

页岩岩心样品分析数据对比及其影响因素分析

王世谦

中国石油西南油气田公司页岩气研究院

摘要：近 10 年来，在对四川盆地川南地区下古生界上奥陶统五峰组一下志留统龙马溪组页岩气的勘探开发过程中，以及在与多家国际石油公司的页岩气合作评价中，针对含气页岩层段钻取了大量的岩心资料，并且在国内外不同的实验室都开展了页岩岩石矿物学、有机地球化学、岩石物理和含气性等方面的测试分析，积累了大量的页岩岩心分析数据。通过对比分析同一块样品或同一深度层段样品的分析结果，发现在不同实验室之间、不同分析方法之间，甚至在不同样品类型、不同取样方式和不同取样部位之间，有关分析数据都存在着较大的差异，由此影响到对页岩气储层的准确评价与页岩气勘探开发前景的客观认识。为此，在剖析若干分析数据质量问题实例的基础上，讨论确认了造成页岩岩心样品分析结果不一致的一些影响因素，如样品类型、取样部位、取样方法以及测试方法等。进而提出建议：为了减少上述因素所带来的影响，应该在页岩油气行业内，从页岩岩心的处理到标准化取样制样和测试分析，建立起一套系统和规范化的致密岩石分析流程与普遍适用的实验方法。结论认为，必须重视页岩岩心样品分析的质量问题，除了实验室内应该建立起一套科学的分析质量保证与控制体系（QA/QC）之外，重视和接受来自数据使用者的外部质量评估与意见反馈也是保证和提高分析质量的一条重要途径。

关键词：页岩；岩心分析；实验室对比；影响因素；样品类型；取样部位；取样方法；测试方法；四川盆地南部

DOI: 10.3787/j.issn.1000-0976.2020.01.021

Correlation of shale core analysis results and its influencing factors

WANG Shiqian

(Research Institute for Shale Gas, PetroChina Southwest Oil & Gasfield Company, Chengdu, Sichuan 610051, China)

NATUR. GAS IND. VOLUME 40, ISSUE 1, pp.160-174, 1/25/2020. (ISSN 1000-0976; In Chinese)

Abstract: Over the last decade, a large number of gas-shale cores have been acquired during the exploitation of the Lower Paleozoic Wufeng-Longmaxi shale gas in the Southern Sichuan Basin, and in the joint appraisal of shale gas blocks in cooperation with several overseas international petroleum companies. Therefore, huge quantities of shale core data about shale mineralogy, geochemistry, petrophysics and gas content have been accumulated and measured in different labs at home and abroad. By correlating the core data from the same piece of sample or from the samples in the same intervals, it is found that there are obvious disparity with the analysis results from different labs, between different analytical methods, even from different types of samples, different ways of sampling, and different parts of the same sample, which certainly has an affect on the objective understanding of shale reservoirs and the exploitation prospect in this study area. Based on the case studies of several data quality issues, some influencing factors causing the inconsistency of the shale core analysis results are discussed, such as sample types, sampling location, sampling methods and test facility. In order to reduce the impact of these factors, it is suggested that a systematic and standardized analysis procedure and robust methods for tight rock analysis from the shale core handling to standardized sampling and testing should be put forward in shale oil and gas industry. It is concluded that attention to quality issues related with shale core analysis must be paid. In addition to the scientific analysis quality assurance and quality control set up inside the laboratory, the external quality assessment and feedback from data users are also an important way for promoting and improving the quality of core analysis.

Keywords: Shale; Core analysis; Interlab comparison; Influencing factor; Sample types; Sampling location; Sampling methods; Test facility; Southern Sichuan Basin

基金项目：国家科技重大专项（编号：2012ZX05018-006）、中国石油天然气股份有限公司重大科技专项（编号：2016E-0611）。

作者简介：王世谦，1963 年生，正高级工程师，《Natural Gas Industry B》编委；目前主要从事非常规油气勘探评价研究工作。地址：（610051）四川省成都市建设北路一段 83 号。ORCID: 0000-0002-0897-3347。E-mail: wsq-618@petrochina.com.cn

0 引言

众所周知, 为了获得对地下油气资源分布规律的准确认识, 油气勘探中都要对野外露头、钻井岩心以及储层流体进行系统的样品采集和实验室分析。页岩气的勘探开发尤为如此, 在钻探过程中往往需要对含气页岩层段进行大量的取心, 一些重要的页岩气评价井甚至会全页岩层段取心, 并针对页岩储层的岩石矿物学、地球化学、岩石物理、岩石力学及含气性等各项特征开展系统的样品测试分析工作。

在常规油气勘探过程中, 很少针对泥质岩取心取样分析, 特别是将其作为油气储层开展岩石物性等相关测试分析。尽管随着国内页岩气勘探开发进程的逐步深入, 近几年来相关页岩气开采区块已取得了大量的页岩岩心分析数据, 但是由于国内针对泥质岩这类细粒致密岩石的专门分析测试方法及相关实验分析规范尚不健全, 沿用常规测试方法所获得的分析数据与国外实验室采用致密岩石分析方法(TRA)所取得的数据之间存在着较大的差异。而且, 由于个别实验室缺乏一套科学的实验分析质量控制体系, 以及目前对分析数据的应用质量评估尚不够重视, 导致页岩样品的实验室分析结果质量参差不齐。一旦发生分析数据质量问题, 将会直接影响到对页岩气地质评价的客观认识, 甚至影响到页岩气压裂开采的效果。

在日常科研工作中, 样品分析数据的准确性与可靠性问题往往会被忽视。然而, 除了分析实验室内部的质量控制因素外, 研究者对数据使用情况的评估与意见反馈也是保证和提高分析数据质量的重要一环。采用不同的分析数据, 有可能会得出截然不同的认识; 采用不可靠的分析数据, 则只能得出不符合客观实际的认识。因此, 站在研究者的角度, 更应该重视分析数据的质量问题。

四川盆地南部(以下简称为川南地区)是国内最早开展上奥陶统五峰组一下志留统龙马溪组海相页岩气开采的地区之一。负责该区页岩气勘探开发工作的相关单位先后与Newfield、Shell、BP等国际石油公司开展过页岩气合作评价工作, 从而积累了大量国内外不同实验室分析得到的页岩岩心测试数据。笔者通过对比分析不同的页岩样品分析测试结果, 发现不同实验室之间、不同分析实验方法之间, 甚至不同取样方法之间, 分析结果都有可能存在着较大的差异。有鉴于此, 笔者抛砖引玉, 通过分析

一些文献资料中的分析数据问题, 将不同实验室岩心样品分析结果进行对比, 归纳出影响页岩分析数据结果的若干因素, 以期引起实验分析人员及同行们的重视, 共同提高岩心分析数据的质量。

1 问题的提出

毋庸置疑, 样品测试分析是地质研究工作中最基础也是最重要的一环。无论是野外地质调查还是钻井工作, 都需要进行大量的取样分析。获得的数据资料越丰富、越齐全, 分析得出的结论与认识也就越接近于客观实际。但前提是取样的方法是科学的, 所测得的分析数据是真实可信的; 否则, 就有可能得出错误的认识和结论, 甚至有可能对一个区块的油气资源勘探前景做出不符合实际的判断。尽管如此, 在实际工作中, 人们往往不太重视取样和样品测试过程中存在的上述问题, 由此忽视了分析数据的真实性与可靠性问题。以下述实例说明之。

1.1 页岩气碳同位素值是否发生倒转

表1为川南地区一口页岩气直井和一口水平井在压裂返排到接入管线试生产期间不同时间段取样分析结果。由于现场取样方法、取样器、取样部位以及室内分析仪器和方法均相同, 因此完全可以排除上述因素可能对天然气碳同位素检测结果所造成的影响^[1-2]。从表1中可以看出, WY201井页岩气的甲、乙烷碳同位素值在压裂液返排期间表现为倒转特征, 而在接入管线试生产近一年后则表现为正常特征, 即未发生倒转现象。WY201-H1井页岩气的甲、乙烷碳同位素特征似乎较为复杂, 碳同位素值倒转与未倒转现象间互发生。

若要问页岩气的甲、乙烷碳同位素值是否发生了倒转现象, 显然不是一个容易回答的问题, 因为答案可能取决于气体分析取样的时间。出现这种情况的原因是值得深入分析思考的, 但遗憾的是, 许多讨论分析四川盆地页岩气碳同位素组成与倒转原因的文章^[3-5]却没有注意到或者忽略了这一问题。众所周知, 在页岩气井的压裂过程中一般都要事先对页岩气层进行加酸(如15%稀盐酸)处理, 并且所注入的压裂液中一般都含有表面活性剂、降阻剂、助排剂、黏土稳定剂甚至杀虫抗菌剂等各种化学添加剂^[6-7]。这些化学物质进入页岩层中, 势必会与岩石矿物产生一些化学反应, 由此是否对页岩气的化学组成特征产生了些许影响, 需要进行深入细致的研究。这是值得关注的一个问题。

表 1 川南地区五峰组—龙马溪组页岩气碳同位素分析数据表

井 号	$\delta^{13}\text{C}_1$	$\delta^{13}\text{C}_2$	$\delta^{13}\text{C}_2 - \delta^{13}\text{C}_1$	碳同位素值是否倒转	取样时间
WY201	-34.99‰	-35.56‰	-0.57‰	是	2010-10-19
	-37.89‰	-36.79‰	1.10‰	否	2011-08-13
	-37.96‰	-37.12‰	0.84‰	否	2011-09-22
WY201-H1	-37.32‰	-38.08‰	-0.76‰	是	2011-07-12
	-36.86‰	-37.54‰	-0.68‰	是	2011-07-14
	-37.75‰	-37.62‰	0.13‰	否	2011-07-24
	-36.78‰	-37.22‰	-0.44‰	是	2011-07-26
	-37.78‰	-37.5‰	0.28‰	否	2011-09-22

1.2 页岩气丙烷同位素值是否可靠

开展天然气地球化学研究及其成因分析，往往需要测定天然气中各种烃类组分的碳同位素值。天然气中甲烷和乙烷的含量较高，其碳同位素测定值一般稳定可靠，但是丙烷及其以上的重烃组分则由于含量低而有可能存在着同位素测定值是否准确可信的问题，在甲烷含量大于 95% 的干气中尤为如此。

研究表明，四川盆地五峰组—龙马溪组页岩气均为过成熟热演化阶段原油裂解形成的干气，其烃类组分中丙烷含量一般介于 0 ~ 0.03%，仅长宁区块和涪陵区块各有一个样品的丙烷含量分别达到 0.1% 和 0.2%^[3-5]。尽管发表这些分析数据的文献中均未说明如此低含量的丙烷同位素值测试中是否采用了浓缩、富集等特殊处理方法，但从公布的丙烷碳同位素值（表 2、图 1）来看，从 -33.1‰ 到 -65.7‰ 如此大的变化范围是令人难以置信的，尤其是在威远、长宁、涪陵等 3 个区块五峰组—龙马溪组页岩有机质类型和成熟度基本相似的情况下。相比之下，本文参考文献 [8] 中未测定 Barnett 页岩气中丙烷含量

一般不足 0.1% 的第一组气体样品的丙烷碳同位素值，或认为测定值不稳定可靠而未使用，而丙烷含量分布在 0.4% ~ 0.6% 的 New Albany 页岩气丙烷碳同位素值则较为稳定，其变化范围较小（表 2），若再考虑到丙烷碳同位素值的分析误差可达 1.0‰^[9]，这一测定结果基本上是稳定可靠的。

天然气碳同位素值的准确检测有赖于一定的进样量中能够产生较强的信号强度。如果检测物的含量太低以至于无法产生较强的信号强度，数据的稳定性变差。这种情况下测得的碳同位素值是不可以使用的^[1]。根据一些天然气同位素实验分析人员的经验（私人交流，2019），要保证同位素数据的真实可靠性，烃类组分的含量应至少高于 0.1% 或 0.05%（视同位素检测方法而定），否则就需要对气体样品进行冷却浓缩、富集等特殊处理，而且最好采用连续流同位素质谱分析方法^[10]。此外，随着天然气中烃类组分含量的降低，稳定碳同位素的分析误差逐渐增大，如甲烷、乙烷和丙烷的碳同位素值分析误差分别可达 0.2‰、0.7‰ 和 1.0‰^[9]。因此，在用 -33.1‰ ~

表 2 四川盆地五峰组—龙马溪组页岩气与美国有关区块页岩气碳同位素分析数据对比表

页岩气 区块	烃类组分及其含量			碳同位素值			文献 ^①
	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₃ H ₈	
威远	95.52% ~	0.32% ~	0 ~	35.1‰ ~	37.9‰ ~	-43.5‰	[3-5]
	99.27%	0.68%	0.02%	-37.3‰	-42.8‰		
长宁	97.11% ~	0.32% ~	0 ~	27.0‰ ~	31.6‰ ~	33.1 ~	
	99.45%	0.57%	0.10%	-31.3‰	-34.3‰	-36.4‰	
涪陵	97.67% ~	0.57% ~	0.01% ~	29.4‰ ~	34.0‰ ~	33.6‰ ~	
	98.95%	0.74%	0.20%	-32.2‰	-36.3‰	-65.7‰	
Barnett (Group 1)	94.34% ~	0.78% ~	0.02% ~	37.1‰ ~	34.9‰ ~	未测	[8]
	96.08%	2.07%	0.22%	-40.4‰	-39.7‰		
New Albany (Owen 郡)	90.9 ~	0.8% ~	0.4% ~	53.8‰ ~	46.4‰ ~	36.0‰ ~	[9]
	98.4%	1.0%	0.6%	-56.3‰	-48.0‰	-39.5‰	

注：①特指本文参考文献。

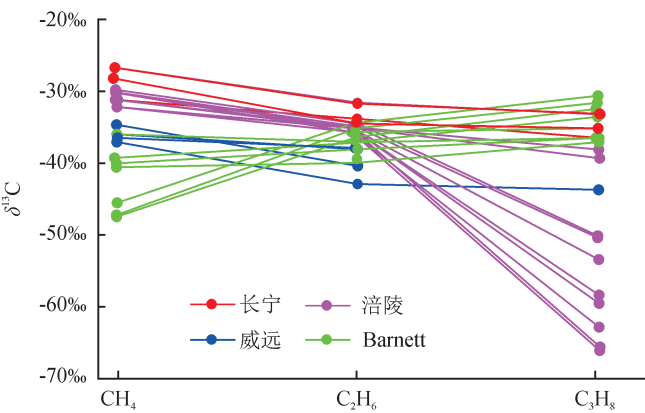


图 1 四川盆地五峰组—龙马溪组页岩气与美国 Barnett 页岩气碳同位素组成对比图
(引自本文参考文献 [3], 略有修改)

—65.7‰ 变化范围的丙烷碳同位素值 (图 1) 来讨论五峰组—龙马溪组页岩气的 $C_1 \sim C_3$ 碳同位素值倒转问题^[3-5]之前, 应该首先确保所测试数据的准确性和可靠性。

1.3 天然气成因类型判识是否正确

四川盆地龙岗气田上二叠统长兴组—下三叠统飞仙关组天然气中 C_2 以上重烃气的含量很低, 几乎检测不出 C_4 以上的轻质烃类, 但为了综合判识天然气成因类型, 一些作者采用了液氮冷阱在色谱柱前富集轻烃的方式, 开展了天然气轻烃分析^[11]。但是, 若将本文参考文献 [11] 中采用 3 种天然气成因判识图版所确定的龙岗气田长兴组—飞仙关组天然气成因类型汇总在一起, 一些气井的测试数据就会出现判识结果相互矛盾的情况 (表 3)。不仅碳同位素方法与轻烃方法之间相互矛盾, 即便是轻烃方法本身, 其不同参数组合之间也存在着判识结果不一致的现象。

采用甲烷和乙烷碳同位素来判识天然气成因类型是一种比较成熟而且可靠的常用方法。相对而言, 采用天然气中轻烃组分参数来确定天然气成因类型的应用较少, 多带有探索性质, 特别是在热演化程度极高的干气中, 乙烷之后的气态烃类含量本身就极低, $C_5 \sim C_{10}$ 之间的轻烃化合物根本无法被检测出, 其分析难度大且无相关的实验规范可循。因为干气的轻烃分析首先需要对气体样品进行冷冻液化、富集^[12], 而检测数据是否稳定可靠则取决于轻烃富集的效果以及分析结果的可重复性等诸多分析方法和测试条件, 最终决定着该方法的实用性与可靠性。显然, 这是需要引起相关分析、研究人员特别重视的一个问题, 否则就会出现如表 3 所示自相矛盾的现象。

1.4 页岩岩心笔石带地层划分对比是否合理可信

毋庸置疑, 古生物化石在确定地层的地质年代以及地层划分对比中具有十分重要的作用。近年来, 随着国内页岩气勘探开发工作的深入开展, 在中国科学院南京地质古生物研究所笔石鉴定与研究成果^[13-14]的支持与带动下, 越来越多的页岩气科研人员采用钻井页岩岩心笔石带的建立来划分对比五峰组—龙马溪组黑色页岩层系^[15-18]。由于笔石带所具有的地层年代等时性^[13], 这项专业性极强的研究方法已被认为是目前五峰组—龙马溪组黑色岩系划分对比的一把“标尺”。

然而, 不同于野外剖面上笔石页岩样品可以大面积、层层剥离式的密集、精细采集方式, 在页岩岩心上根本无法如此大量地采集笔石样品。钻井岩心直径一般从 6 cm (小岩心) 到 13 cm (大岩心), 而笔石化石的大小一般介于几厘米到几十厘米之间^[19], 因岩心局限, 取样量稀少, 很难满足笔石定带所应达

表 3 四川盆地龙岗气田长兴组—飞仙关组天然气样品数据与成因判识结果对比表

井号	碳同位素值		C ₅₋₇ 轻烃化合物组分及其含量			C ₇ 轻烃化合物组分及其含量			天然气成因类型判识		
	δ ¹³ C ₁	δ ¹³ C ₂	正构烷烃	异构烷烃	环烷烃	nC ₇	DMCP	MCH	δ ¹³ C ₁ — δ ¹³ C ₂ 关系图	C ₅₋₇ 轻烃 组成三角图	C ₇ 轻烃 组成三角图
龙岗 001-3	—29.3‰	—23.5‰	33.71%	46.27%	20.02%	38.27%	14.8%	46.94%	煤成气	油型气	油型气
龙岗 001-30	—30.5‰	—26.5‰	18.87%	50.99%	30.14%	37.03%	27.43%	35.54%	煤成气	煤成气	油型气
龙岗 001-32	—31.4‰	—32.6‰	16.42%	63.86%	19.72%	45.32%	13.53%	41.16%	油型气	煤成气	油型气
龙岗 1	—30.6‰	—32.3‰	10.81%	46.66%	42.53%	—	—	—	油型气	煤成气	—
龙岗 26	—30.9‰	—26.3‰	32.59%	39.32%	28.1%	48.83%	11.75%	39.43%	煤成气	油型气	油型气

注：1) 表中数据引自本文参考文献 [11]。
2) nC₇ 表示正庚烷、DMCP 表示二甲基环戊烷、MCH 表示甲基环己烷。
3) 天然气成因类型判识结果据本文参考文献 [11] 中的图 2、7、8。

到的生物样本统计数量,难免管中窥豹。某个笔石带化石的缺失到底是所钻探的整个区域内都缺失,还是仅仅在这口井的岩心上暂时没有找到,这是以某个笔石带的缺失而简单地认为存在剥蚀区或水下高地^[15-16]时值得认真考虑的一个问题。未发现并不代表不存在。实际上,在岩心上寻找古生物化石存在着很大的偶然性,甚至还带有运气的成分。为了解决四川盆地上三叠统须家河组与香溪群的划分对比问题以及确定须一段海陆交互相沉积的范围,有的专家曾在该盆地上三叠统中寻找卡尼期—诺利期的特征海相化石—海燕蛤(*Halobia*)长达数十年,然而能够在钻井岩心中找到此化石者屈指可数,也正是直到在营 24 井香一段顶部的岩心中采到海燕蛤,才将海陆交互相沉积的范围扩展到川中东北部的营山一带^[20]。从本文参考文献[14]、[18]提供的资料中也可以看出,根据长宁地区野外剖面建立的笔石带与根据该区内两口钻井岩心建立的笔石带之间就存在着较大的差异,同一笔石带的笔石属种不同。根据文献[14]的研究成果,麒麟乡麒麟新桥剖面的观音桥层灰岩顶部 1 cm 地层中可见到较多的笔石化石,并根据 *Normalograptus medius* (Törnquist) 和 *N.daedalus* 代表性分子确定了 *Metabolograptus persculptus* 带(LM1)的存在。然而,在距该野外剖面仅 2.5 km 的一口浅井岩心中,LM1 带的确定则是根据观音桥层灰岩之上 0.53 m 处发现的 *Metabolograptus ? rhizinus* (Li & Yang),而没有发现上述野外剖面中的代表性分子。

此外,基于对岩心的保护,一般按 30 ~ 50 cm(下部)和 3 ~ 5 m(上部)的采集密度沿页岩层间的开裂面采样观察^[14],由此留下了一些样品空白区以及重要笔石缺失段,参见本文参考文献[14]图 3 和文献[17]图 3、6。考虑到一些笔石带的厚度仅有几十厘米或几米,而且各笔石带的界线均采用带化石或特征分子的“首现”为标准。因此,用来判断各笔石带底界的关键化石的“首现”可能并不是最低^[14],甚至因为找不到相关化石证据而只能依靠推测或存疑(?),或者干脆将多个笔石带合并处理(参见本文参考文献[15-17]),由此必然会影响到笔石带划分的准确性。

正是因为上述种种原因,在一些有关四川盆地钻井岩心笔石带地层划分对比的研究成果中,可以看到下述一些或自相矛盾或不甚符合实际地质情况的现象。

1) 在不同文献中,同一口井(如威 202 井)中笔石带的划分不同且对应深度也不相同,如本文参考文献[15]图 3、文献[16]图 4 与文献[18]图 2-1-14。

2) 同一口井(如威 205 井)同一笔石带划分的深度不一致,如文献[16]图 2、5。

3) 一些笔石带的界线划定缺乏化石证据,如文献[17]图 3、4。

4) 作为赫南特阶第一个笔石带的 WF4 在各钻井剖面上出现的位置存在着以下 4 种不同情况:①五峰组观音桥层之下,如文献[14]、[18];②五峰组观音桥层之内,如文献[15]中的大部分钻井;③五峰组观音桥层和龙马溪组底部页岩之中,如文献[15]中的麒麟乡浅井;④观音桥层之上的龙马溪组底部页岩中,如文献[15]中的仁页 1 井。

5) 根据笔石带划分结果^[18],川南地区南北区块的各钻井之间 LM6—LM8 带和 LM9 带的厚度差异巨大(表 4)。这从等时沉积的观点难以解释其合理性。

在不同的文献中甚至在同一篇研究成果中,同一口钻井剖面上笔石带的划分结果不一致的原因可能还存在着其他一些不得而知的人为因素。无论如何,这至少反映出岩心笔石分带存在的不确定性和局限性,并由此引发对钻井剖面页岩层系笔石带划分对比可靠性的质疑。

最后,从古生物学的角度来看,五峰组—龙马溪组黑色页岩岩心笔石带的建立可能还存在着化石鉴定样本太少而缺乏统计学意义以及定带方法是否合理等诸多问题。壳牌公司的一位古生物专家 Ronald Besems 认为(内部技术交流,2013),笔石等古生物化石的定带应该满足基本的样本统计规则,即每块样品一般要达到 250 个(至少 100 个)化石样本数量,而且应基于化石“末现”的顶界而不仅仅是依据“首现”的底界来定带,否则笔石带的划分便存在着极大的不确定性。

毋庸讳言,从上述分析可知,采用钻井岩心笔

表 4 四川盆地相关页岩气钻井龙马溪组页岩岩心笔石带划分及厚度对比数据表

单位: m

笔石带	W202 井	W204 井	Z201 井	L202 井	N211 井	N203 井	JY1 井	WX2 井
LM9	240.61	417.17	410.18	0	0	0	0	514.20
LM6—LM8	24.60	26.03	15.70	558.56	113.31	289.00	203.03	49.66

注: 1) 表中数据引自本文参考文献[18]。

石带划分对比五峰组—龙马溪组黑色页岩层系显然存在着一定的局限性，虽不否认其所能发挥的分层辅助作用，但也不能不顾事实地夸大其意义，而是应该针对所存在的问题按科学的方法进行改进与完善。根据沉积旋回、测井曲线和化学地层分析^[21]，综合划分对比五峰组—龙马溪组黑色页岩层系，应该是目前比较可靠而又行之有效的一种方法。除笔石生物之外，几丁虫^[22]、牙形石和疑源类等微体古生物化石在奥陶系—志留系生物地层划分与对比上也具有重要的应用价值，而且由于生物个体微小，可用于钻井岩屑分析，似乎比岩心笔石分析更具优势，值得重视。

2 不同实验室分析结果对比

为了检验测试数据的可靠性，提高实验室分析工作的质量，一般都要开展实验室之间的比对工作。在四川盆地页岩气勘探开发过程中，曾经将一些钻井的页岩岩心送往国内外多家实验室进行过分析测试。这就为开展同一样品或同一深度层段样品的测试结果对比分析提供了可能。

2.1 有机质含量分析结果对比

将同一块页岩岩心样品先后送两家实验室的 LECO 碳硫分析仪进行总有机碳含量（TOC）测试，其中 31 块样品属于下寒武统筇竹寺组（编号 1～31，下同），9 块样品为下志留统龙马溪组（编号 32～40，下同），两组测试结果之间存在着明显的差异，如图 2 所示。

显然，SW 实验室的 TOC 测试结果均比美国 Core Lab（以下简称 CL）实验室低，一些样品的差值较大，另一些样品的差值则较小，说明实验室之间并不存在由于仪器本身引起的某一系统误差。除了小块样品取样部位不同有可能存在些许的差异外（详见下述），根据有机碳含量实验分析规程和一些实验分析人员的经验（私人交流，2019），样品处理

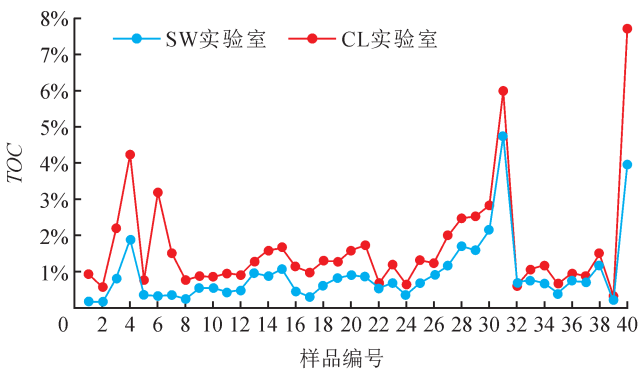


图 2 同一块页岩岩心样品 TOC 分析结果对比曲线图

的质量甚至是坍塌质量等因素都有可能造成测试数据的较大变动。若以具有页岩气商业开发价值的优质页岩有机质丰度（ w_{TOC} ）大于 2.0% 的标准^[23]来看，在 CL 实验室测试的结果中，筇竹寺组除了底部层段（27～31 号样品为代表）外，其上部层段（3～6 号样品为代表）也是一套优质的页岩气层，随后的完井压裂结果也充分证实了这一分析认识。因此，CL 实验室的 TOC 测试结果似乎更加符合于生产实际。

2.2 矿物组分含量分析结果对比

表 5 列出了 LF、XN 两家实验室对同一口井、同一井段（WX202 井，1 945～1 988 m 井段）页岩岩心 X 射线衍射分析的结果。从统计结果来看，两家实验室分析的全岩矿物组分含量之间存在着明显的差异。XN 实验室的石英与黏土矿物的平均比值高达 3.25，而 LF 实验室仅为 1.47，两者的岩石脆性特征存在着较大的差异。前者的平均矿物脆性指数近 70，而后的平均矿物脆性指数约为 50。总体上，WX202 井这套 43 m 厚的页岩层段如果按 XN 实验室分析的结果显然具有较高的脆性，而如果按 LF 实验室分析的结果则表明页岩脆性表现为中等。究竟哪家实验室的分析结果更能代表实际情况，仅从表 5 所列统计数据上很难作出判断，而不同的分析结果

表 5 WX202 井 1 945～1 988 m 井段五峰组—龙马溪组页岩全岩矿物组分及其含量 X 射线衍射分析统计数据表

实验室	统计项目	石英	钾长石	斜长石	方解石	白云石	黄铁矿	黏土矿物
LF	最小值	31.40%	1.50%	5.70%	0	0	2.80%	16.70%
	最大值	61.30%	3.30%	9.20%	16.30%	15.40%	17.60%	47.10%
	平均值	42.89%	2.15%	7.37%	6.31%	5.25%	6.92%	29.11%
XN	最小值	40.20%	0	1.40%	0	0	0.10%	7.80%
	最大值	88.80%	0	12.70%	25.70%	23.90%	10.80%	32.00%
	平均值	61.21%	0	6.71%	5.48%	2.76%	5.01%	18.83%

无疑会对压裂工程设计产生较大的影响。

对于页岩黏土矿物组分的 X 射线衍射分析结果,在不同的实验室之间也有可能存在着较大的差异。SW 实验室的分析结果表明(表 6),WY201 井这段仅 40 m 厚的富有机质页岩的黏土矿物组成在纵向上存在着剧烈的变化特征。在热演化程度或成岩作用阶段基本相同的情况下,很难理解为何这段黑色页岩的伊蒙混层含量及其层间比可以分别从零剧增至 94% 和 40%。此外,伊利石和绿泥石含量的变化范围也较大。相比之下,美国 Weatherford(以下简称 WF)实验室对于同一口井、同一井段的黏土矿物分析结果则显示各组分在纵向上较为稳定(表 6)。显然,后者应该比较符合实际地质情况。

2.3 反射率测定结果对比

镜质体反射率(R_o)是目前应用最广泛且最实用的一项有机质成熟度指标。由于受样品抛光质量、样品类型(全岩或干酪根)、镜质组组分识别(原地或异地、镜质体或固体沥青)以及有效测点数目等诸多因素的影响,不同实验室之间甚至同一实验室的不同分析人员之间对于 R_o 的测定结果都有可能出现较大的差异^[24-26],由此引发 R_o 测定的准确性问题。而且,在几乎所有的烃源岩地球化学分析项目中, R_o 的测定结果可能受人为因素的影响最大,在缺乏高等植物的下古生界海相页岩中尤为如此。

众所周知,五峰组—龙马溪组页岩中缺乏来源

于高等植物的镜质组显微组分,但却存在着大量由原油裂解而来的沥青体分散在页岩中。因此,通常测定的是页岩中固体沥青的反射率(R_{ob}),再将其按目前国际上通用的 Jacob 公式^[27]换算成镜质体反射率。即便是如此,不同实验室测定的五峰组—龙马溪组页岩沥青反射率仍然存在着较大的差异。表 7 列出了 4 家实验室测定的几口钻井岩心的沥青反射率,并将同一区块中相邻较近的两口钻井测试结果合并在一起。总体上,几家实验室的反射率测点数均较少,只有少量样品的测点数可以达到至少 20 个测点以上的测试要求。无论浅井还是深井,不同实验室测试的同一口井、同一井段五峰组—龙马溪组页岩 R_o 值相差甚大,而且数据点较为分散,主要分布在 2.0%~3.5% 之间(图 3)。相对而言,美国 Terra Tek(以下简称 TK)实验室测定的 R_o 值明显偏低,而 SW 实验室测定的结果则略显偏高。尽管准确地测定五峰组—龙马溪组页岩 R_o 值的确比较困难,但是从实际地质情况来看,同一口井、同一井段的 R_o 存在着如此大的变化范围仍难以理解。如何获得真实可信的反射率测定值,仍然是需要实验分析人员共同努力解决的一个棘手问题。

2.4 含气量分析结果对比

页岩含气量是页岩气资源潜力评价中的一项重要指标,被广泛应用于南方海相页岩气地质选区评价中^[23]。由于页岩含气量的测试技术源自煤层气,而

表 6 WY201 井 1 501~1 541 m 井段龙马溪组页岩岩心黏土矿物组分及其含量 X 射线衍射分析统计数据表

实验室	统计项目	伊利石	伊蒙混层	高岭石	绿泥石	层间比
SW	最小值	3.0%	0	0	3.0%	0
	最大值	78.0%	94.0%	0	38.0%	40.0%
	平均值	49.7%	29.3%	0	21.0%	12.6%
WF	最小值	61.0%	3.5%	微量	29.0%	10.0%
	最大值	64.6%	6.0%	4.0%	31.0%	15.0%
	平均值	62.7%	4.5%	2.7%	30.1%	10.0%~15.0%

表 7 四川盆地部分钻井五峰组—龙马溪组页岩岩心反射率测定统计数据表

实验室	HY-2 井/HY-2D 井		XW-1 井/GX-1 井		N-201 井		Y101 井/ZH-101 井	
	R_{ob}	测点数	R_{ob}	测点数	R_{ob}	测点数	R_{ob}	测点数
TK	1.42%~1.58%	10~25	2.03%~2.13%	12~26	—	—	1.88%~2.58%	24~50
WF	—	—	—	—	2.35%~2.59%	15	2.90%~3.57% ^①	10~37
SL	2.08%~2.20%	5~51	2.78%~3.60%	—	—	—	2.84%~3.54%	11~30
SW	2.60%~2.89%	8~15	2.49%~3.10%	6~13	3.26%~3.80%	8~15	—	—

注:①样品为页岩岩屑。

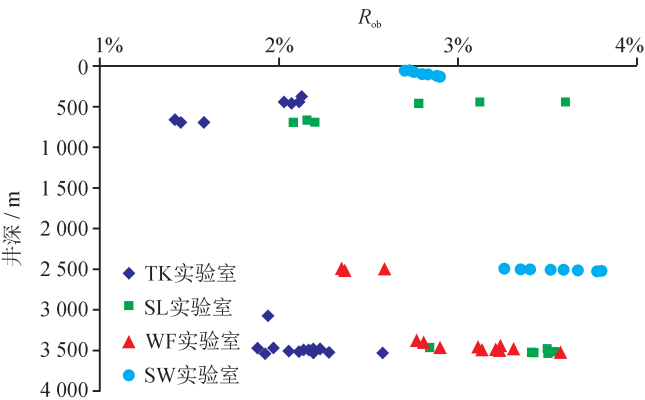


图3 四川盆地五峰组—龙马溪组钻井页岩岩心固体沥青反射率测定结果对比图

大多数高产页岩中 50% 以上的气体为游离气，对页岩现场取心过程中损失气量的估算准确与否便成为影响含气量最终结果的一个关键因素^[25]。而且，页岩中游离气体的逸散一般呈指数式，采用直线回归拟合推算的损失气量往往存在着被低估的现象，其中尤以高地层压力、高孔隙度的深层页岩为甚^[25]。

目前，国内广泛开展的页岩含气量分析由于各家实验室的解析装置、测试分析条件以及所采用的回归拟合方法不尽相同，由此造成实验室之间测定的页岩含气量可比性较差，从表 8 所列对比数据可见一斑。WX202 井 1 945 ~ 1 988 m 井段五峰组—龙马溪组页岩岩心的有机质丰度平均值达 4.0%，为一套生烃能力极强的富有机质页岩，但两家实验室在该段页岩中测得的含气量却大相径庭。虽然两家实验室在现场解析的气量相差不大，但损失气量相差甚远，而且 FY 实验室的损失气量高于解析气量，XN 实验室则相反，其解析气量明显高于损失气量。若以页岩含气量 2.0 m³/t 为评价参数阈值^[23]，根据 FY 实验室分析结果，WX 202 井这套 43 m 厚的黑色页岩无疑是一套有利的页岩气层，而 XN 实验室的分析结果则不支持上述认识。

表 8 WX202 井 1 945 ~ 1 988 m 井段五峰组—龙马溪组页岩岩心现场含气量分析统计数据表 单位：m³/t

实验室	统计项目	解析气含量	损失气含量	含气量 ^①
FY	最小值	0.62	0.69	1.44
	最大值	2.15	3.79	5.63
	平均值	1.33	1.98	3.31
XN	最小值	0.75	0.24	1.29
	最大值	1.45	1.71	3.03
	平均值	1.10	0.77	1.86

注：①不包含残余气含量。

页岩现场含气量分析是国内许多页岩气研究机构和开采公司都十分重视的一项实验工作。显然，含气量分析结果所存在的差异与分析质量问题将直接影响到页岩气资源量、储量评价结果，以及对页岩气开采潜力的正确认识。因此，为了提高页岩含气量的测试精度，针对页岩含气量分析中存在的诸多问题，提出了各种改进措施和方法^[28-29]。实际上，由于页岩含气量分析数据存在的不确定性，国外油公司较少采用页岩现场含气量指标来确定页岩气开采的潜力大小或开展有利区筛选。即使在页岩气保存条件较差的南方复杂构造区，下古生界海相页岩中测试的残留气体含量仍然有可能会很高，但其开采潜力和资源规模则可能并不乐观^[30]。2011 年以来在湘鄂西、渝东南、黔北等页岩气招标区块内开展的大范围页岩气勘探开发工作的惨淡结局^[31]便是有力的证据。因此，根据页岩含气量大小来确定页岩气开采潜力高低有可能会产生误判，而且实测的含气量与单井实际产能之间并不存在着必然的对应关系。

3 影响页岩分析数据结果的若干因素

影响页岩分析数据结果的因素很多，其中最直接、最明显也是最大的影响因素无疑是实验室本身的分析质量问题，这涉及整个实验分析管理工作的诸多方面。对于在分析实验中如何提高结果的准确性和可靠性，以及如何加强实验室管理、严格规范操作、坚守实验规程和标准，以确保分析质量，已有分析实验专业人员做过相关研究^[32]，此不赘述。笔者在此仅对分析实验之外可能会被只关心分析数据使用的科研人员所忽略的一些影响因素进行粗浅分析。

3.1 样品类型

目前，用于页岩有机质分析测试的样品主要来自钻井岩心、岩屑和野外露头。但是，由于受风化作用等因素的影响，上述 3 种样品的有机质地球化学分析结果有可能存在着较大的差异。野外采集的页岩样品中，露头风化样品与未风化的新鲜样品的有机质丰度 (w_{TOC}) 和生烃潜力 ($S_1 + S_2$) 具有明显的差异，两者的有机质丰度平均值可以相差 2 倍以上，而生烃潜力则可相差 4 倍以上^[33]。因此，若采用野外露头样品分析资料来评价页岩的生烃潜力，首先应该保证所取样品的的新鲜程度。若有条件钻浅井取心更加符合样品分析的要求。

与页岩岩心样品相比，岩屑样品的有机质丰度均较低，而且放置的时间越久，有机质丰度就越低，

特别是生烃潜力指标的降低幅度最大（表 9）。这一方面是受氧化作用的影响，放置时间较长的岩屑中无机碳含量会增加，而有机碳含量则减少^[25]；另一方面也有可能因为在岩屑样品的处理过程中（如烘烤、冲洗等）往往会损失一部分有机质，或者由于混入

上覆层段贫有机质的岩屑而使其有机质丰度被稀释。因此在使用岩屑样品进行分析时，应尽量采用未经烘烤的湿样以及新鲜的岩屑样品，以保证岩屑样品分析测试结果的真实性和代表性。

除了前述影响因素外，采用页岩全岩样品还是

表 9 不同类型页岩样品的有机质丰度统计数据对比表

美国得克萨斯州 Fisher 郡宾夕法尼亚系页岩 ^①			中国川南地区 CN101 井五峰组—龙马溪组页岩		
样品类型	w_{TOC}	$S_1+S_2/(mg \cdot g^{-1})$	样品类型	第一层段 w_{TOC} 平均值	第二层段 w_{TOC} 平均值
新鲜岩心	5.43%	26.43	新鲜岩心	3.37%	2.12%
新鲜岩屑	4.57%	16.03	新鲜岩屑	2.49%	1.84%
陈旧岩屑	3.04%	8.50	—	—	—

注：①数据来自本文参考文献 [25]。

采用页岩处理后富集的分散有机质（如干酪根）样品，基于不同类型样品测定得到的 R_o 值有可能也会存在着一定的差异。通过对美国科罗拉多州上白垩统 Pierre 页岩的镜质体反射率测定结果的对比发现，同一个分析人员测定的全岩样品的 R_o 值略低于分散有机质样品中的测定值^[34]。由于我国下古生界页岩样品中一般测定的是沥青反射率，用全岩样品测定的反射率无疑更加准确和可靠。

3.2 取样部位

泥质烃源岩有机地球化学研究结果表明，细粒沉积岩中有机质的聚集存在着广泛的差异性，其丰度和类型都可能由于沉积环境的变动而发生纵、横向上的明显变化^[24, 35]，甚至在厘米级的范围内都可能存在着较大的差异^[36]，其中湖相沉积尤为如此。因此，从有机质差异聚集的观点来看，取样部位不同，有可能会在一定程度上影响到有机质含量分析的结果。

曾经有学者采用手动牙钻采样方法对五峰组—龙马溪组笔石页岩样品进行微区取样，以分析同一块页岩岩心上笔石体、围岩及全岩的有机质含量分布情况^[37]。由于笔石体是笔石虫体所分泌的骨骼，在页岩中常呈一层碳质薄膜保存^[19]，而牙钻微区取样无论钻取的样品厚度多薄，都会包括页岩本体。因此，本文参考文献 [37] 中所谓的笔石体、围岩和全岩的 TOC 分析结果（表 10），完全可以被视作为在同一块页岩岩心层面上不同区域取样的 TOC 分析结果。从表 10 中可以看出，10 块岩心样品中笔石体、围岩和全岩三者之间的 TOC 除个别样品外，均存在着较明显的差异。这显然与岩心层面上笔石的丰度无关，而可能与有机质富集过程中的差异性有关，即页岩中的有机质在纵、横向上呈现出差异分布特征。

表 10 长宁地区五峰组—龙马溪组页岩岩心不同部位 TOC 分析数据对比表

样品序号	笔石丰度	TOC _{笔石体}	TOC _{围岩}	TOC _{全岩}
1	5%	5.7%	4.3%	4.4%
2	10%	6.7%	4.0%	4.1%
3	15%	5.6%	3.3%	4.8%
4	20%	4.8%	4.0%	4.7%
5	25%	4.4%	4.2%	4.4%
6	30%	4.4%	3.9%	4.7%
7	35%	5.2%	4.1%	4.0%
8	40%	5.3%	4.4%	4.5%
9	45%	5.8%	4.2%	4.8%
10	50%	6.7%	5.3%	5.7%

注：1）表中数据来自本文参考文献 [37]。

因此，在对页岩岩心的取样分析之前，需要考虑清楚在什么部位取样，或者采取何种取样方式（如大样或小样、平行层面或垂直层面、柱塞样或粉碎样），才能够代表所取整块岩样的特征，以确保最终的分析与评价结果具有代表性。这就涉及页岩岩心的科学取样问题，详见下节。

3.3 取样方法

对页岩的大量分析与研究结果表明，看似细粒、均质的页岩实际上由于沉积与成岩作用的影响而表现出很强的非均质性。因石英、碳酸盐和黏土三大类矿物组成的变化，页岩的岩相类型多样，而且纵向上常与砂岩、碳酸盐岩等其他岩类互层，并随着有机质丰度和含气性的变化呈现出产气的页岩储层与不产气的页岩盖层相间的特点。为了页岩气测井解

释与完井压裂设计的需要,在挑选页岩分析样品时,应该尽可能地涵盖各类岩相,以反映出整个页岩取心层段不同尺度的非均质特征。这样才能通过样品分析最终优选出储层品质(RQ)和完井品质(WQ)最佳以及水力压裂缝几何形态控制最佳的“甜点”层段。因此,在分析测试之前,制订合理、规范的页岩取样方案就显得十分重要。

在页岩气科研与生产中,通常采用的是常规取样方法,或等间距取样,或主观随机取样,但上述方法往往会遗漏一些重要的页岩岩相,以致于无法全面地了解整个页岩取心层段的非均质性。实际上,国外一些实验室如美国CL、TT以及WF等实验室普遍采用测井曲线的聚类分析方法,在纵向上首先划分、标定出页岩取心层段的所有岩相类型,再根据非均质性分析(HRA)和概率特征曲线分析,确定每个页岩岩相中所需取样的最佳位置与数量。这种较为科学的取样方法可以将页岩分析样品的选取步骤规范化和标准化,由此能够更加全面而有效地获得对整个页岩取心段的统计规律认识。

采用上述两种(常规取样与标准化取样)不同的取样方法,对川南地区一口页岩气井龙马溪组底部岩心段分别选取样品,并且在同一个实验室内开展了TOC分析(图4)。分析结果表明,取样方法的不同有可能造成页岩岩心有机质含量评价结果产生较大的差异。按等间距常规取样的分析结果,图4中这

段近28 m的黑色页岩层段TOC主要分布在2%~4%之间,平均值为2.88%;而按照标准化方法取样分析的结果,其TOC的主要分布范围为3%~5%,平均值高达3.74%,其有机质含量明显较前者分析结果高。采用同样的方法,对另外3口钻井五峰组—龙马溪组页岩岩心开展的TOC分析结果也显示出与此相似的趋势,即采用标准化方法取样测定的TOC总体上高于采用常规方法取样分析的结果。

目前,从页岩岩心处理(如伽马扫描、剖切、照相、非均质性分析、划痕测试等)到页岩岩心的标准化取样制样和各项测试分析,美国CL等几大综合性专业实验室都建立了一整套系统、完整和规范化的致密岩石分析(TRA)流程与实验方法,并且形成了各自独特的分析技术和方法专利。毋庸置疑,开展页岩岩心的科学取样分析,也是保障页岩分析数据质量的一个重要环节,值得国内同行学习与借鉴。

3.4 分析方法

同一种分析项目可以采用不同的分析方法或仪器设备来测定,但是不同分析方法测定的结果则有可能存在着较大的差异。因此数据的使用者往往需要了解数据的来源,即采用何种分析方法以及在何种测试条件下测定的,特别是页岩的岩石物性分析方法众多,更需要了解清楚各种分析方法的特点及其应用条件。否则,在岩心分析数据的使用或引用他人的文献数据时就有可能出现差错。

页岩气储层评价参数的岩心测定方法很多,即使是同一种储层特征参数也可以有不同的岩心测试方法和分析数据来源。目前,尚未像常规岩心分析那样建立起有关非常规体系测试分析的相关标准,由此造成同一分析项目在不同的测试方法之间以及在不同的实验室之间其结果有可能产生极大的不一致性^[38]。其中,尤以页岩储层物性的测定为甚。

3.4.1 有机质与矿物组分测定

页岩TOC的测定方法主要有LECO碳硫仪与Rock-Eval岩石热解仪两种,尽管其TOC测试原理基本相同,但前者在对岩石粉末高温燃烧前需做盐酸处理以除去无机碳,而后者直接高温热解岩石中各部分有机质,最后进行TOC计算(私人交流,2019)。同一岩心样品的实验对比分析结果表明,采用上述两种分析方法测定的页岩TOC值基本上可以对比,但是有些样品也存在着明显的差异(图5)。如果叠加如前所述的分析取样因素,上述两种TOC分析方法所得结果之间产生的差异有可能会更大。

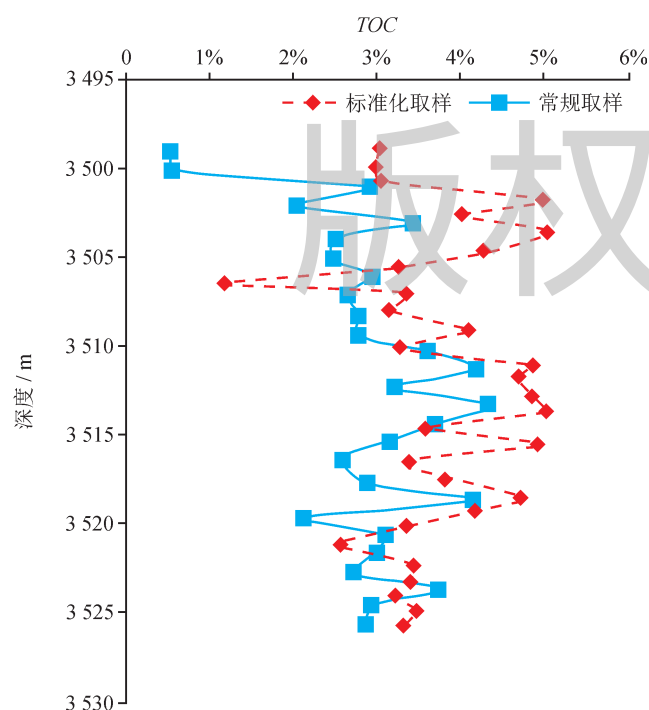


图4 川南地区某井龙马溪组页岩岩心TOC随井深变化曲线图

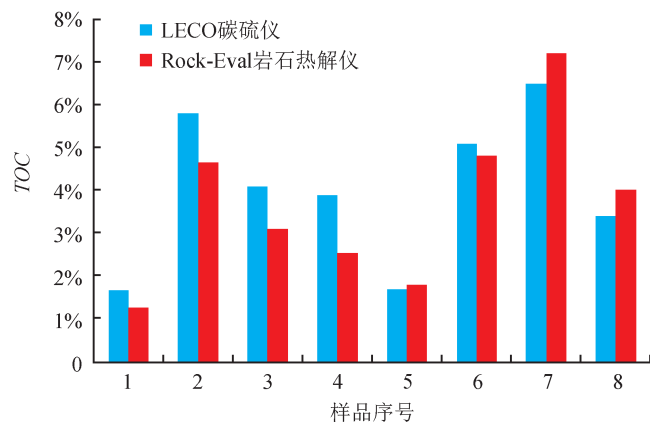


图5 川南地区五峰组—龙马溪组页岩岩心 TOC 分析结果对比直方图

页岩矿物组分的分析方法较多,除显微镜方法(如薄片、扫描电镜元素分析等)外,主要还有 X 射线衍射(XRD)、X 射线荧光(XRF)、傅氏转换红外光谱(FTIR,简称红外光谱)以及 ICP-MS 元素分析等方法。XRD 通常用于分析页岩的主要矿物组成(石英、碳酸盐和黏土等),但是在全岩分析时因未将黏土分离往往会过高估计页岩中的石英含量(图6)。相比之下,FTIR 方法则可以有效地克服 XRD 方法的不足,只是需要在分析前采用低温等离子刻蚀(Plasma Etching)清除有机物^[38]。FTIR 方法分析的页岩黏土含量明显比 XRD 方法高,而石英含量则较低(图6)。Sondergeld 等的研究表明,采用 FTIR 方法获得的黏土总体积含量与测井分析的黏土体积含量之间吻合度最佳。

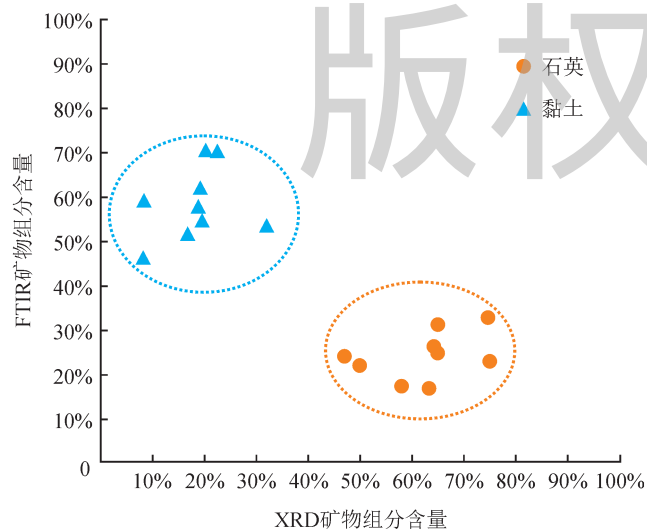


图6 采用 XRD 和 FTIR 两种方法分析的页岩石英与黏土含量对比图

(引自本文参考文献[38],略有修改)

3.4.2 岩石物性分析

较之于常规油气砂岩和碳酸盐岩储层相比,页岩储层纹理发育且塑性较强,很难钻取到可用于物性分析的合格柱塞样品。在样品的钻取和处理过程中,页岩柱塞中容易产生人工微裂缝,从而人为地增加页岩的基质渗透率。此外,页岩柱塞样品的表面积与体积比低,分析过程中压力达到稳定状态所耗时间较长,采用常规岩心分析方法往往难以获得真实的页岩基质孔隙度和渗透率数据。有鉴于此,1996 年原美国天然气研究所(GRI)研发了一种可用于页岩储层评价的岩石物性实验分析技术,简称为 GRI 方法或岩样粉碎法^[38-41]。目前,北美地区页岩气储层评价中通常采用的都是 GRI 方法。尽管一些学者对 GRI 方法也提出了商榷意见与改进建议^[38-39],但不同实验室的页岩岩心分析总体上均基于 GRI 分析流程。

由于物性测试方法的不同,采用常规柱塞样品与 GRI 粉碎样品分析的页岩物性数据之间存在着明显的差异。图7为川南地区 CN12 井的页岩岩心孔隙度随井深变化曲线图。这段长度近 70 m 的五峰组—龙马溪组页岩岩心采用柱塞样品测定的孔隙度明显比 GRI 方法测定的孔隙度低,后者的平均孔隙度几乎是前者的 2 倍。而川南地区五峰组—龙马溪组页岩渗透率的测定结果则显示,无论是采用柱塞样品测定的稳态气体渗透率还是脉冲衰减法渗透率,均比 GRI 压力衰减方法测定的渗透率高几个数量级(图8)。柱塞样品测定的五峰组—龙马溪组页岩渗透率一般为毫达西(mD)至微达西(μ D)级,而粉碎样品测定的页岩渗透率一般为纳达西级(nD)。从样品分析数据的统计结果可以看出,常规方法测定的数

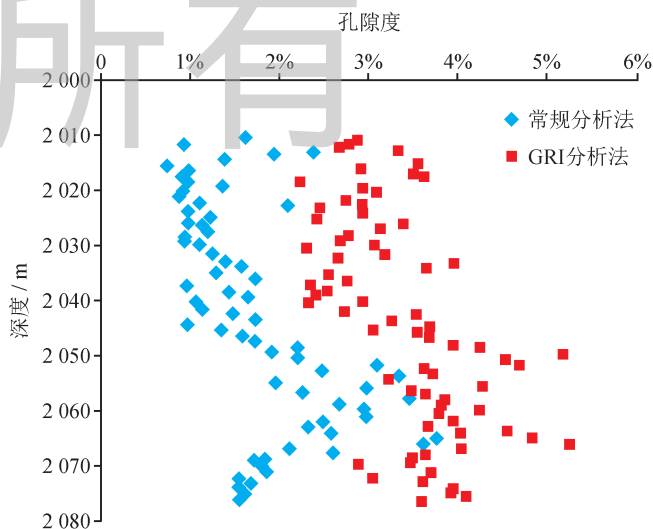


图7 川南地区 CN12 井的五峰组—龙马溪组页岩岩心孔隙度随井深变化曲线图

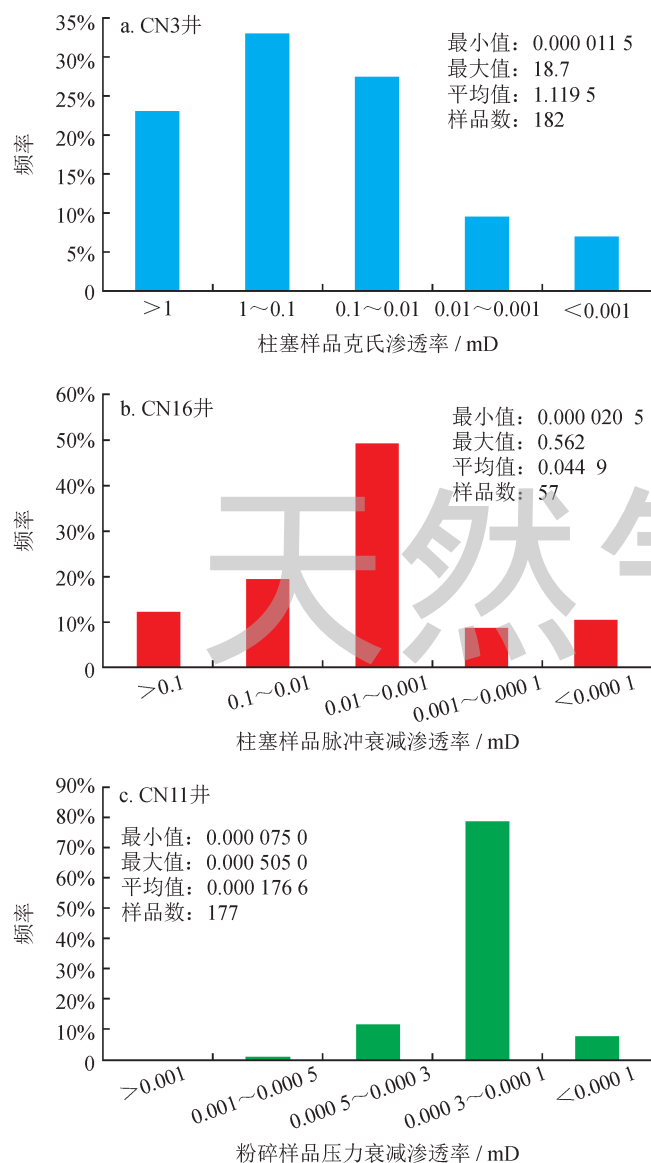


图8 不同方法测定的川南地区五峰组—龙马溪组页岩岩心渗透率统计直方图

据分布范围较宽 (图8-a、b)，这可能与页岩柱塞样品的钻取和处理有关。与之相比，GRI方法测定的数据分布范围则较为集中 (图8-c)。大量的页岩样品GRI分析结果表明，美国各大页岩气区的页岩气层渗透率一般介于300~1 000 nD^[23]，而川南地区五峰组—龙马溪组页岩气层的平均渗透率则一般介于200~400 nD。

即使北美地区页岩岩心分析较为统一的GRI方法，也存在着不同实验室之间测试结果的对比性较差的问题，特别是不同实验室测定的页岩基质渗透率可以相差2~3个数量级^[38, 42]。此外，常规岩心分析通常可以取得储层孔隙压力条件下的物性参数，而GRI方法在无储层应力条件下测定的页岩渗透率

并不能够代表页岩储层原地的基质渗透率，以及各家实验室之间缺乏公开、统一的数学计算公式^[42]。这些问题给页岩气储层评价与储量计算工作都带来了极大的不确定性。尽管GRI分析流程可能基本相似，但是各实验室在样品的处理过程中粉碎、筛分颗粒的大小，抽提的方法以及渗透仪的设计、测试条件的细微差异或不同，均有可能造成页岩物性分析结果的不一致性^[38, 42]。

目前，国内页岩气科研与生产中基本上采用的是柱塞样品的岩心分析方法^[43]。尽管也有根据GRI法发展的页岩渗透率测试专利技术相继问世，但遗憾的是尚未投入批量商业性应用，其测试的稳定性与准确性还有待于检验。因此，在与北美各大页岩气区页岩岩心分析资料进行对比时，首先应该弄清楚分析方法与实验条件是否具有可比性，否则就有可能得出并不符合实际情况的认识与结论。而在国内页岩岩心分析方面，似乎有必要对现有的实验分析方法进行综合对比与优选，建立一套广泛适用于国内页岩油气行业的实验分析技术流程与标准。

4 结束语

影响页岩分析数据的因素远不止本文所谈及的这点内容。中国国家标准GB/T 29172—2012^[44]根据美国石油学会1998年制定的岩心分析推荐做法 (API RP40) 中列举的影响因素，从页岩的取心、保存、运输到室内的取样制样、样品处理，直至仪器操作和测试条件的控制，整个过程的每一步都可能影响到页岩岩心分析数据的准确性。为了取得真实可靠的测试数据以及保证分析质量，分析实验的每一项工作都必须严格遵循相关的实验规则和分析质量要求。除了分析实验室内部应该建立起一套科学的分析质量保证与控制体系 (QA/QC) 之外，重视和接受数据使用者的外部质量监督与意见反馈也是促进和提高分析质量的一条有效途径。

除了测试方法的不同以及实验室本身的分析质量问题以外，样品类型的不同、取样部位或取样方式的不同，均有可能造成页岩测试分析数据的结果存在着较大的差异，进而影响到对地下页岩油气地质规律与资源勘探开发前景的客观认识。因此，必须加强实验室统一的岩心分析科学管理工作，建立从页岩岩心剖切处理到标准化取样制样一整套系统和规范化的分析流程。使用分析数据的科研人员也需要弄清楚所获得的数据是采用何种方法测定的，分

析报告的结果是在何种实验条件下获得的^[44]。唯有严谨求实,才能最大限度地避免在科研工作中因为分析数据问题而产生的谬误。

本文部分内容曾在 2018 年“第三届天然气地球科学论坛”学术会议和中国石油西南油气田公司实验室管理工作研讨会上进行过交流,得到了该公司科技管理部门与有关学者的热心支持。成文中,周克明、张中华、郑平、张琦和田冲等实验分析人员就相关分析测试问题提供了热忱帮助,在此一并致谢!

参 考 文 献

- [1] 咎川莉, 罗丽蓉. 碳同位素检测值准确度与信号强度之间的关系探讨[J]. 质谱学报, 2014, 35(1): 90-96.
ZAN Chuanli, LUO Lirong. Discussion on the relationship between carbon isotope value precision and signal intensity[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2014, 35(1): 90-96.
- [2] 王东良, 马成华, 李剑, 等. 取样装置对天然气碳同位素检测结果的影响[J]. 天然气地球科学, 2010, 21(2): 345-349.
WANG Dongliang, MA Chenghua, LI Jian, et al. The effect of gas sampler on carbon stable isotope value of natural gas[J]. Natural Gas Geoscience, 2010, 21(2): 345-349.
- [3] 王哲, 李贤庆, 张吉振, 等. 四川盆地不同区块龙马溪组页岩气地球化学特征对比[J]. 中国煤炭地质, 2016, 28(2): 22-27.
WANG Zhe, LI Xianqing, ZHANG Jizhen, et al. Longmaxi Formation shale gas geochemical features comparison between different blocks in Sichuan Basin[J]. Coal Geology of China, 2016, 28(2): 22-27.
- [4] 高波. 四川盆地龙马溪组页岩气地球化学特征及其地质意义[J]. 天然气地球科学, 2015, 26(6): 1173-1182.
GAO Bo. Geochemical characteristics of shale gas from Lower Silurian Longmaxi Formation in the Sichuan Basin and its geological significance[J]. Natural Gas Geoscience, 2015, 26(6): 1173-1182.
- [5] 冯子齐, 刘丹, 黄士鹏, 等. 四川盆地长宁地区志留系页岩气碳同位素组成[J]. 石油勘探与开发, 2016, 43(5): 705-713.
FENG Ziqi, LIU Dan, HUANG Shipeng, et al. Carbon isotopic composition of shale gas in the Silurian Longmaxi Formation of the Changning area, Sichuan Basin[J]. Petroleum Exploration and Development, 2016, 43(5): 705-713.
- [6] ARTHUR J D, LANGHUS B, ALLEMAN D. An overview of modern shale gas development in the United States[EB/OL]. (2008-01-01)[2019-07-28]https://www.researchgate.net/publication/284221762_An_overview_of_modern_shale_gas_development_in_the_United_States.
- [7] BURTON W A. Unconventional completions—an operational comparison[C]//SPE Unconventional Resources Conference and Exhibition—Asia Pacific, 11–13 November 2013, Brisbane, Australia.
- [8] RODRIGUEZ N D, PHILP R P. Geochemical characterization of gases from the Mississippian Barnett shale, Fort Worth Basin, Texas[J]. AAPG Bulletin, 2010, 94(11): 1641-1656.
- [9] STRAPOC D, MASTALERZ M, SCHIMMELMANN A, et al. Geochemical constraints on the origin and volume of gas in the New Albany Shale (Devonian–Mississippian), eastern Illinois Basin[J]. AAPG Bulletin, 2010, 94(11): 1713-1740.
- [10] ZUMBERGE J, FERWORN K, BROWN S. Isotopic reversal ('rollover') in shale gases produced from the Mississippian Barnett and Fayetteville formations[J]. Marine and Petroleum Geology, 2012, 31: 43-52.
- [11] 邓焱, 胡国艺, 赵长毅. 四川盆地龙岗气田长兴组—飞仙关组天然气地球化学特征及成因[J]. 天然气地球科学, 2018, 29(6): 892-907.
DENG Yan, HU Guoyi, ZHAO Changyi. Geochemical characteristics and origin of natural gas in Changxing–Feixianguan Formations from Longgang gasfield in the Sichuan Basin, China[J]. Natural Gas Geoscience, 2018, 29(6): 892-907.
- [12] 张彩明, 许锦, 蒋启贵, 等. 在线富集—气相色谱法分析天然气中痕量轻烃[J]. 岩矿测试, 2013, 32(2): 290-295.
ZHANG Caiming, XU Jin, JIANG Qigui, et al. Analysis of Trace Light hydrocarbon in natural gas by an on-line preconcentration–gas chromatography[J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32(2): 290-295.
- [13] 陈旭, 樊隽轩, 张元动, 等. 五峰组及龙马溪组黑色页岩在扬子覆盖区内的划分与圈定[J]. 地层学杂志, 2015, 39(4): 351-358.
CHEN Xu, FAN Junxuan, ZHANG Yuandong, et al. Subdivision and delineation of the Wufeng and Lungmachi black shales in the subsurface areas of the Yangtze platform[J]. Journal of Stratigraphy, 2015, 39(4): 351-358.
- [14] 樊隽轩, 吴磊, 陈中阳, 等. 四川兴文县麒麟乡五峰组—龙马溪组黑色页岩的生物地层序列[J]. 地层学杂志, 2013, 37(4): 513-520.
FAN Junxuan, WU Lei, CHEN Zhongyang, et al. Biostratigraphy of the Wufeng–Lungmachi black shales at Qilin, Xingwen County, Sichuan Province[J]. Journal of Stratigraphy, 2013, 37(4): 513-520.
- [15] 聂海宽, 金之钧, 马鑫, 等. 四川盆地及邻区上奥陶统五峰组—下志留统龙马溪组底部笔石带及沉积特征[J]. 石油学报, 2017, 38(2): 160-174.
NIE Haikuan, JIN Zhijun, MA Xin, et al. Graptolites zone and sedimentary characteristics of Upper Ordovician Wufeng Formation–Lower Silurian Longmaxi Formation in Sichuan Basin and its adjacent areas[J]. Acta Petrolei Sinica, 2017, 38(2): 160-174.
- [16] 梁峰, 王红岩, 拜文华, 等. 川南地区五峰组—龙马溪组页岩笔石带对比及沉积特征[J]. 天然气工业, 2017, 37(7): 20-26.
LIANG Feng, WANG Hongyan, BAI Wenhua, et al. Graptolite correlation and sedimentary characteristics of Wufeng–Longmaxi shale in southern Sichuan Basin[J]. Natural Gas Industry, 2017, 37(7): 20-26.
- [17] 王红岩, 郭伟, 梁峰, 等. 宣汉—巫溪地区五峰组—龙马溪组黑色页岩生物地层特征及分层对比[J]. 天然气工业, 2017, 37(7): 27-33.
WANG Hongyan, GUO Wei, LIANG Feng, et al. Black shale

- biostratigraphic characteristics and stratigraphic correlation in the Wufeng and Longmaxi Fms of the Xuanhan-Wuxi areas[J]. *Natural Gas Industry*, 2017, 37(7): 27-33.
- [18] 罗超. 长宁—威远地区五峰组—龙马溪组页岩含气性控制因素及技术界限研究[R]. 成都: 中国石油西南油气田分公司勘探开发研究院, 2017.
- LUO Chao. Research on the controlling factors and the technical limit for shale gas content in Wufeng and Longmaxi Fms in Changning-Weiyuan area[R]. Chengdu: Exploration and Development Institute of PetroChina Southwest Oil and Gasfield Company, 2017.
- [19] 张永铭, 刘冠邦, 边立曾. 古生物学: 上册[M]. 北京: 地质出版社, 1988.
- ZHANG Yonglu, LIU Guanbang, BIAN Lizeng. *Paleontology (Volume One)*[M]. Beijing: Geological Publishing House, 1988.
- [20] 罗启后. 安岳运动对四川盆地中西部上三叠统地层划分对比与油气勘探的意义[J]. *天然气工业*, 2011, 31(6): 21-27.
- LUO Qihou. Significance of the Anxian Movement to the stratigraphic division and correlation of the Upper Triassic formations and their hydrocarbon exploration in the western central Sichuan Basin[J]. *Natural Gas Industry*, 2011, 31(6): 21-27.
- [21] MU Guoyan, SINGH N, WANG Shiqian, et al. Chemostratigraphy and sequence stratigraphic investigation of the Lower Silurian-Upper Ordovician hot shale, southeastern of the Sichuan Basin[C]//SPE 167022, presented at SPE Unconventional Resources Conference and Exhibition—Asia Pacific, 11–13 November 2013, Brisbane, Australia.
- [22] 梁艳, 唐鹏. 华南上扬子区早、中奥陶世几丁虫生物地层[J]. *地层学杂志*, 2016, 40(2): 136-150.
- LIANG Yan, TANG Peng. Early-middle Ordovician chitinozoan biostratigraphy of the Upper Yangtze region, South China[J]. *Journal of Stratigraphy*, 2016, 40(2): 136-150.
- [23] 王世谦, 王书彦, 满玲, 等. 页岩气选区评价方法与关键参数[J]. *成都理工大学学报(自然科学版)*, 2013, 40(6): 609-620.
- WANG Shiqian, WANG Shuyan, MAN Ling, et al. Appraisal method and the key parameters for screening shale gas play[J]. *Journal of Chengdu University of Technology (Science & Technology Edition)*, 2013, 40(6): 609-620.
- [24] DEMBICKI H. Three common source rock evaluation errors made by geologists during prospector play appraisals[J]. *AAPG Bulletin*, 2009, 93(3): 341-356.
- [25] JARVIE D M. Geochemical assessment of unconventional shale gas resource systems[M]. Reza Rezaee, ed. *Fundamentals of gas shale reservoirs*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2015: 47-69.
- [26] HACKLEY P C, ARAUJO C V, BORREGO A G, et al. Standardization of reflectance measurements in dispersed organic matter: Results of an exercise to improve interlaboratory agreement[J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2015, 59: 22-34.
- [27] JACOB H. Classification, structure, genesis and practical importance of natural solid oil bitumen ("migrabitumen") [J]. *International Journal of Coal Geology*, 1989, 11: 65-79.
- [28] 唐颖, 张金川, 刘珠江, 等. 解吸法测量页岩含气量及其方法的改进[J]. *天然气工业*, 2011, 31(10): 108-112.
- TANG Ying, ZHANG Jinchuan, LIU Zhujiang, et al. Use and improvement of the desorption method in shale gas content tests[J]. *Natural Gas Industry*, 2011, 31(10): 108-112.
- [29] 姚光华, 熊伟, 胥云, 等. 预加压测试页岩含气量新方法[J]. *石油学报*, 2017, 38(10): 1189-1193.
- YAO Guanghua, XIONG Wei, XU Yun, et al. A new method of pre-pressurized test on shale gas content[J]. *Acta Petrolei Sinica*, 2017, 38(10): 1189-1193.
- [30] 王世谦. 页岩气资源开采现状、问题与前景[J]. *天然气工业*, 2017, 37(6): 115-130.
- WANG Shiqian. Shale gas exploitation: Status, issues and prospects[J]. *Natural Gas Industry*, 2017, 37(6): 115-130.
- [31] 徐沛宇. 折腾7年一无所获, 中国页岩气新势力集体折戟[EB/OL]. (2019-07-17) [2019-08-08]. <http://yuanchuang.caijing.com.cn/2019/0717/4603208.shtml>.
- XU Peiyu. After seven years of fruitlessness, the new forces of shale gas in China have collectively broken[EB/OL]. (2019-07-17)[2019-08-08]. <http://yuanchuang.caijing.com.cn/2019/0717/4603208.shtml>.
- [32] 邢书才. 不当操作对化学检测实验室分析质量影响的研究[J]. *应用化工*, 2018, 318(8): 1626-1637.
- XING Shucai. Research on influence of improper operation on quality of analytical data in environmental monitoring laboratory[J]. *Applied Chemical Industry*, 2018, 318(8): 1626-1637.
- [33] 孟元林, 肖丽华, 杨俊生, 等. 风化作用对西宁盆地野外露头有机质性质的影响及校正[J]. *地球化学*, 1999, 28(1): 42-50.
- MENG Yuanlin, XIAO Lihua, YANG Junsheng, et al. Influences of weathering on organic matter of outcrop and correcting methods in Xining Basin[J]. *Geo Chimica*, 1999, 28(1): 42-50.
- [34] BARKER C E. A comparison of vitrinite reflectance measurements made on whole rock and dispersed organic matter concentrate mounts[J]. *Organic Geochemistry*, 1996, 24(2): 251-256.
- [35] CURIALE J A. Oil-source rock correlations—Limitations and recommendations[J]. *Organic Geochemistry*, 2008, 39(2): 1150-1161.
- [36] 张永刚, 蔡进功, 许卫平, 等. 泥质烃源岩中有机质富集机制[M]. 北京: 石油工业出版社, 2007.
- ZHANG Yonggang, CAI Jingong, XU Weiping, et al. *Organic enrichment mechanism in argillaceous source rocks*[M]. Beijing: Petroleum Industry Press, 2007.
- [37] 邱振, 邹才能, 李熙喆, 等. 论笔石对页岩气源储的贡献——以华南地区五峰组—龙马溪组笔石页岩为例[J]. *天然气地球科学*, 2018, 29(5): 606-615.
- QIU Zhen, ZOU Caineng, LI Xizhe, et al. Discussion on the contribution of graptolite to organic enrichment and reservoir of gas shale: A case study of the Wufeng-Longmaxi Formations in South China[J]. *Natural Gas Geoscience*, 2018, 29(5): 606-615.
- [38] SONDERGELD C H, NEWSHAM K E, COMISKY J T, et al. Petrophysical considerations in evaluating and producing shale gas resources[C]//SPE 131768, presented at SPE Unconventional Gas Conference, 23–25 February 2010, Pittsburgh, Pennsylvania, USA.

- [39] SINHA S, BRAUN E M, PASSEY Q R, et al. Advances in measurement standards and flow properties measurements for tight rocks such as shales[C]//SPE 152257 presented at the SPE/EAGE European Unconventional Resources Conference and Exhibition, 20–22 March 2012, Vienna, Austria.
- [40] LUFFEL D L, HOPKINS C W, SCHETTLER P D. Matrix permeability measurement of gas productive shales[C]//SPE 26633 presented at the 68th Annual Technical Conference and Exhibition of SPE, 3–6 October 1993, Houston, Texas, USA.
- [41] SUAREZ-RIVERA, ROBERTO, CHERTOV, et al. Understanding permeability measurements in tight shales promotes enhanced determination of reservoir quality[C]//SPE Canadian Unconventional Resources Conference, 30 October–1 November 2012, Calgary, Alberta, Canada.
- [42] PASSEY Q R, BOHACS K M, ESCH W L, et al. From oil-prone source rock to gas-producing shale reservoir—geologic and petrophysical characterization of unconventional shale-gas reservoirs[C]//CPS/SPE International Oil & Gas Conference and Exhibition, 8–10 June 2010, Beijing, China.
- [43] 中华人民共和国国家标准. 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.
- National Standards of the PRC. Measurement of helium porosity and pulse decay permeability of shale: GB/T 34533-2017[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [44] 中华人民共和国国家标准. 岩心分析方法: GB/T 29172—2012[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- National Standards of the PRC. Practices for core analysis: GB/T 29172-2012[S]. Beijing: Standards Press of China, 2013.
- (修改回稿日期 2019-10-08 编辑 居维清)

中国石油海外油气业务取得历史性突破

新年伊始,我国国际能源合作再传喜报。2020年1月13日,中国石油天然气集团有限公司(以下简称中国石油)所属中油国际公司的统计数据显示,2019年,中国石油海外油气权益产量当量达到1.04亿吨,实现历史性突破。互利共赢的油气合作在取得良好经济效益的同时,进一步提升了我国能源安全保障能力,有力带动了资源国经济社会发展,也为全球能源供应及油气贸易作出了积极贡献。

2011年,中国石油海外油气权益产量当量首次突破5000万吨,此后一直保持年均10%左右增速。海外油气权益产量当量从5000万吨跃升至1亿吨,仅用时8年。2019年,中国石油实现海外原油权益产量7926万吨,天然气权益产量315亿立方米。这些油气产量来自中国石油已建成的中东、中亚—俄罗斯、非洲、美洲、亚太五大油气合作区。其中,中东油气合作区贡献了超过65%的原油产量,成为中国石油海外原油主产区;在天然气生产方面,中亚—俄罗斯油气合作区产量占比达86%,多年持续领跑。

同时,响应“走出去”战略号召26年来,中国石油坚持自主勘探、效益开发,目前在33个国家运作着90个油气合作项目,在哈萨克斯坦阿克纠宾、伊拉克哈法亚、土库曼斯坦阿姆河、苏丹1/2/4区和3/7区等地建成多个千万吨级油气田,形成了以油气勘探开发为核心,集管道运营、炼油化工、油品销售于一体的完整产业链,构建起多元化的油气供给格局;已建成的中哈原油管道、中亚天然气管道、中缅油气管道累计输送原油近1.6亿吨,输送天然气超过3300亿立方米。

特别是近年来,中国石油认真践行国家“一带一路”倡议,持续打造互惠共赢的油气合作利益共同体。目前,中国石油在“一带一路”沿线19个国家执行51个油气合作项目,2019年沿线油气权益产量当量占海外权益总产量的83%。这些合作项目累计向沿线各国上缴税费超过670亿美元,带动当地就业超过10万人,惠及资源国人口超过300万人。

中国能源研究会常务副理事长周大地表示,中国石油开展国际能源合作,增加了全球能源供应量,有力保障了国内油气供应平衡。海外油气投资成为中国和资源国经贸往来的重要组成部分,互惠互利的油气合作也为共建人类命运共同体作出了重要贡献。

(天工 摘编自国务院国有资产监督管理委员会网站)