Brunauer S, Deming L S, Deming W E, et al. On a theory of the van der Waals adsorption of gases[J]. *Journal of*

- the American Chemical Society, 1940, 62 (7): 1723 - 1732.
- [21] Thommes M, Kaneko K, Neimark A V, et al. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report) [J]. Chemistry International Newsmagazine for IUPAC, 2016, 38(1): 25.
- [22] 郭旭升, 李宇平, 刘若冰, 等. 四川盆地焦石坝地区龙马溪组页岩微观孔隙结构特征及其控制因素[J]. 天然气工业, 2014, 34(6): 9 - 16.
Guo X S, Li Y P, Liu R B, et al. Characteristics and controlling factors of micro-pore structures of Longmaxi shale play in the Jiaoshiaba area, Sichuan Basin [J]. Natural Gas Industry, 2014, 34(6): 9 - 16.
- [23] 王玉满, 王宏坤, 张晨晨, 等. 四川盆地南部深层五峰组—龙马溪组裂缝孔隙评价[J]. 石油勘探与开发, 2017, 44(4): 531 - 539.
Wang Y M, Wang H K, Zhang C C, et al. Fracture pore evaluation of the Upper Ordovician Wufeng to lower Silurian Longmaxi Formations in southern Sichuan Basin, SW China [J]. Petroleum Exploration and Development, 2017, 44(4): 531 - 539.
- [24] 张峰, 荣莽, 乌效鸣, 等. 陆相与海相页岩水相润湿渗吸特征[J]. 科学技术与工程, 2019, 19(32): 126 - 132.
Zhang F, Rong M, Wu X M, et al. Characteristics of wettability and imbibition between continental and marine shale [J]. Science Technology and Engineering, 2019, 19(32): 126 - 132.
- [25] 薛华庆, 周尚文, 蒋雅丽, 等. 水化作用对页岩微观结构与物性的影响[J]. 石油勘探与开发, 2018, 45(6): 1075 - 1081.
Xue H Q, Zhou S W, Jiang Y L, et al. Effects of hydration on the microstructure and physical properties of shale [J]. Petroleum Exploration and Development, 2018, 45(6): 1075 - 1081.
- [26] 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 Y Q, Fu Y H, Xie J, 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.
- [27] 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 Y H, Sima L Q, Zhang K C, et al. Preliminary study and comparison of shale core gas - porosity test parameters [J]. Special Oil & Gas Reservoirs, 2018, 25(3): 144 - 148, 174.
- [28] Testamanti M N, Rezaee R. Determination of NMR T2 cut-off for clay bound water in shales: A case study of Carynginia Formation, Perth Basin, western Australia [J]. Journal of Petroleum Science & Engineering, 2017, 149: 497, 503.
- [29] 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.
- [30] 杨海, 石孝志, 尹丛彬, 等. 不同类型液体水化作用下海相页岩巴西劈裂破坏特征[J]. 天然气工业, 2020, 40(5): 72 - 80.
Yang H, Shi X Z, Yin C B, et al. Brazilian tensile failure characteristics of marine shale under the hydration effect of different fluids [J]. Natural Gas Industry, 2020, 40(5): 72 - 80.
- [31] 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 S W, Dong D Z, Zhang J H, et al. Optimization of key parameters for porosity measurement of shale gas reservoirs [J]. Natural Gas Industry, 2021, 41(5): 20 - 29.

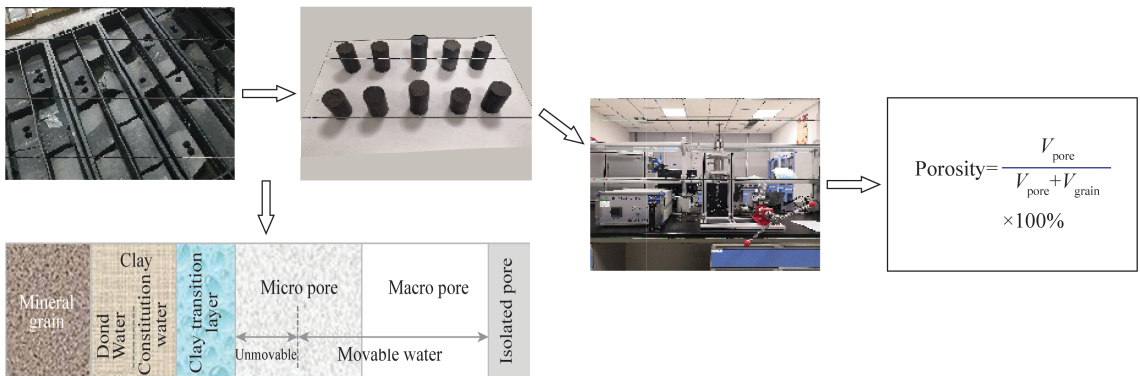
Study on Porosity Measurement Determination Methods of a Shale Reservoir in the Longmaxi Formation, Sichuan Basin

WENG Jianqiao^{1,2,3}, LI Xiawei^{1,2,3}, QI Minghui^{1,2,3}, ZHANG Yeyu^{1,2,3}, WANG Yu^{1,2,3}, ZHANG Wei^{1,4}

- (1. Shale Gas Evaluation and Exploitation Key Laboratory of Sichuan Province, Chengdu 610091, China;
2. Technology Innovation Center of Shale Gas Exploration and Development in Complex Structural Areas, Ministry of Natural Resources, Chengdu 610091, China;
3. Sichuan Keyuan Testing Center of Engineering Technology, Chengdu 610091, China;
4. Institute of Exploration and Development, PetroChina Southwest Oil and Gas Field Company, Chengdu 610213, China)

HIGHLIGHTS

- (1) Shale reservoirs in the Longmaxi Formation have high clay content and abundant small organic pores. Pressurized saturation process of extraneous liquid leads to deviated porosity results.
- (2) Shale samples can be dried to a constant weight under 60°C. Bond water and structure water in clay minerals will be removed under higher temperature, thus damaging the pore structure.
- (3) Settling time of helium porosity measurement is suggested to exceed the needed balance time. Higher inlet pressure helps accelerate the experiment process.



ABSTRACT

BACKGROUND: Porosity is a key parameter for exploration and evaluation of shale gas reservoirs. Rapid and accurate determination of shale porosity is crucial for reserve calculation. At present, there are helium gas method, liquid saturation method and image analysis method applied to shale porosity determination, but the comparison between methods and laboratories is lacking.

OBJECTIVES: To evaluate the applicability of different methods for determining shale porosity.

METHODS: The characteristics of 69 shale samples from the Longmaxi Formation were studied by analyzing and testing techniques such as X-ray diffraction, argon ion polishing-scanning electron microscopy, and mercury injection-nitrogen adsorption method. Comparison experiments for porosity measurement were conducted among helium method, liquid saturation method and image analysis method.

RESULTS: The Longmaxi Formation shale had high clay content, many organic pores, small pore throats, and poor seepage capacity, which made it difficult for foreign liquids and gases to quickly enter the pores, which required high resolution of core image data. The liquid saturation method (alcohol method) used 20MPa pressure to saturate the sample for 24 hours, resulting in core damage, and the measured porosity deviated from the true value. The image analysis method ignored the micropores (pore size < 2nm) and mesopores (pore size < 50nm) in the mineral matrix and other factors, making the porosity measurement result unreliable. The porosity measurement result of the helium method was closely related to the drying temperature and stabilization time. The higher the temperature, the larger the measured porosity, and if the stabilization time is too short, the porosity result will be smaller than the real values.

CONCLUSIONS: After drying the core at 60°C for more than 24 hours to a constant weight, by setting a reasonable stabilization time, accurate porosity results can be obtained by the helium method. Properly increasing the injection pressure helps to speed up the experimentation rate.

KEY WORDS: shale porosity; nitrogen adsorption; sample damage; helium method; drying temperature; settling time