

引用格式:高玉巧,蔡潇,何希鹏,等.页岩气勘探开发实验测试技术挑战与发展方向[J].油气藏评价与开发,2021,11(2):164-175.

GAO Yuqiao, CAI Xiao, HE Xipeng, et al. Challenges and development direction of experimental testing technology for shale gas exploration and development[J]. Reservoir Evaluation and Development, 2021, 11(1): 164-175.

DOI:10.13809/j.cnki.cn32-1825/te.2021.02.004

页岩气勘探开发实验测试技术挑战与发展方向

高玉巧,蔡潇,何希鹏,丁安徐,高和群,吴艳艳,夏威

(中国石化华东油气分公司勘探开发研究院,江苏南京 210019)

摘要:随着中国页岩气工业的蓬勃发展,页岩气地质评价实验测试技术不断完善。国内目前形成了一套以岩心前处理、矿物成分、地球化学、孔隙结构、物理性质、力学性质及含气量为主的七大类技术系列。而页岩储层作为一种细粒沉积,相对于传统砂岩、砾岩、粉砂岩等碎屑岩储层,具有典型低孔、特低渗特征,且天然裂缝及微纳米孔隙发育,由此给页岩气地质评价实验技术带来了4个方面的挑战:即沉积微相多变、成岩演化复杂、孔隙结构表征困难和流体流动机理多元。为进一步加快中国页岩气勘探开发进程,解决实际生产过程中瓶颈和问题,对页岩气地质评价实验测试技术提出了4个方向的展望:①储层精细描述亟待由静态表征向动态演化发展;②储层孔隙及孔隙内流体赋存方式的研究向真实地质条件下的模拟实验发展;③孔隙表征由单一尺度向宏观、微观多尺度融合发展;④基于大数据的实验数据挖掘向产能评价和预测发展,以期为中国页岩气勘探开发技术和理论发展提供重要依据。

关键词:页岩气;地质评价;实验测试技术;孔隙表征;多尺度融合

中图分类号:TE135

文献标识码:A

Challenges and development direction of experimental testing technology for shale gas exploration and development

GAO Yuqiao, CAI Xiao, HE Xipeng, DING Anxu, GAO Hequn, WU Yanyan, XIA Wei

(Research Institute of Exploration and Development, Sinopec East China Oil and Gas Company, Nanjing, Jiangsu 210019, China)

Abstract: With the rapid development of the shale gas industry in China, the shale gas geological evaluation experimental testing technology has been continuously improved. At present, a series of technology, mainly including core pretreatment, mineral composition, geochemistry, pore structure, physical properties, mechanical properties and gas content, has been formed in China. Compared with traditional sandstone, conglomerate, siltstone and other clastic reservoirs, shale reservoir, as a fine-grained deposit, has typical characteristics of low porosity and ultra-low permeability, and the natural fractures and micro nano pores develop. Therefore, it brings four challenges to the experimental technology of shale gas geological evaluation: the sedimentary microfacies are changeable, the diagenetic evolution is complex, the pore structure characterization is difficult and the fluid flow mechanism is diverse. In order to further speed up the progress of shale gas exploration and development in China and solve the bottleneck and problems in the actual production process, four directions are put forward for the experimental testing technology of shale gas geological evaluation, that is, ① the fine description of reservoir urgently needs to be developed from static characterization to dynamic evolution, ② the researches of reservoir pore and fluid occurrence mode in pore develop into simulation experiment under real geological conditions, ③ the porosity characterization develops from single scale to macro-micro multi-scale integration, ④ experimental data mining based on big data develops into capacity evaluation and prediction. All these are expected to provide reference for the development of the shale gas exploration and development technology and theory in China.

Key words: shale gas, geological evaluation, experimental testing technology, pore characterization, multiscale fusion

收稿日期:2020-12-18。

第一作者简介:高玉巧(1978—),女,博士,高级工程师,本刊第二届编委会委员,主要从事页岩气勘探开发研究。地址:江苏省南京市建邺区江东中路375号金融城9号楼,邮政编码:210019。E-mail:gaoyq.hdsj@sinopec.com

基金项目:国家科技重大专项“彭水地区常压页岩气勘探开发示范工程”(2016ZX05061);中国石化科技项目“华东探区天然气富集规律与目标评价”(P20059-6)。

页岩气是赋存于富有机质泥页岩及其夹层中,以吸附和游离状态为主要赋存方式的非常规天然气^[1-3]。根据2015年原国土资源部资源评价结果,中国主要盆地和地区页岩气可采资源量为 $21.8 \times 10^{12} \text{ m}^3$,截至2019年4月,累计页岩气探明地质储量已经超过 $1 \times 10^{12} \text{ m}^3$,目前探明率仅4.79%,展现出广阔的资源前景^[4]。经过十余年持续攻关研究,中国南方海相志留系页岩气勘探开发取得了突破性进展,在四川盆地相继发现涪陵、威远、威荣、长宁、昭通等多个页岩气田,对页岩气的富集规律、高产因素、工程条件等认识愈加深入,页岩气地质评价实验测试技术得以迅速发展^[5-8]。

与常规油气聚集不同,页岩气聚集突破了从烃源岩到圈闭的含油气系统概念,聚集动力以烃源岩排烃压力为主,表现为“源储一体”的成藏特征,寻找有效储集体成为页岩气勘探的核心^[9]。因此,对页岩储层的精细描述和刻画显得更为必要。页岩储层作为一种细粒沉积^[10],相对于传统砂岩、砾岩、粉砂岩等碎屑岩储层,其沉积微相、矿物组成、孔隙结构和流体流动机理等均有显著差异,勘探开发实践揭示页岩储层具有典型低孔、特低渗特征(孔隙度 $\varphi < 8\%$,渗透率 $K < 0.1 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$),天然裂缝及微纳米孔隙发育,孔隙结构复杂,非均质性强^[11]。传统的实验分析技术难以全面准确地剖析页岩储层微观特征,一系列更高精度、更小尺度、更广视域的地质实验测试技术应运而生,为页岩气勘探开发进程起到了助推作用^[12-14]。

通过系统调研及全面总结当前页岩气地质评价实验测试技术现状,指出了面临的主要问题和挑战,建立了一套多尺度、多领域的页岩气地质实验测试技术体系,明确了实验技术的发展方向和趋势,以期为中国页岩气勘探开发技术和理论发展提供参考。

1 页岩气勘探开发测试技术现状

页岩气勘探开发测试技术系列主要包括岩心测试样品前处理、矿物成分、地球化学、孔隙结构、岩石物性、岩石力学以及含气量七大类,分别对应地质评价、工程措施、产能预测三大方面,主要技术现状及进展如下所述。

1.1 页岩岩心测试样品前处理技术

不同于常规砂岩储层,页岩储层的矿物组成及

结构特征决定了其特殊的物理性质,主要表现在:

①页岩脆性矿物含量较高,沉积颗粒较细,受到外力作用易碎;②薄片状纹层或层理较发育,井下岩心样品取至地表后,因应力释放易沿页理破裂而产生微裂缝;③泥质含量高,样品取出后遇水较易膨胀;④非均质性强,局部岩性、物性等特征变化快^[15]。

页岩特殊的物理性质为其岩心前处理带来了难度。目前给业界造成困扰的难点主要集中在以下3个方面:①大量实验结果表明,不同的取样位置和取样方式对测试结果影响巨大。如何规范取样流程,保证样品代表性,是页岩实验测试过程中优先考虑的问题。②页岩气勘探开发过程中需要大量的基础实验分析测试,且不同实验项目对样品前处理要求也不尽相同。如何合理规划页岩井下岩心用途,做到既能满足实验分析需求,又能较完整保存岩心地质资料,也是目前一大难题。③大量实验测试项目需要制备不同尺度的柱塞样品。一般的柱塞钻取常使用金属钻头旋转钻进,不仅在钻取过程中可能因震动产生人为裂缝,而且获取完整柱塞的成功率较低。同时由于多使用清水进行循环冷却,不仅污染岩样^[16],还影响测试结果。如何解决柱塞样品的钻取也是当前急需解决的问题。

因此,页岩岩心分析测试的样品前处理流程显得至关重要。在总结多年页岩实验分析经验的基础上,目前形成了一套较为完善的页岩岩心前处理测试流程,主要包括以下步骤:①岩心编录。参照录井的规范要求对岩心样品进行清理、归位和编录。②岩心校深。对岩心样品进行伽马能谱扫描,将岩心实测伽马曲线与单井测井伽马曲线对比,精确实现岩心归位和卡层。③全直径计算机断层扫描(CT)。通过重构的三维数字岩心,检测和观察层理面、裂缝和结核及岩性变化等特征,根据不同实验的样品要求,在岩心上做好标记,记录需要做的实验分析项目,解决页岩非均质性强引起岩心样品的代表性问题。④岩心剖切。使用风冷剖割器或者线切割干切技术对岩心剖切,将三分之一岩心永久保存,并进行双源照相,岩心地质资料数字化。⑤样品制备。在剖切所得的另三分之二岩心中根据前文的标记情况,分类选取样品进行测试,其中柱塞样品的制备采用风冷钻取或线切割干切技术。

1.2 页岩矿物成分分析技术

传统的岩石矿物成分分析技术主要包括X射线

衍射矿物分析(XRD)、薄片鉴定、扫描电镜和能谱分析等。XRD分析仍然是目前定量分析页岩矿物成分最常用最有效的方法之一,石英、黏土矿物及碳酸盐矿物含量是页岩气地质评价的核心参数之一。值得一提的是,在页岩黏土矿物谱图分析时,存在一个长期困扰业内的难题,特别是五峰—龙马溪组页岩以及地层更古老的页岩,处于成岩作用晚期,黏土矿物多为伊利石和较低混层比(小于15%)的伊蒙混层,导致谱图中伊蒙混层和伊利石的衍射峰严重重合,如何对其二者进行准确定量分析显得尤为重要。目前解决这个问题较为合适的方法是,取饱和片(E片)10 Å峰的高度,采用“对称高斯-洛伦兹函数”拟合10 Å峰,调整峰型参数,使拟合峰右侧与自然片(N片)的10 Å峰右侧半高宽处重合,将该拟合峰认定为伊利石峰,在高温片(T片)进行10 Å峰扣背景时,应考虑绿泥石14 Å峰抬高10 Å峰的现象,应将背景线适当往下拉,和左侧往下走的趋势相符。

薄片鉴定则主要用于岩石命名、特殊构造等定性描述,尤其是观察毫米级局部构造和结构特征的有效方法,如对于页岩纹层、层理缝的研究有显著帮助。在实际的页岩气钻井过程中,对岩屑进行准确的岩性识别,对于进一步识别层位有极大的帮助,但是页岩岩屑的薄片制作一直是困扰行业多年的问题。通过标准分样筛将岩屑进行分选,并用超声波清洗器除尘后,将岩屑放入模具中;使用水晶AB胶按照重量比A:B=3:1一次性倒入模具,不可分次间隔倒入,否则会产生分层,影响胶固效果;放入烘箱固结后一次粘贴,再按照常规的薄片制作方法即可得到较好的岩屑薄片。此方法可选用颗粒更小的岩屑样品,一次粘贴也能够解决由于分次粘贴过程中,每次胶的使用量不一致导致中心和周缘岩屑厚度不一致的问题。

扫描电镜和能谱分析则更多用于确定矿物类型和观察矿物晶形,尤其在观察黏土矿物或粉砂至泥

级的碎屑颗粒中起到重要作用。随着中国南方页岩气勘探开发进程加快,页岩气地质评价对页岩矿物成分分析提出了更高的要求,一方面测试技术向更精确、更微观的方向发展,另一方面需要多种技术交叉联用,相互补充。基于扫描电镜和多能谱仪的微区矿物分布分析技术(如扫描电镜矿物定量评价,简称QEMSCAN)已在非常规油气行业中开始应用。通过加载在扫描电镜上的多个能谱仪实现微区的矿物相成像,能够得到矿物分布、矿物百分含量及矿物颗粒形状等信息,为进一步研究矿物与孔隙的关系、矿物压实程度等提供支持。基于扫描电镜—能谱—拉曼的联用技术,使得矿物扫描电镜图像(SEM)、能谱图谱(EDS)及拉曼谱图(Raman)实现了原位观察^[17](图1),其中拉曼谱图反映的矿物晶体结构信息能够有效地弥补能谱图谱使用元素识别矿物的不确定性,这为进一步研究成岩作用及演化规律奠定了基础。

1.3 页岩地球化学分析技术

页岩的总有机碳含量和热成熟度是研究页岩烃源条件的核心参数。页岩总有机碳含量决定了页岩的生烃能力、储集空间和吸附能力,对页岩的含气量起着决定性作用^[18-19]。总有机碳测试的方法包括碳硫测定法、燃烧法、热解气相色谱分析法及氯仿沥青“A”测定法等,目前使用最广泛、测试最准确的方法是碳硫测定法。值得一提的是,岩石热解报告中常会给出一个有机碳含量,它是样品在600℃燃烧后分析计算得到,与总有机碳含量并非同一概念,使用时需注意区分。

页岩有机质成熟度是页岩气资源潜力评价的重要指标,对页岩含气量及吸附气含量均有影响。常用的有机质成熟度指标分为3类:光学指标、化学指标和谱学指标^[20]。①光学指标方法是利用有机质生烃过程中产生各向异性反射率变化、透射光颜色变化或紫外激发荧光色变。最常用的方法是基于光学

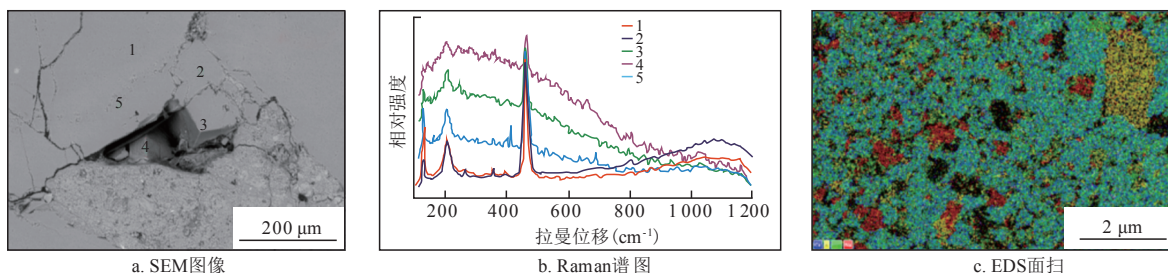


图1 基于扫描电镜—能谱—拉曼的联用技术^[17]

Fig. 1 Coupling technique based on SEM-EDS-Raman^[17]

显微镜直接测试镜质体反射率,是表征烃源岩和煤演化程度最常用的指标,但该方法只适用于具有陆生高等植物生存的泥盆纪以后的沉积地层中的烃源岩,而不能测定不存在镜质组的泥盆纪以前的古生代海相地层中的烃源岩^[21]。针对泥盆纪以前的古生代海相盆地,如四川盆地周缘的五峰—龙马溪组页岩,采用测量固体沥青质体、镜状体或笔石的反射率,再根据特定公式换算得到等效的镜质体反射率(R_o),以此来表征热成熟度。②化学指标方法是利用化学方法获取物质含量、质量浓度信息,由生烃过程原始反应物与产物之间比例关系,得出成熟度演化阶段。理论上比光学性质指标更能反映有机质成熟过程的本质,但对物质分离提纯和设备精度要求较高^[20]。常用的方法有岩石热解参数、可溶物抽提物的化学组成特征、干酪根自由基含量及时间温度指数等。③谱学指标方法是利用有代表性的光谱谱峰信息,反映有机质内部结构信息,是热演化过程中结构变化的直接反映,是指示高演化有机质成熟度最有效的手段^[21]。常用的方法有激光拉曼光谱参数、红外光谱法和激光荧光探针技术等。刘德汉等^[22]通过大量的实验测试,建立了与镜质体反射率等效的两个拉曼参数计算反射率的数学公式,分别适用于成熟至高成熟和过成熟至粒状石墨化以前的两个阶段,解决了传统光学方法难以测定微粒、微量样品或矿物包裹体中固体有机质镜质体反射率的困难,以及高演化阶段的煤和固体沥青等光学非均质性强,难以准确地评价有机质的热演化程度等有关问题。陈尚斌等^[20]认为有机碳质物的激光拉曼光谱参数,适于高一过成熟阶段的烃源岩研究($2.1\% < R_o < 15.0\%$)。

1.4 页岩孔隙结构分析技术

页岩孔隙结构分析技术是研究页岩储层的重要实验手段,是进一步了解页岩气赋存状态和流体渗流机理的基础。随着技术的发展,近年来表征页岩微观孔隙结构的技术方法不断进步,向着全尺度、量化及数字化的方向持续发展^[23-26],大量高精尖的仪器设备投入到该领域中来。经过多年的探索和发展,已经形成了一套从宏观观察到微观描述、从定性分析到定量表征、从二维图像到三维空间的综合评价技术。按照实验原理和方法可以分为观察描述和物理测试两大类。

第一类是以观察描述为主要手段的实验方法,

从成像效果上又可分为二维成像技术和三维成像技术。二维成像技术包括光学显微镜、扫描电子显微镜(SEM)、原子力显微镜(AFM)和氦离子显微镜(HIM)。三维成像技术包括聚焦离子束扫描电子显微镜(FIB-SEM)和微纳米CT等手段,均是直观描述页岩孔隙的大小、几何形态、连通性和充填情况,统计孔隙优势方向和密度,且多是以拍摄照片为主的定性分析。与常规砂岩储层不同,页岩气的储集空间主要包括有机孔、无机孔和微裂缝,其中,有机孔对页岩储集空间的贡献远远高于砂岩储层。因此,对页岩有机孔的观察描述是研究页岩微观孔隙结构的重要组成部分。为了对页岩中大量纳米级孔隙进行高分辨率成像,氦离子抛光和离子镀膜技术得到了广泛运用。

1) 二维成像技术

扫描电子显微镜能够进行页岩样品的高分辨率二维成像,具有样品制备简单、放大倍数高且成像速度快的特点,并且能够搭载其他装置,如常用的X射线能谱仪,使得扫描电镜可同时进行显微组分观察和微区成分分析,是目前页岩微观孔隙结构研究中最常用、最不可或缺的实验技术。原子力显微镜是高分辨率显微镜的另一个重要分支,工作原理上与电子显微镜有着本质的区别。它是通过检测待测样品表面和一个微型力敏感元件之间的极微弱的原子间相互作用力来研究物质的表面结构及性质^[27]。因在成像细节上与扫描电子显微镜有一定的差异,常作为扫描电子显微镜的有力补充,也是页岩表面二维成像的有利手段(图2)。氦离子显微镜(HIM)则是目前已知显微镜中分辨率最高的显微镜之一,绝对分辨率甚至能够达到埃米级,但由于仪器本身造价昂贵,目前油气行业应用还较少。

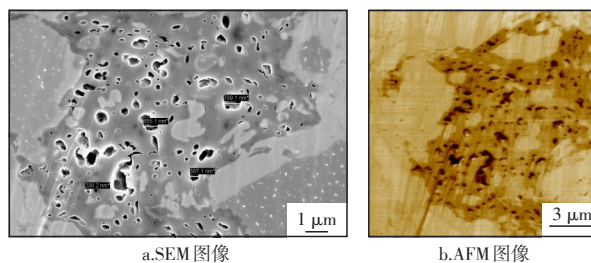


图2 页岩SEM和AFM原位分析图像

Fig. 2 SEM and AFM in-situ analysis images of shale

2) 三维成像技术

随着页岩微观孔隙结构研究的发展,二维成像逐渐向三维成像转变。目前用于页岩三维成像的

技术主要有两种:一种是聚焦离子束+扫描电镜(FIB-SEM)的三维成像,这种方法的优点是基于扫描电镜成像,因此,图像分辨率较高,但是得到的视域较小,不超过数十微米,并且测试周期较长,且对样品是有损的,实验样品无法重复使用;另一种方法是基于X射线显微镜研发的纳米CT,这种方法最大的优点就是测试过程中是无损的,样品可以反复使用,同时能够得到50 nm左右的分辨率,并且视野可以在15~60 μm 之间切换,相对于FIB-SEM,纳米CT的适用性更广。

第二类则是以物理测试为主要手段的实验方法,主要包括吸附法和压汞法,这两种方法是当前定量表征页岩孔径大小及其分布特征最有效的实验手段^[28]。①气体吸附法根据所测孔径范围的不同又可分为 N_2 吸附和 CO_2 吸附两种方法,前者主要用来测试2~50 nm的中孔和100 nm以上的大孔,后者由于 CO_2 在实验条件下比 N_2 更容易进入微孔,测试范围更小、精度更高,主要用来测试小于2 nm的微孔孔隙结构。②压汞法,即对汞施加一定的压力,使汞进入岩石孔隙。由于汞对一般固体不润湿,外压越大,汞能进入的孔半径越小。受限于水银分子大小,压汞法测量范围为6 nm~100 μm ,主要用于介孔和大孔的测量,常作为吸附法的有力补充。将吸附法和压汞法联合应用,即能够有效地表征页岩全孔径分布特征(图3)。除此之外,根据氮气吸附实验的吸附-脱附等温曲线还能够判断孔隙的几何形态,而使用压汞法的毛细管压力曲线则能够判断孔喉类型。

1.5 页岩物性分析技术

页岩储层具有典型低孔、特低渗特征,在页岩物性分析技术中,国外主要采用的方法是页岩的GRI

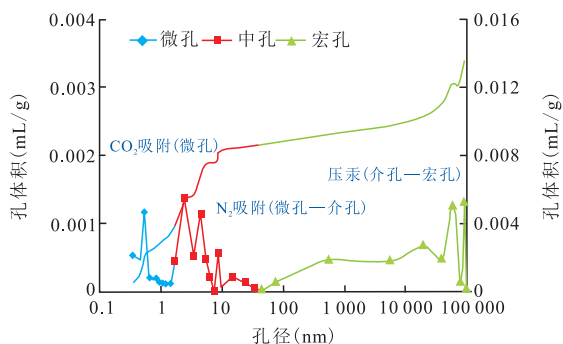


图3 页岩孔径分布的全孔径特征

Fig. 3 Full aperture characteristics of pore size distribution of shale

物性分析方法,该方法是由最初提出的研究机构美国天然气研究协会(Gas Research Institute)命名,主要选自其在1996年发布的GRI-95/0496《页岩储层评价实验室及岩石物理技术进展》报告。该方法并不是单一的一种实验测试方法,而是设计了一套适用于页岩等致密岩石的物性测试流程,得到的物性参数主要包括有效孔隙度、总孔隙度、脉冲柱塞渗透率、脉冲基质渗透率以及含油气饱和度等。

页岩孔隙度的测试在实验室内主要分为两种,即有效孔隙度和总孔隙度,无论哪种孔隙度,均通过测试岩石表观总体积和颗粒体积计算得到。不同的是,有效孔隙度测试使用的是岩石柱塞样品,总孔隙度测试使用的是粉碎后的颗粒样品。总体积的测试方法主要有阿基米德汞浸没法、汞驱替法和游标卡尺法等。由于页岩脆性大,在钻取柱塞的过程中容易产生缺角或使表面凹凸不平,使用传统的游标卡尺不能满足页岩孔隙度测量的精度。而页岩同时又具有较强的敏感性,使用阿基米德法测量又会对页岩样品造成污染。激光3D(三维)扫描技术能够获取样品表面的三维图(图4),通过计算可准确得到样品的总体积。颗粒体积的测试方法则均使用的是波义耳定律双室法,而在进行覆压孔隙度测试时,则直接使用波义耳定律单室法对孔隙体积进行测试。

页岩渗透率的测试目前只有非稳态法中的脉冲衰减法,根据样品的不同状态,可分为柱塞样品压力脉冲衰减法和颗粒样品压力脉冲衰减法。使用柱塞样品进行测试时,气体是从一端流向另一端,有效测试范围为 $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-2} \mu\text{m}^2$ 。使用颗粒样品测试得到渗透率又称为基质渗透率,气体是从颗粒表面进入到内部,有效测试范围为 $1 \times 10^{-15} \sim 1 \times 10^{-6} \mu\text{m}^2$ 。

目前对于页岩气藏含水饱和度的评价方法主要包括:基于测井曲线评估储层尺度的含水饱和度和

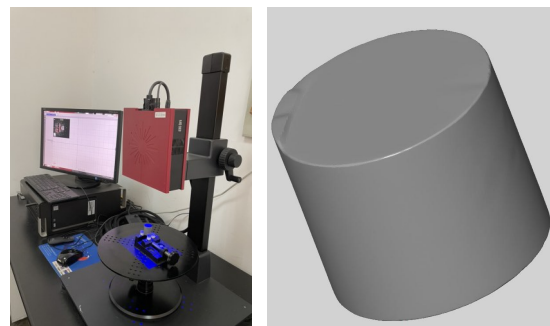


图4 激光3D扫描样品表面三维图

Fig. 4 3D laser scanning of sample surface

基于室内实验测试岩心尺度的含水饱和度。对于常规砂岩储层而言,普遍采用 Archie 公式(储层电阻率与含水饱和度的关系)对测井数据进行换算从而得到含水饱和度。而对于页岩储层而言,由于原始储层水多处于束缚状态,气井产水量极低,地层水电阻率难以确定。同时页岩矿物组成复杂,不同类型矿物(例如黏土或有机质)对储层电阻率也产生影响。因此,对于页岩储层, Archie 公式适用性较差,基于测井数据得到的储层含水饱和度可能存在较大误差,通常需要修正或改进。相比而言,基于室内实验评价页岩尺度的含水饱和度更为准确,主要的实验测试方法有 Dean-Stark 抽提法、烘干恒重法和核磁共振法。

1.6 页岩力学性质分析技术

页岩由于其低孔隙度、低渗透率的特点,决定了后期开采时需大规模压裂改造,形成复杂网络缝隙,才能让其中的气体通过通道释放出来,目前压裂改造仍是决定页岩气效益开发的决定性因素之一。为了使压裂达到预期效果,则必须对地层中岩石的物理和机械性质以及其应力差异有着清晰的了解,需要页岩力学性质分析技术来解决上述问题。

宏观岩石的力学性质分析技术主要包括单轴/三轴岩石力学测试、抗拉强度测试、地应力测试和断裂韧性测试等。其中,单轴/三轴岩石力学测试是使用最广泛的技术之一,可获得 X/Y/Z 三个方向的变形参数(弹性模量和泊松比)、强度参数(抗压强度、抗拉强度及抗剪强度)以及应力—应变关系曲线。以川东南志留系龙马溪组页岩为例,石英和黏土矿物是

影响其力学性质的主要因素。石英等脆性含量高的页岩弹性模量大,泊松比低,应力—应变曲线在破坏荷载后多呈断崖式下降,产生的裂缝多为平直的劈裂缝;黏土矿物含量高的页岩则差应力及抗压强度低,应力—应变曲线在破坏荷载后多呈波动型下降,产生的裂缝多为锯齿状,且沿垂直于主裂缝方向产生细小裂缝(图5)。近年来,随着中国页岩气工业取得重大进展,其勘探开发理论日益丰富和完善,何希鹏等^[29]提出了页岩气富集高产的“三因素控气”理论。其中,“地应力场控产”理论表明,古应力形成的天然缝改善储集物性,有利于游离气富集,适中的现今地应力有利于压裂改造施工,形成复杂网缝,合适的地应力场是页岩气高产的关键。因此,在实验室条件下进行地应力测试显得尤为重要。目前围绕页岩地应力大小测试,主要的实验方法包括差应变实验、古地磁实验、声波各向异性法和声发射 Kaiser 效应法等。

宏观力学实验对于页岩气勘探开发的重要性不言而喻,但仍然存在两方面的局限性:①测试过程对试样尺寸和完整性要求较高,由于页岩本身物理化学性质及结构的特殊性,使得试样制备难以保证,加大了实验难度;②实验周期长且测试费用昂贵,个体差异性大,造成测试数据结果离散性较大,易产生争议。上述两方面的局限性导致了取心段无法连续测试,不能得到力学参数的连续解释剖面,对实际生产的指导意义有限。近年来,大量学者将表面工程力学性质测试中的纳米力学测试方法应用到岩石中来,取得了一些阶段性的成果。其中,纳米压痕实验

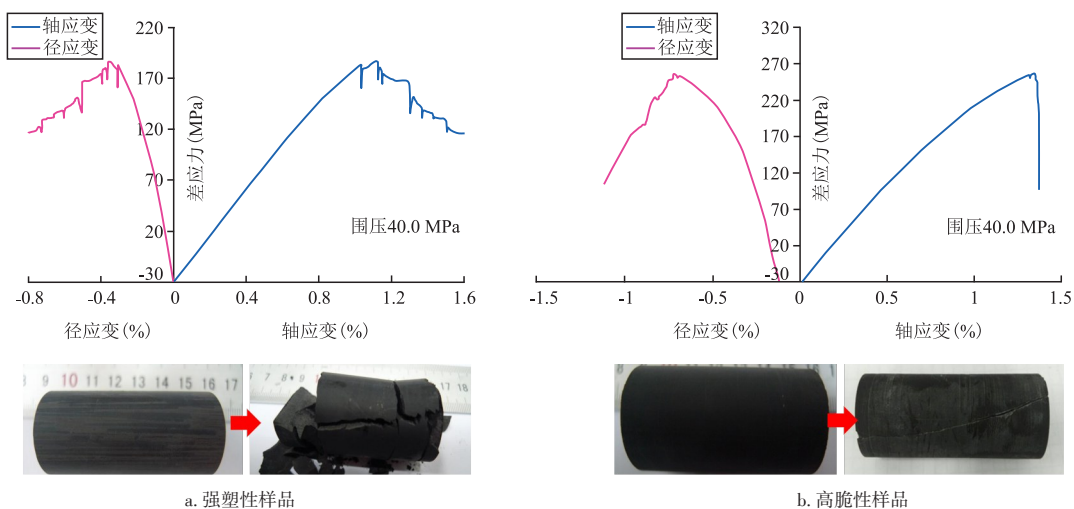


图5 强塑性和高脆性样品应力—应变曲线对比

Fig. 5 Comparison of stress-strain curves of strong plasticity and high brittleness samples

最具代表性,能够得到岩石弹性模量、硬度、断裂韧性等力学参数。时贤等^[30]利用Weibull模型分析纳米尺度下各力学数据分布特点与离散产生的相关原因,提出采用Mori-Tannaka模型作为从纳米尺度向厘米尺度升级的力学参数模型,实现了页岩纳米尺度力学参数向宏观尺度的升级。

1.7 页岩含气性分析技术

页岩含气性分析技术主要包括含气量测定、气体组分分析和气体同位素测试等。其中,含气量是表征其含气性最直接的指标,无论是实测含气量还是理论吸附气量都是页岩气资源评价的重要指标;气体组分测试可以确定甲烷组分的浓度,决定着页岩气气体品质的优劣;甲烷碳同位素分析对页岩气来源具有重要的指示作用,是页岩气气体成因、运移与积聚过程研究的重要参数^[31]。

页岩含气量测试方法主要有现场解吸法、等温吸附法和测井解释法。现场解吸法是页岩含气量测试最直接的方法。实测的解吸气量和残余气量以及计算得到的损失气量三者之和即为总含气量。计量解吸气量的方法主要分为人工计量和自动计量,所遵循的原理主要有排水计量法、质量法、PVT定容法和燃烧法。各种方法都有优缺点,但目前广泛被认可和接受的方法为排水计量法。而在现场含气量测试过程中争议最大的问题是损失气的恢复计算,采用的计算方法主要有直线法和多项式法。由于岩心从井下上提至地面封罐的时间较长,两种方法都不能完全精确地恢复损失气。大体上直线法在游离气含量高的层位会低估损失气的含量,多项式则在吸附气含量高的层位会高估损失气的含量。如何找到两种方法的平衡点是现今急需解决的问题。除此之外,大量的实验表明,现场含气量测试过程中的解吸速率对进一步研究页岩气的赋存方式和预测产能有较大帮助,基于解吸速率得到的页岩气解吸规律可以用来计算页岩游离气和吸附气的相对占比,结合游离气、总含气量及压力系数可以进行产能预测。

等温吸附实验按照测试方法可以分为静态法和动态法,静态法分为容量法、重量法,动态法包括常压流动法和色谱法等,目前应用较多的主要为静态法。按测量原理,静态法还可分为容量法(体积法)和重量法。在中国页岩气勘探开发起步阶段,容量法因技术成熟是最常用的实验方法,但随着技术的

发展,重量法以检测精度高和实验压力大为特点,越来越受行业的青睐。

气体同位素测试常用来作为天然气成因和气源对比分析的重要手段,除此之外,基于甲烷同位素分馏特征的理论,还能通过实验设计实现页岩气井排采阶段的判定,以及页岩气井生产年限和最终产量的预测。高玉巧等^[32]对渝东南盆缘转换带页岩解吸气同位素分析研究表明,随着解吸时间的推移, $\delta^{13}C_1$ 数值先急剧上升,而后稳定变大,同位素出现明显的分馏现象,其变化曲线呈现出对数函数的规律,且与页岩解吸曲线的变化趋势基本一致。页岩中甲烷同位素分馏现象与原子质量、分子间吸附力关系密切,相同元素下原子质量越大,吸附能力越强,解吸就相对滞后,由此导致了 ^{12}C 等较轻的甲烷碳同位素优先富集并释放,而相对重质的 ^{13}C 会后释放。基于页岩甲烷同位素分馏现象,通过系统采集页岩解吸过程中不同时间段的气体,建立甲烷同位素变化图版(图6),在该井正式投产使用后,定期采集排采气体进行同位素测试,将排采气同位素测试结果投射到图版中,即能够实现上述排采阶段的判定及生产年限和最终产量的预测。

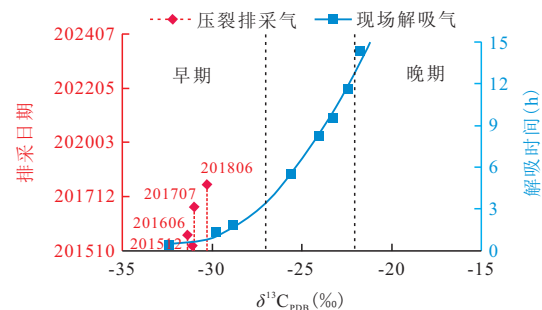


图6 页岩气甲烷碳同位素变化图版及排采阶段标定^[32]

Fig. 6 Shale gas methane carbon isotope change plate and production stage calibration^[32]

图6为渝东南地区某页岩气井龙一段①小层页岩甲烷碳同位素变化曲线,可划分为3个阶段:早期, $\delta^{13}C_1 < -27 ‰$,整体较轻且变化较小,同位素分馏特征不明显;中期, $\delta^{13}C_1 = -27 ‰ \sim -22 ‰$,甲烷碳同位素快速增加,同位素分馏特征明显, ^{13}C 等重质同位素开始解吸,游离气与吸附气共存;晚期, $\delta^{13}C_1 > -22 ‰$,吸附性较好的 ^{13}C 等重质同位素大量解吸,吸附气占据主要部分。将压裂排采后页岩气甲烷碳同位素分析结果投到该图版上,2018年6月该井排采气 $\delta^{13}C_1$ 为 $-30.3 ‰$,对应现场解吸前0.9 h甲烷同位素值,排

采两年半(2015年底至2018年7月)变重0.08%,因此,该井开采尚处于早期阶段,估算该井2018年6月采收率为24.8%。

2 页岩复杂地质特点及其对实验测试技术的挑战

2.1 沉积微相多变

页岩沉积微相多变主要体现在以下3个方面:①与砂砾岩等粗粒沉积岩不同,泥页岩等细粒沉积岩颗粒细小、成分多样、成因复杂,传统碎屑岩沉积学研究内容与方法,已不能完全满足细粒沉积岩的科研与生产需求,亟须建立行之有效的研究方法体系,明确主要研究内容;②水动力环境的变化对细粒沉积影响巨大,由此造成沉积微相上的变化,导致了页岩品质、储层物性、孔缝类型和孔隙结构的差异^[31],但当前对其成因、分布的研究程度总体较低,亟须加强典型盆地岩石微观组构与宏观分布规律等解剖研究,建立不同类型细粒沉积体系的成因模式,为有利相带预测提供理论支撑;③细粒沉积与粗粒沉积密切相关,需要加强整体性研究,揭示相互控制作用与机理,建立不同类型细粒沉积体系的分布模式,为区带评价优选提供地质依据。因此,建立多方法相结合的页岩静态指标实验表征技术,开展不同尺度储层非均质性、元素地球化学研究,是进一步研究沉积微相和选取地质甜点的基础。

2.2 页岩成岩演化复杂

富含天然气的页岩储层,岩性上多为高有机碳含量的暗色或黑色泥页岩,矿物组成主要包括石英、黏土矿物、碳酸盐矿物、长石和黄铁矿等。页岩作为粒级序列的最末端,使用传统的光镜很难对组分进行准确地识别和定量分析,对其晶形结构难以准确地表征,这使得分析其成因和来源显得极为困难。页岩中含有大量的石英,其含量范围为25%~75%,表现为不同的形态特征。不同于常规砂岩,页岩硅质成分的物质源区和形成机制复杂,包括盆地外的陆源碎屑和盆地内成岩过程形成的自生矿物,目前认为成岩过程中硅质来源主要包括非晶质硅的溶解(有机成因)、钾长石蚀变、压溶作用和黏土矿物转化等。黏土矿物和黄铁矿也是页岩中含量较多的矿物,多与有机质伴生,相互包裹。研究表明,黏土矿

物和黄铁矿对有机质生烃有催化作用^[34-35],能够促进有机质孔隙的增加,但两者与有机质的相互关系和作用机理仍然是还未解决的难题。同时,大量的碳酸盐矿物是否对页岩储集空间造成影响,是否对页岩后期的可压裂性有积极影响,还需要进一步研究。因此,多种矿物构成了页岩复杂的矿物骨架,这些骨架是油气运移通道的壁面,而壁面的矿物类型、组成、粗糙度、润湿性决定了油气运聚的宏观规律。仅仅使用传统的薄片鉴定和X射线衍射等实验方法,远远不能满足上述研究的需要。这就需要在矿物微区分布、矿物—孔隙伴生关系、矿物可压裂性定量表征等方面建立更多的实验方法。

2.3 微观孔隙结构表征困难

与常规油气储层最大的区别在于,页岩储集空间发育有大量的微米级、纳米级孔隙,其孔径范围从数纳米到数微米不等,是典型的多孔介质。页岩孔隙类型多样,主要分为有机孔、无机孔和微裂缝。由于页岩储层源—储一体的特点,有机质孔隙是其重要的储集空间,而有机质成分复杂,类型多样,孔隙多小于50 nm,且影响有机质孔隙发育的因素较多^[36]。如何表征有机质孔隙的空间展布特征、表征孔隙喉关系和连通性、进行有效的定量评价及对不同有机质孔隙进行分类是当前亟须解决的问题。无机孔也是页岩储集空间重要的组成部分,主要包括粒间孔、晶间孔、溶蚀孔和粒内孔等^[37],各种类型的孔隙成因不同,如何对这些孔隙类型进行准确的识别和表征对实验技术提出了很高的要求。微裂缝是页岩油气运移的主要通道,裂缝的发育情况直接决定了储层的优劣。但微裂缝的识别和定量评价是限制页岩微观孔隙结构研究的瓶颈,尤其是大量存在于无机矿物与有机质颗粒边界的粒缘缝,其成因和空间展布规律是当前研究的难题。热演化程度是页岩微观孔隙结构的主控因素之一,随着热演化作用的加强,页岩中矿物和有机质会发生变化,导致了储集空间大小和微观孔隙结构在不同演化阶段差异明显^[38],具体表现为孔隙大小、类型、形态及各类孔隙相对占比均不同,研究孔隙演化规律及其影响因素对进一步探索页岩储集空间显得极为必要。因此,建立多尺度的二维、三维精细表征方法,形成孔缝精确识别与定量分析技术,以及开展孔隙演化规律研究是揭示页岩复杂孔隙网络的关键。

2.4 页岩内流体流动机理多元

页岩独特的物质组成使得其内部天然气存在两种赋存方式,即游离态(存在于页岩孔隙和裂缝中)和吸附态(存在于有机质、黏土矿物及孔隙表面)。但由于吸附机理与运聚机理的共同作用,页岩气藏中吸附态和游离态是一个动态平衡的过程^[39-40],如何确定页岩中原始游离气与吸附气比例是当前研究的难点。页岩气复杂的孔隙结构决定了渗流机理的复杂多样,其产出是在微观孔喉、微裂缝、宏观裂缝及水力压裂缝等空间中多场耦合作用的结果。吸附、解吸和扩散等多种作用同时进行,还需考虑储集空间与流体的相互作用,如储层中水的存在很大程度上影响了页岩的吸附能力及流动能力,揭示页岩微观渗流机理是资源量评估及产能预测的关键。在实际的页岩气开发过程中,后期的压裂改造效果直接影响了采气效果。针对不同构造位置 and 不同品质的页岩储层,需要选择不同的压裂改造方式,而由此改造后的储层渗流机理复杂,且入井液对储层的影响程度各异,关于入井液伤害评价及储层保护等问题突出。因此,建立多种流体分析技术,研究储层中流体的分布,对于揭示油气成藏规律及开发方案制定都有着重要的作用。

3 页岩气勘探开发实验测试技术发展方向

3.1 静态表征向动态演化的发展

中国页岩气勘探开发经过十余年发展,形成了一套适用于中国南方海相高成熟度页岩的地质评价方法,大量实验技术的发展为准确地获取页岩静态指标提供了帮助。但随着勘探开发进程的发展,勘探方向逐步从高压向常压转变,从浅层到中、深层转变,从页岩气向页岩油转变,研究对象越加复杂,研究程度更加深入,页岩油气富集和运移的机理性问题将成为今后页岩油气突破的关键。仅获取静态指标的页岩气地质评价实验测试技术已不能满足今后勘探开发的需要,必将向着实现动态演化的方向发展,一系列基于高分辨率显微设备的动态原位技术需要尽快建立,如原位孔隙动态演化、原位流体驱替和原位生排烃充注模拟等。

3.2 模拟实验向真实地层的发展

随着中国页岩油气勘探方向的转变,开发难度与日俱增,如何实现效益化生产是制约中国非常规油气发展的重要问题。模拟实验的温压条件应向真实地质条件的方向发展,基于真实地质条件下得到的实验结果才能为解决实际开发问题提供指导,如还原地质条件下的矿物演化、孔隙结构演化以及流体渗流机理等。但如何设置温度、压力,保证实验能够在真实地质条件下实现成为了一项新的挑战。更有学者提出在真实地质条件下实现原位实时监测技术,将使得页岩气勘探开发理论向着更实用更完善的方向发展。

3.3 单一尺度向多尺度融合的发展

目前,单一尺度的页岩储层表征技术日益成熟,储层静态参数的单一尺度刻画取得了阶段性成果,但如何打破宏观世界到微观世界的壁垒,实现多尺度表征技术的融合是下一步的重点发展方向。同时,实验研究方法将向着更宏观或者更微观的两个方向发展,宏观至盆地构造(千米级)和沉积相带(米级),微观至钻井岩心(厘米级)和孔隙结构(微粒纳米级),实现多尺度的数据融合,尤其是在数字化表征和生产应用一体化上的发展,将为实现储层跨尺度综合评价技术提供可能。

3.4 实验分析向产能预测的发展

实验分析是理论研究和技术创新的基础,在页岩气工业中更是选区评价、地质设计及开发方案的重要支撑。若能够实现实验分析向产能预测的发展,将给石油工业带来革命性的影响。当前,随着世界范围内人工智能和大数据技术的全面推广,油田勘探开发的信息化已经成为今后油气田效益开发、增储上产的重要方向。实现从实验数据到产能预测的跨越,完善实验信息系统和搭建大数据管理平台将成为石油地质实验技术的最终目标。

4 结论及建议

随着中国页岩气勘探开发事业的不断推进,理论研究和科技发展也不断深入,对页岩气勘探开发实验的需求也不断加大,进一步完善和提升实验技术能力显得极为必要。本文从技术现状、面临挑战

及发展方向3个方面,系统阐述了当前国内页岩气勘探开发实验测试技术的基本情况:

1) 国内形成了一套较为完整的页岩气勘探开发实验技术系列,涵盖了地质评价、工程措施、产能预测三大方面,包括岩心测试样品前处理、矿物成分、地球化学、孔隙结构、岩石物性、岩石力学以及含气量七大类,基本满足了页岩气地质评价中核心静态参数的获取,也为初期工程工艺提供了一定的理论支撑。但在面临常压页岩气、深层页岩气或复杂构造带时,如何进一步效益开发,显然还需要页岩气勘探开发实验测试技术提供更多的技术支持。

2) 页岩实验测试技术面临的挑战主要集中在4个方面:①页岩沉积微相多变,其成分多样、成因复杂且非均质性,为沉积体系构建及甜点选取带来极大困难;②页岩成岩演化复杂,有机质和多种矿物在演化过程相互影响,其演化规律及机理难以准确刻画;③页岩微观孔隙结构表征困难,其多样的孔隙类型及复杂的孔隙网络使得单一尺度的表征不能完整的涵盖整个孔隙网络;④页岩孔隙内流体流动机理多元,赋存方式和多相流体流动机理不明,是制约页岩气高效开发的瓶颈。

3) 针对页岩气勘探开发实验测试技术现状和面临的挑战,应该从4个方面继续完善和优化:①储层精细描述亟待由静态表征向动态演化发展;②储层孔隙及孔隙内流体赋存方式的研究向真实地质条件下的模拟实验发展;③孔隙表征由单一尺度向宏观、微观多尺度融合发展;④随着数字化、智能化技术发展,实验分析技术也需要加强大数据分析,实现从实验数据到产能评价应用的转化。

参考文献

[1] MAVOR M. Barnett shale gas-in place volume including sorbed and free gas volume[C]// Southwest Section AAPG Convention, March 1-4, 2003, Fort Worth, Texas, USA.

[2] ROSS D J K, BUSTIN R M. Characterizing the shale gas resource potential of Devonian-Mississippian strata in the western Canada sedimentary basin Application of an integrated formation evaluation[J]. AAPG Bulletin, 2008, 92(1):87-125.

[3] 邹才能,赵群,董大忠,等.页岩气基本特征、主要挑战与未来前景[J].天然气地球科学,2017,28(12):1781-1796.

ZOU Caineng, ZHAO Qun, DONG Dazhong, et al. Geological characteristics, main challenges and future prospect of shale gas [J]. Natural Gas Geoscience, 2017, 28(12): 1781-1796.

[4] 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. Break through and prospect of shale gas exploration and development

in China[J]. Natural Gas Industry, 2016, 36(1): 19-32.

[5] 徐旭辉,申宝剑,李志明,等.页岩气实验地质评价技术研究现状及展望[J].油气藏评价与开发,2020,10(1):1-8.

XU Xuhui, SHEN Baojian, LI Zhiming, et al. Status and prospect of experimental technologies of geological evaluation for shale gas[J]. Reservoir Evaluation and Development, 2020, 10(1): 1-8.

[6] 马永生,蔡勋育,赵培荣.中国页岩气勘探开发理论认识与实践[J].石油勘探与开发,2018,45(4):561-574.

MA Yongsheng, CAI Xunyu, ZHAO Pengrong. China's shale gas exploration and development: Understanding and practice[J]. Petroleum Exploration and Development, 2018, 45(4): 561-574.

[7] 郭旭升,郭彤楼,魏志红,等.中国南方页岩气勘探评价的几点思考[J].中国工程科学,2012,14(6):101-105.

GUO Xusheng, GUO Tonglou, WEI Zhihong, et al. Thoughts on shale gas exploration in southern China[J]. Engineering Science, 2012, 14(6): 101-105.

[8] 何希鹏.四川盆地东部页岩气甜点评价体系与富集高产影响因素[J].天然气工业,2021,41(1):59-71.

HE Xipeng. Sweet spot evaluation system and enrichment and high yield influential factors of shale gas in Nanchuan area of eastern Sichuan Basin[J]. Natural Gas Industry, 2021, 41(1): 59-71.

[9] 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.

[10] 毕赫,姜振学,李鹏,等.渝东南地区黔江凹陷五峰组一龙马溪组页岩储层特征及其对含气量的影响[J].天然气地球科学,2014,25(8):1275-1283.

BI He, JIANG Zhenxue, LI Peng, et al. Shale reservoir characteristics and its influence on gas content of Wufeng-Longmaxi Formation in the Southeastern Chongqing[J]. Natural Gas Geoscience, 2014, 25(8): 1275-1283.

[11] 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, 2019, 26(6): 916-927.

[12] 王红岩,周尚文,刘德勋,等.页岩气地质评价关键[J].天然气工业,2020,40(6):1-17.

WANG Hongyan, ZHOU Shangwen, LIU Dexun, et al. Progress and prospect of key experimental technologies for shale gas geological evaluation[J]. Natural Gas Industry, 2020, 40(6): 1-17.

[13] 帅琴,黄瑞成,高强,等.页岩气实验测试技术现状与研究进展[J].岩矿测试,2012,31(6):931-938.

SHUAI Qin, HUANG Ruicheng, GAO Qiang, et al. Research development of analytical techniques for shale gas[J]. Rock and Mineral Analysis, 2012, 31(6): 931-938.

[14] 丁安徐,李小越,蔡潇,等.页岩气地质评价实验测试技术研究进展[J].天然气与石油,2014,32(2):43-48.

DING Anxu, LI Xiaoyue, CAI Xiao, et al. Research progress of shale gas geological evaluation test technology[J]. Natural Gas and Oil, 2014, 32(2): 43-48.

- [15] 张汉荣,王强,倪楷,等.川东南五峰-龙马溪组页岩储层六性特征及主控因素分析[J].石油实验地质,2016,38(3):320-325.
ZHANG Hanrong, WANG Qiang, NI Kai, et al. Six characteristics and main controlling factors of shale reservoirs in the Wufeng-Longmaxi formations, southeastern Sichuan Basin [J]. Petroleum Geology & Experiment, 2016, 38(3): 320-325.
- [16] 李晓,赫建明,尹超,等.页岩结构面特征及其对水力压裂的控制作用[J].石油与天然气地质,2019,40(3):653-660.
LI Xiao, HE Jianming, YIN Chao, et al. Characteristics of the shale bedding planes and their control on hydraulic fracturing[J]. Oil & Gas Geology, 2019, 40(3): 653-660.
- [17] 朱如凯,金旭,王晓琦,等.复杂储层多尺度数字岩石评价[J].地球科学,2018,43(5):1773-1782.
ZHU Rukai, JIN Xu, WANG Xiaoqi, et al. Multi-Scale Digital Rock Evaluation on Complex Reservoir[J]. Earth Science, 2018, 43(5): 1773-1782.
- [18] 王社教,王兰生,黄金亮,等.上扬子区志留系页岩气成藏条件[J].天然气工业,2009,29(5):45-50.
WANG Shejiao, WANG Lansheng, HUANG Jinliang, et al. Accumulation conditions of shale gas reservoirs in Silurian of the Upper Yangtze region[J]. Natural Gas Industry, 2009, 29(5): 45-50.
- [19] 王鹏万,邹辰,李娟静,等.昭通示范区页岩气富集高产的地质主控因素[J].石油学报,2018,39(7):744-753.
WANG Pengwan, ZOU Chen, LI Xianjing, et al. Main geological controlling factors of shale gas enrichment and high yield in Zhaotong demonstration area[J]. Acta Petrolei Sinica, 2018, 39(7): 744-753.
- [20] 陈尚斌,左兆喜,朱炎铭,等.页岩气储层有机质成熟度测试方法适用性研究[J].天然气地球科学,2015,26(3):564-574.
CHEN Shangbin, ZUO Zhaoxi, ZHU Yanming, et al. Applicability of the Testing Method for the Maturity of Organic Matter in Shale Gas Reservoirs[J]. Natural Gas Geoscience, 2015, 26(3): 564-574.
- [21] 程鹏,肖贤明.很高成熟度富有机质页岩的含气性问题[J].煤炭学报,2013,38(5):737-741.
CHENG Peng, XIAO Xianming. Gas content of organic-rich shales with very high maturities[J]. Journal of China Coal Society, 2013, 38(5):737-741.
- [22] 刘德汉,肖贤明,田辉,等.固体有机质拉曼光谱参数计算样品热演化程度的方法与地质应用[J].科学通报,2013,58:1228-1241.
LIU Dehan, XIAO Xianming, TIAN Hui, et al. Sample maturation calculated using Raman spectroscopic parameters for solid organics: Methodology and geological applications[J]. Chinese Science Bulletin, 2013, 58: 1228-1241.
- [23] 于炳松.页岩气储层孔隙分类与表征[J].地学前缘,2013,20(4):211-220.
YU Bingsong. Classification and characterization of gas shale pore system[J]. Earth Science Frontiers, 2013, 20(4): 211-220.
- [24] 吴松涛,朱如凯,崔京钢,等.鄂尔多斯盆地长7湖相泥页岩孔隙演化特征[J].石油勘探与开发,2015,42(2):167-176.
WU Songtao, ZHU Rukai, CUI Jinggang, et al. Characteristics of lacustrine shale porosity evolution, Triassic Chang 7 Member, Ordos Basin, NW China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2015, 42(2): 167-176.
- [25] 陈科洛,张廷山,陈晓慧,等.页岩微观孔隙模型构建——以滇黔北地区志留系龙马溪组页岩为例[J].石油勘探与开发,2018,45(3):396-405.
CHEN Keluo, ZHANG Tingshan, CHEN Xiaohui, et al. Model construction of micro-pores in shale: A case study of Silurian Longmaxi Formation shale in Dianqianbei area, SW China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2018, 45(3): 396-405.
- [26] 高之业,范毓鹏,胡钦红,等.川南地区龙马溪组页岩有机质孔隙差异化发育特征及其对储集空间的影响[J].石油科学通报,2020,5(1):1-16.
GAO Zhiye, FAN Yupeng, HU Qinhong, et al. Differential development characteristics of organic matter pores and their impact on reservoir space of Longmaxi Formation shale from the south Sichuan Basin[J]. Petroleum Science Bulletin, 2020, 5(1): 1-16.
- [27] 蔡潇.原子力显微镜在页岩微观孔隙结构研究中的应用[J].电子显微学报,2015,34(4):326-331.
CAI Xiao. Application of atomic force microscopy in the study of microscopic pore structure of shale[J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society, 2015, 34(4): 326-331.
- [28] 田华,张水昌,柳少波,等.压汞法和气体吸附法研究富有机质页岩孔隙特征[J].石油学报,2012,33(3):419-427.
TIAN Hua, ZHANG Shuichang, LIU Shaobo, et al. Determination of organic-rich shale pore features by mercury injection and gas adsorption methods[J]. Acta Petrolei Sinica, 2012, 33(3): 419-427.
- [29] 何希鹏,齐艳平,何贵松,等.渝东南构造复杂区常压页岩气富集高产主控因素再认识[J].油气藏评价与开发,2019,9(5):32-39.
HE Xipeng, QI Yanping, HE Guisong, et al. Further understanding of main controlling factors of normal pressure shale gas enrichment and high yield in the area with complex structure of the southeast area of Chongqing[J]. Reservoir Evaluation and Development, 2019, 9(5): 32-39.
- [30] 时贤,蒋恕,卢双舫,等.利用纳米压痕实验研究层理性页岩岩石力学性质——以渝东南酉阳地区下志留统龙马溪组为例[J].石油勘探与开发,2019,46(1):155-164.
SHI Xian, JIANG Shu, LU Shuangfang, et al. Investigation of mechanical properties of bedded shale by nanoindentation tests: A case study on Lower Silurian Longmaxi Formation of Youyang area in southeast Chongqing, China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2019, 46(1): 155-164.
- [31] 许心怡,岳长涛,李术元,等.四川志留系龙马溪组页岩等温解吸及甲烷碳同位素分馏特征[J].石油科学通报,2018,3(1):1-10.
XU Xinyi, YUE Changtao, LI Shuyuan, et al. Isothermal desorption and methane carbon isotope fractionation of shale gas in the Silurian Longmaxi formation, Sichuan[J]. Petroleum Science Bulletin, 2018, 3(1): 1-10.
- [32] 高玉巧,高和群,何希鹏,等.四川盆地东南部页岩气同位素分馏特征及对产能的指示意义[J].石油实验地质,2019,41(6):865-870.
GAO Yuqiao, GAO Hequn, HE Xipeng, et al. Methane isotope fractionation characteristics of shale gas and its significance as a productivity indicator[J]. Petroleum Geology & Experiment, 2019, 41(6): 865-870.
- [33] 梁狄刚,郭彤楼,边立曾,等.中国南方海相生烃成藏研究的

- 若干新进展(三)南方四套区域性海相烃源岩的沉积相及发育的控制因素[J].海相油气地质,2009,14(2):1-19.
- LIANG Digang, GUO Tonglou, BIAN Lizeng, et al. Some progresses on studies of hydrocarbon generation and accumulation in marine sedimentary regions, southern China (Part 3): Controlling factors on the sedimentary facies and development of palaeozoic marine source rocks[J]. Marine Origin Petroleum Geology, 2009, 14(2): 1-19.
- [34] 曹涛涛,邓模,宋之光,等.黄铁矿对页岩油气富集成藏影响研究[J].天然气地球科学,2018,29(3):404-414.
- CAO Taotao, DENG Mo, SONG Zhiguang, et al. Study on the effect of pyrite on the accumulation of shale oil and gas[J]. Natural Gas Geoscience, 2018, 29(3): 404-414.
- [35] 赵迪斐,郭英海,朱炎铭,等.龙马溪组页岩黄铁矿微观赋孔特征及地质意义[J].沉积学报,2018,36(5):864-876.
- ZHAO Difei, GUO Yinghai, ZHU Yanming, et al. Micropore Characteristics and Geological Significance of Pyrite in Shale Rocks of Longmaxi Formation[J]. Acta Sedimentologica Sinica, 2018, 36(5): 864-876.
- [36] 王朋飞,姜振学,吕鹏,等.重庆周缘下志留统龙马溪组和下寒武统牛蹄塘组页岩有机质孔隙发育及演化特征[J].天然气地球科学,2018,29(7):997-1008.
- WANG Pengfei, JIANG Zhenxue, LYU Peng, et al. Organic matter pores and evolution characteristics of shales in the Lower Silurian Longmaxi Formation and the Lower Cambrian Niutitang Formation in periphery of Chongqing[J]. Natural Gas Geoscience, 2018, 29(7): 997-1008.
- [37] 蔡潇,王亮,靳雅夕,等.渝东南地区页岩有机孔隙类型及特征[J].天然气地球科学,2016,27(3):513-519.
- CAI Xiao, WANG Liang, JIN Yaxi, et al. Types and characteristics of organic pore in shale gas reservoir of southeastern Chongqing area[J]. Natural Gas Geoscience, 2016, 27(3): 513-519.
- [38] 高玉巧,蔡潇,张培先,等.渝东南盆缘转换带五峰组—龙马溪组页岩气储层孔隙特征与演化[J].天然气工业,2018,38(12):15-25.
- GAO Yuqiao, CAI Xiao, ZHANG Peixian, et al. Pore characteristics and evolution of Wufeng-Longmaxi Fms shale gas reservoirs in the basin-margin transition zone of SE Chongqing[J]. Natural Gas Industry, 2018, 38(12): 15-25.
- [39] 俞凌杰,范明,腾格尔,等.埋藏条件下页岩气赋存形式研究[J].石油实验地质,2016,38(4):438-444.
- YU Lingjie, FAN Ming, Tenger, et al. Shale gas occurrence under burial conditions[J]. Petroleum Geology & Experiment, 2016, 38(4): 438-444.
- [40] 刘洪林,王红岩.中国南方海相页岩吸附特征及其影响因素[J].天然气工业,2012,32(9):5-9.
- LIU Honglin, WANG Hongyan. Adsorption Characteristics and Influencing Factors of Marine Shale in South China[J]. Natural Gas Industry, 2012, 32(9): 5-9.
- (编辑 柳超超)

(上接第145页)

- ZHANG Zengnian, LI Huachuan, ZHENG Jiawei, et al. Application evaluation and technology development prospect of fracturing equipment[J]. Drilling & Production Technology, 2020, 43(2): 41-44.
- [36] 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 Yuman, WANG Hongkun, ZHANG Chenchen, 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.
- [37] 段华,李荷婷,代俊清,等.深层页岩气水平井“增净压、促缝网、保充填”压裂改造模式——以四川盆地东南部丁山地区为例[J].天然气工业,2019,39(2):66-70.
- DUAN Hua, LI Heting, DAI Junqing, et al. Horizontal well fracturing mode of “increasing net pressure, promoting network fracture and keeping conductivity” for the stimulation of deep shale gas reservoirs: A case study of the Dingshan area in SE Sichuan Basin[J]. Natural Gas Industry, 2019, 39(2): 66-70.
- [38] STEGENT N A, WAGNER A L, MONTES M, et al. SMA technology extends the useful range of nonceramic proppants in the Eagle Ford Shale[C]// paper SPE-136801-MS presented at the Tight Gas Completions Conference, November 2-3, 2010, San Antonio, Texas, USA.
- [39] ENRIQUEZ-TENORIO O, KNORR A, ZHU D, et al. Relationships between mechanical properties and fracturing conductivity for the Eagle Ford Shale[J]. SPE Production & Operations, 2019, 34(2): 318-331.
- [40] 吴奇,梁兴,鲜成钢,等.地质—工程一体化高效开发中国南方海相页岩气[J].中国石油勘探,2015,20(4):1-23.
- WU Qi, LIANG Xing, XIAN Chenggang, et al. Geoscience-to-production integration ensures effective and efficient South China Marine Shale Gas Development[J]. China Petroleum Exploration, 2015, 20(4): 1-23.
- [41] 鲜成钢.页岩气地质工程一体化建模及数值模拟:现状、挑战和机遇[J].石油科技论坛,2018,37(5):24-34.
- XIAN Chenggang. Shale gas geological engineering integrated modeling and numerical simulation: Present conditions, challenges and opportunities[J]. Petroleum Science and Technology Forum, 2018, 37(5): 24-34.
- [42] 胡文瑞.地质工程一体化是实现复杂油气藏效益勘探开发的必由之路[J].中国石油勘探,2017,22(1):1-5.
- HU Wenrui. Geology-engineering integration—a necessary way to realize profitable exploration and development of complex reservoirs[J]. China Petroleum Exploration, 2017, 22(1): 1-5.
- [43] 刘忠宝,高波,张钰莹,等.上扬子地区下寒武统页岩沉积相类型及分布特征[J].石油勘探与开发,2017,44(1):21-31.
- LIU Zhongbao, GAO Bo, ZHANG Yuying, et al. Types and distribution of the shale sedimentary facies of the Lower Cambrian in Upper Yangtze area, South China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2017, 44(1): 21-31.
- (编辑 柳超超)