



## 页岩样品粒径对气体吸附测试的影响

谷渊涛<sup>1,2</sup> 万泉<sup>1\*</sup> 覃宗华<sup>1</sup> 李姗姗<sup>1,2</sup> 傅宇虹<sup>1,2</sup> 杨美稚<sup>1,2</sup> 俞忠彬<sup>1,2</sup>

1. 中国科学院地球化学研究所 矿床地球化学国家重点实验室, 贵州 贵阳 550081;

2. 中国科学院大学, 北京 100049

在页岩气储层评价体系中, 储层孔隙特征(如孔隙度等)是一项重要的评价指标(蒋裕强等, 2010; 董大忠等, 2011; 李玉喜等, 2011)。纳米孔隙作为页岩气生成储集的主要空间, 控制着页岩气的存在方式和渗流机理(非达西渗流), 影响页岩储层的含气性, 是页岩气储层的本质特征。

页岩气储层中的纳米孔隙十分复杂, 造成孔隙特征研究较大的困难。多种技术方法如成像法、气体吸附法、散射技术等已经应用于页岩气储层孔隙系统的研究中。其中低温(77K)N<sub>2</sub>吸附能够较为准确地表征从0.35nm到100nm范围内的孔隙的比表面积、孔尺寸、孔体积、孔径分布等参数, 是目前页岩气储层纳米孔隙系统定量表征的常用方法之一。虽然气体吸附法已经广泛应用于页岩气储层纳米孔隙特征研究, 但关于一些基本测试条件(样品粒径、脱气温度等)对吸附结果影响的研究还很少。例如, 前人对页岩样品的气体吸附研究所采用的样品粒径各不相同, Chalmers 和 Clarkson 所采用的粒径均为 250um(Chalmers et al, 2012; Clarkson et al, 2013), 陈尚斌采用的粒径为 200um(陈尚斌等, 2012), 谢晓勇采用块体样品(约 3mm)进行测试(谢晓勇等, 2006)。目前已知粒径会对气体吸附测试结果造成较大影响(吉利明等, 2012; Chen et al, 2015), 但规律仍不清楚。本文在前人研究的基础上, 通过对页岩样品进行不同粒径的低温 N<sub>2</sub>吸附测试, 初步探索样品粒径对孔隙特征测试结果的影响以及有机质在样品破碎过程中对孔隙的影响。

采集了贵州遵义(ZY)下寒武统牛蹄塘组 2 个黑色页岩露头样品和铜仁(TR)九门冲组 3 个黑色页岩钻孔样品。根据 GB/T 19145-2003 《沉积岩中总有机碳的测定》使用有机元素分析仪 vario MACRO cube 完成样品总有机碳(TOC)测试。低温 N<sub>2</sub>吸附实验采用美国 Quantachrome autosorb iQ 全自动气体吸附分析仪完成。将 5 个样品分别破碎筛分, 选取块体(约 3mm)、20-40 目、60-80 目、100-140 目、200 目以下 5 个粒度范围进行低温 N<sub>2</sub>吸附。首先将样品在 60℃下烘干, 称取约 0.3g 样品在 150℃下脱气 4h, 之后在相对压力为 10<sup>-6</sup>~0.99 的范围内进行低压 N<sub>2</sub>吸附测试。采用多点 BET(Brunauer-Emmett-Teller)方法计算样品比表面积, 采用 DFT 模型获得样品的孔体积、微孔(<2nm)体积及介孔(2~50nm)体积。

比较样品 TOC 测试结果可以看出, 遵义露头样品的 TOC 总体要高于铜仁钻孔样品, 钻孔样品从浅至深 TOC 逐渐增加。由不同粒径样品的吸附等温线可以看出, 粒径较大(约 3mm)的样品吸附等温线和脱附等温线均不闭合, 这可能是由于在脱附过程中部分吸附质被捕获而不能完成脱附, 造成较难达到脱附平衡。由于块体样品(约 3mm)中的部分孔隙不能与外界连通或者通道较为复杂, 导致气体进入困难或无法进入, 造成测试时间较长, 测试结果不能真实反映样品中的孔隙特征。遵义露头块体样品的吸附量要明显小于其他粒径样品的吸附量; 20-40 目、60-80 目、100-140 目粒级的样品吸附量差别不大, 这可能是由于纳米孔隙连通性较好, 气体可到达孔隙随粒径减小并没有明显的增加; 200 目以下粒径的样品吸附量略有增加, 这可能是样品中的一些孤立孔隙被打开所造成的。铜仁钻孔样品各个粒径的样品吸附量没有统一的变化规律。

如图 1 所示, 不同粒径样品的比表面积、孔体积、微孔体积及介孔体积均发生变化。样品粒径从块体(约

3mm) 到 20-40 目, 遵义露头样品比表面积显著增加, 铜仁钻孔样品都只有小幅增加; 粒径继续减小, 比表面积变化较小。孔体积随粒径减小基本呈增加趋势, 增加幅度在块体到 20-40 目和 100-140 目到 <200 目两个阶段尤为显著。介孔体积表现出和孔体积同样的变化趋势, 由此推断孔体积增加主要由介孔所贡献。微孔体积随粒径没有明显的变化规律。

由比表面积、微孔体积、介孔体积与 TOC 的关系得知比表面积、微孔体积与 TOC 呈明显的正相关, 介孔体积与 TOC 呈弱的正相关, 表明有机质是微孔体积和比表面积的主要贡献者。由比表面积与微孔体积、介孔体积的关系得知比表面积与微孔体积呈明显的正相关, 与介孔体积的相关性不明显, 表明微孔是比表面积的主要贡献者。

以上结果表明: (1) 不同的样品粒径会对样品中的孔隙特征造成很大影响, 粒径减小造成比表面积和吸附量的增加是由于岩石内部更多的微观孔隙被暴露出来, 增加了微观孔隙的连通性、孔隙体积; (2) 样品破碎过程显著增加了样品中的介孔孔隙, 对微孔没有明显的影响; (3) 样品的比表面积、微孔体积与 TOC 呈明显的正相关, 介孔体积与 TOC 呈弱的正相关; (4) 样品粒径过大难以真实反映样品中的孔隙特征, 粒径过小可能导致部分孔隙被破坏, 因此建议在相同条件下选择中间粒级进行气体吸附实验。

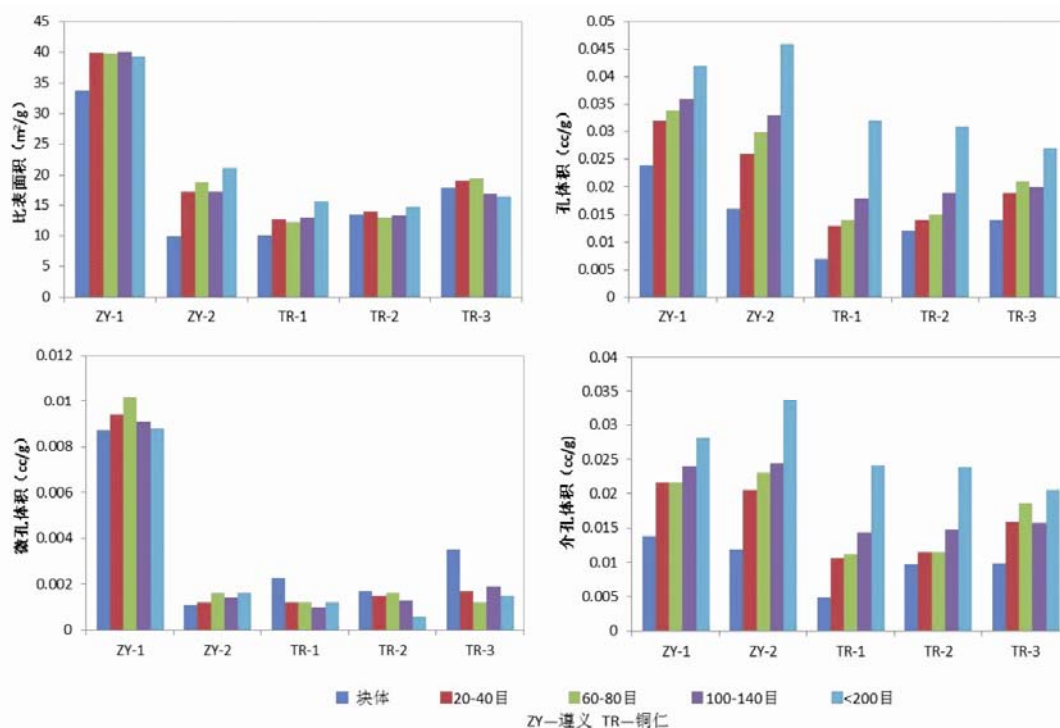


图1 比表面积、孔体积、微孔体积及介孔体积随粒径的变化趋势

## 参考文献

Chalmers G R, Bustin R M, Power I M. Characterization of Gas Shale Pore Systems by Porosimetry, Pycnometry, Surface Area, and Field Emission Scanning Electron Microscopy/Transmission Electron Microscopy Image Analyses: Examples from the Barnett, Woodford, Haynesville, Marcellus, and Doig Units [J]. AAPG Bulletin, 2012, 96(6): 1099-1119.



Chen Y, Wei L, Mastalerz M, et al. The effect of analytical particle size on gas adsorption porosimetry of shale [J]. International Journal of Coal Geology, 2015, 138: 103–112.

Clarkson C R, Solano N, Bustin R M, et al. Pore Structure Characterization of North American Shale Gas Reservoirs Using USANS/SANS, Gas Adsorption, and Mercury Intrusion [J]. Fuel, 2013, 103: 606–616.

陈尚斌, 朱炎铭, 王红岩, 等. 川南龙马溪组页岩气储层纳米孔隙结构特征及其成藏意义 [J]. 煤炭学报, 2012, 37(03): 438–444.

董大忠, 邹才能, 李建忠, 等. 页岩气资源潜力与勘探开发前景 [J]. 地质通报, 2011, 30(2/3): 324–336.

吉利明, 罗鹏. 样品粒度对黏土矿物甲烷吸附容量测定的影响 [J]. 天然气地球科学, 2012, 23(03): 535–540.

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+113–114.

李玉喜, 乔德武, 姜文利, 等. 页岩气含气量和页岩气地质评价综述 [J]. 地质通报, 2011, 30(2/3): 308–317.

谢晓永, 唐洪明, 王春华, 等. 氮气吸附法和压汞法在测试泥页岩孔径分布中的对比 [J]. 天然气工业, 2006, 26(12): 100–102+202–203.

## 涪陵页岩气田的发现及勘探技术

Discovery of Fuling Shale gas Field and Exploration Technology

郭旭升<sup>1</sup>, 李宇平<sup>2</sup>, 王庆波<sup>3</sup>

中国石化勘探分公司 四川 成都 610041

**关键词:** 勘探发现; 气藏特征; 富集理论; 关键技术; 页岩气; 五峰组-龙马溪组; 涪陵页岩气田

中国南方海相页岩气分布领域广, 资源丰富, 与北美商业页岩气田对比, 页岩地层具有时代老、经历多期构造运动、热演化程度高和成藏条件复杂的特点, 不能简单套用北美地区现成的理论和勘探技术方法。从 2007 年开始, 在大量分析测试资料深入研究的基础上, 系统开展南方海相页岩气的理论与技术攻关, 发现了五峰组-龙马溪组深水陆棚相优质页岩气关键参数耦合规律, 提出南方复杂构造区高演化海相页岩气“二元富集”理论认识, 建立了以页岩品质为基础、保存条件为关键、经济性为目的选区评价标准与体系战略选区新思路。以此为指导, 优选川东南涪陵地区下志留统龙马溪组为页岩气勘探首选突破领域。部署的 JY1 井试气获得日产  $20.3 \times 10^4 \text{m}^3$ , 宣告了中国第一个大型商业开发的页岩气田——涪陵页岩气田的发现, 并提交了国内第一块页岩气探明地质储量  $1067.5 \times 10^8 \text{m}^3$ 。涪陵页岩气田储层为海相深水陆棚相优质泥页岩, 厚度大, 分布稳定, 中间无夹层, 是典型的自生自储式页岩气田。气田具有气井产量高、气藏压力高、天然气组分好、试采效果好的特点, 属于中深层、高压、优质天然气藏。气田高产、稳产的控制因素主要有: 富有机质页岩发育, 页岩 TOC 含量高, 生气量大; 页岩发育大量纳米级孔隙, 物性较好, 有利于页岩气赋存; 保存条件好, 页岩