

引用: 陈曼霏, 王丽, 何家欢, 等. 岩石热解实验在页岩油储层含油性评价中的应用: 以川东北地区侏罗系凉高山组为例 [J]. 中国石油勘探, 2024,29(1):166-176.
Chen Manfei, Wang Li, He Jiahuan, et al. Application of rock pyrolysis experiment in oil-bearing property evaluation of shale oil reservoir: a case study of the Jurassic Lianggaoshan Formation in the northeastern Sichuan Basin[J]. China Petroleum Exploration, 2024,29(1):166-176.

岩石热解实验在页岩油储层含油性评价中的应用 ——以川东北地区侏罗系凉高山组为例

陈曼霏^{1,2} 王丽¹ 何家欢^{1,2} 谭杰¹ 洪海涛¹ 赵丹^{1,2} 孔令明¹
蔡长宏^{1,2} 谭雅倩¹

(1 中国石油西南油气田公司勘探开发研究院; 2 页岩气评价与开采四川省重点实验室)

摘要: 页岩油是保障国家长期稳产和上产的重要战略资源, 含油性及可动性评价在页岩油勘探甜点预测中具有重要指导意义。采用液氮冷冻取制样和岩石热解实验方法, 对川东北地区侏罗系凉高山组页岩油层系开展含油性及可动性评价实验研究和含油性影响因素分析, 取得以下 4 点认识: (1) 液氮冷冻取制样技术可有效避免样品中的轻烃损失, 所获含油性参数可更为真实地反映储层含油性; (2) 分段岩石热解方法可通过游离油、束缚油及固态烃含量表征储层含油性, 并通过最大可动油量占比(游离油含量 / 总含油量)表征原油可动性; (3) 凉高山组页岩油储层含油性和可动性受有机质丰度、成熟度、岩性和烃源体系的运移排烃及烃类运聚作用的共同影响, 有机质丰度越大储层含油性越好, 成熟度越高原油可动性越强, 但储层含油性越好和可动性越强, 原油越容易在储层中发生短距离运聚现象, 从而改变储层含油性; (4) 综合分析凉一段、凉三段的含油性、可动性、地球化学特征、物性和页岩油井的开发需求, 发现凉一段为优质页岩油勘探层段。岩石热解实验手段为页岩油含油性及可动性评价提供了新思路和新方法, 可有效支撑页岩油甜点区预测和开发方案设计。

关键词: 页岩油; 冷冻取制样; 分段岩石热解; 含油性; 可动性; 川东北; 凉高山组

中图分类号: TE125.3 文献标识码: A DOI: 10.3969/j.issn.1672-7703.2024.01.013

Application of rock pyrolysis experiment in oil-bearing property evaluation of shale oil reservoir: a case study of the Jurassic Lianggaoshan Formation in the northeastern Sichuan Basin

Chen Manfei^{1,2}, Wang Li¹, He Jiahuan^{1,2}, Tan Jie¹, Hong Haitao¹, Zhao Dan^{1,2}, Kong Lingming¹,
Cai Changhong^{1,2}, Tan Yaqian¹

(1 Research Institute of Exploration & Development, PetroChina Southwest Oil and Gasfield Company; 2 Sichuan Province Key Laboratory of Shale Gas Evaluation and Exploitation)

Abstract: Shale oil is an important strategic resource to ensure China's long-term steady and increase of oil production. The evaluation of oil-bearing property and oil mobility has an important guiding significance in sweet spot prediction in shale oil exploration. By applying the liquid nitrogen freezing sampling and rock pyrolysis experiment methods, experimental research on oil-bearing property and mobility evaluation of shale oil series in the Jurassic Lianggaoshan Formation in northeastern Sichuan Basin is conducted, and the influencing factors of oil-bearing property are analyzed. As a result, understanding is obtained in the following four aspects: (1) The liquid nitrogen freezing sampling technology effectively avoids the loss of light hydrocarbons in samples, and the obtained oil-bearing property parameters can better reflect the oil-bearing property of the reservoir; (2) By using the multi-stage rock pyrolysis method, the oil-bearing property is characterized by free oil, bound oil, and solid hydrocarbon content, and the

基金项目: 中国石油天然气股份有限公司科学研究与技术开发项目“四川盆地页岩油有利区综合地质研究与区带优选”(2022KT0301); 中国石油西南油气田公司科技处应用研究项目“侏罗系页岩油赋存状态表征实验研究”(20220301-05)。

第一作者简介: 陈曼霏(1994-), 女, 四川成都人, 硕士, 2019 年毕业于中国地质大学(武汉), 工程师, 现主要从事非常规油气地质评价及实验研究方面的工作。地址: 四川省成都市双流区华阳天研路 218 号, 邮政编码: 610213。E-mail: chenmanfei@petrochina.com.cn
收稿日期: 2023-06-19; 修改日期: 2023-10-15

oil mobility is characterized by the proportion of maximum mobile oil content (free oil/total oil content); (3) The oil-bearing property and mobility of shale oil reservoir in Lianggaoshan Formation are jointly affected by organic matter abundance, maturity, lithology, as well as hydrocarbon expulsion, migration, and accumulation in the source rock system. The greater the organic matter abundance, the higher the oil-bearing property of the reservoir, and the higher the maturity, the better the oil mobility. However, a better oil-bearing property and oil mobility will more easily cause the short-distance oil migration and accumulation in the reservoir, thus changing the oil-bearing property of the reservoir; (4) After the comprehensive analysis of oil-bearing property, oil mobility, geochemical characteristics, physical properties of the first and the third members of Lianggaoshan Formation, as well as the development demands of shale oil wells, it is found that the first member of Lianggaoshan Formation is a high-quality interval for shale oil exploration. The rock pyrolysis experiment provides a new idea and method for the evaluation of shale oil-bearing property and oil mobility, which effectively supports the prediction of shale oil sweet spot area and the design of development plan.

Key words: shale oil, freezing sampling, multi-stage rock pyrolysis, oil-bearing property, mobility, northeastern Sichuan Basin, Lianggaoshan Formation

0 引言

全球页岩油资源丰富,美国页岩油勘探开发取得了重大突破,页岩油占总原油产量的65.2%^[1],已成为原油产量增长的主体。该突破启示了中国非常规油气勘探中页岩油有望成为重要战略性接替领域。近年来随着国内勘探家对页岩油领域的关注^[2~4],目前在准噶尔盆地吉木萨尔凹陷、鄂尔多斯盆地、江汉盆地潜江凹陷、渤海湾盆地的黄骅坳陷和济阳坳陷以及松辽盆地古龙凹陷均获得突破,引发了中国陆相页岩油勘探开发的热潮^[5~15]。

四川盆地侏罗系在以往的勘探思路指导下已发现其为一套既含油又含气的重要含油气层系,但尚未实现油藏的规模效益开发。在当前页岩油勘探思路的指导下,勘探家对侏罗系的研究进入“进源找油”阶段,并在川中及川北自流井组大安寨段和川东北的凉高山组及自流井组东岳庙段见良好的油气显示。其中,龙浅2井在大安寨段页岩储层钻试取得较好效果,黑色页岩日产气量(2659m³)明显高于介壳灰岩日产气量(150m³);平安1井在凉高山组获重大突破,测试产油112.8m³/d、产气11.45×10⁴m³/d,试采139天累计产油3206.65m³、累计产气366.39×10⁴m³^[16],证实了侏罗系具有高产、稳产的潜力。

页岩油勘探中甜点预测的基础是页岩的含油性及可动性评价。如何高效且准确地评价页岩油储层含油性与可动性是当前研究的热点问题之一^[3~6]。当前测试页岩油储层含油性的实验手段主要有抽提法、核磁共振实验、定量荧光识别和岩石热解等,其中岩石热解实验周期短、成本低、可准确定量且受实验环境及人为因素的影响小,因此在页岩油储层含油性评价中应用广泛。但随着勘探家对陆相页岩油赋存机理认识的加深^[16],泥页岩的含油性评价从最初以滞留烃总量为目标的原地滞留油评价,逐渐发展为以游离烃为目标的游离油评价^[17~18],因此如何改进完善岩石热解实

验流程获得泥页岩地层中真实的游离油含量是该实验方法的发展方向。针对川东北地区中一高成熟度页岩油特征,本文改进常规岩石热解实验流程和引入新的评价参数,再将新方法及新参数应用于页岩油储层含油性评价和含油性影响因素讨论,并对该实验方法的下一步发展方向进行分析。

1 样品来源

样品来自川东北地区龙会场构造带的页岩油探井HQ1井下侏罗统凉高山组凉一段暗色页岩及粉—细砂岩和凉三段顶部暗色页岩的新鲜含油岩心样品,深度分别介于1748.7~1766.7m和1880.0~1952.0m,有机质类型以Ⅱ—Ⅲ型为主^[19],R_o为1.0%~1.4%,位于生油窗后期和生气阶段早期,产中—高成熟度页岩油。川东北地区凉高山组主要为一套细粒沉积,发育两期湖盆沉积,其中凉一段发育暗色泥页岩夹薄层泥质粉砂岩,为半深湖沉积;凉二段发育暗色泥页岩与薄层粉—细砂岩、泥质粉砂岩互层,为三角洲前缘席状砂—前三角洲沉积;凉三段发育暗色泥页岩及泥质粉砂岩,底部夹有灰绿色粉—细砂岩,主要为滨浅湖—三角洲前缘席状砂沉积^[20]。

本文选取HQ1井中页岩油储层段14块泥页岩、粉砂质泥岩和泥质粉砂岩夹层样品开展常规与液氮冷冻取制样条件下的常规岩石热解实验及分段岩石热解实验,探讨凉高山组页岩油储层的含油性特征及影响因素。样品的基础地球化学特征及矿物组成数据见表1。

2 实验方法及参数意义

2.1 常规及液氮冷冻取制样

常规取制样,即在岩心出筒后,擦拭去除岩心中的钻井液,敲取20g左右块样放入纸质样品袋不包裹,在常温常压条件下保存及运输。测试前将样品在

常温常压下用研钵将样品粉碎至100目以下。

液氮冷冻取制样，即在岩心出筒后，快速擦拭去除岩心上的钻井液，敲取岩心内部20g左右块样用塑料薄膜包裹后放入液氮中保存及运输。测试前，在研磨仪内添加液氮，至器皿中液氮不沸腾，随后逐一将

冷冻样品放入研钵中快速粉碎至100目以下并立即上机测试。此操作是对研磨仪进行预冷处理，再通过研磨仪中液氮气化吸收研磨仪摩擦样品所产生的热量，使样品处于低温环境，降低制样过程中样品液态烃($C_5 \sim C_{16}$)的逸散量。

表1 实验样品基础数据统计表
Table 1 Basic data of experimental samples

样号	层段	深度/m	总有机碳/%	$S_0/(mg \cdot g^{-1})$	$S_1/(mg \cdot g^{-1})$	$S_2/(mg \cdot g^{-1})$	$T_{max}/^{\circ}C$	矿物组分含量/%			岩性
								黏土矿物	长英质矿物	碳酸盐矿物	
1	凉三段	1751.25	1.81	0.005	2.10	3.00	459	45.5	54.5	—	泥页岩
2		1751.59	2.37	0.005	2.40	4.24	459	53.7	46.3	—	泥页岩
3		1761.11	1.71	0.006	1.60	2.05	463	30.5	68.2	1.3	泥质粉砂岩
4		1764.22	2.15	0.004	1.80	3.45	460	54.7	43	—	泥页岩
5		1765.07	1.43	0.006	1.77	2.69	456	46.9	51.8	—	泥页岩
6		1765.55	2.28	0.005	1.72	3.60	464	50.4	44.3	3.9	泥页岩
7		1766.17	2.14	0.005	1.70	3.75	464	53.2	46.2	0.7	泥页岩
8	凉一段	1892.04	2.17	0.006	1.65	3.05	465	48.2	51.1	0.7	泥页岩
9		1900.07	2.03	0.006	1.73	2.44	466	41.9	57.2	0.9	粉砂质泥岩
10		1904.75	1.44	0.007	1.27	1.79	465	49.9	50.1	—	泥页岩
11		1907.38	1.22	0.006	0.97	1.38	468	41.2	58.8	—	泥页岩
12		1916.47	1.02	0.005	3.47	2.08	470	31.8	66.8	1.4	泥质粉砂岩
13		1917.99	1.04	0.005	1.17	1.26	470	34.4	57.9	7.8	粉砂质泥岩
14		1918.88	0.93	0.006	0.67	0.86	471	34.7	64.6	0.7	粉砂质泥岩

2.2 常规及分段岩石热解实验

常规岩石热解实验，即遵循国家标准《岩石热解分析》(GB/T 18602—2012)，并根据标准中制定的程序升温方法进行测试，由氢火焰离子化检测器检测岩石在载气热流热解过程中 S_0 、 S_1 、 S_2 和 T_{max} 值。 S_0 、 S_1 、 S_2 值分别为90℃、90~300℃和300~600℃条件下单位质量烃源岩中的烃含量； T_{max} 值为 S_2 峰最高点对应的温度，指示有机质热裂解最高温度。由于本文目的为讨论岩石中烃类含量，不涉及样品中有机碳含量，因此未测试热解有机碳含量(S_3)和残余有机碳含量(S_4)。其中，岩石热解参数 S_1 值可快速、直观地表征样品的含油率， S_1 值越高，表明页岩含油率越好，再采用Jarvie等^[21~23]提出的含油饱和度指数(OSI)表征页岩油可动性。含油饱和度指数为 S_1 值与总有机碳含量(TOC)的比值，即 $OSI=100 \times S_1 / TOC$ 。当含油饱和度指数

$OSI > 100 mg/g$ 时，岩石中的原油含量超过有机质对原油的吸附量，出现石油跨越效应，通常认为此类页岩中原油具备可动条件。

分段岩石热解实验，即依据不同赋存状态页岩油的分子热挥发能力和不同组分的蒸发温度^[19]，设计不同梯度的升温程序，对页岩体系中不同赋存状态油量及固态烃含量进行测试。本次分段岩石热解实验温度段为室温~200℃、200~350℃、350~450℃、450~600℃，分别获得4个热解峰 S_{1-1} 、 S_{1-2} 、 S_{2-1} 、 S_{2-2} 。其中， S_{1-1} 为游离烃中的轻质组分，为最容易动用的油量； S_{1-2} 为游离烃中的轻—中质组分， S_{1-1} 与 S_{1-2} 之和代表页岩中游离油总量，为最大可动油量，其占比可反映页岩储层中原油可动性； S_{2-1} 为重烃、胶质沥青质组分，与干酪根呈吸附—互溶态，为束缚油，为一般开采条件下不可动烃， S_{1-1} 、 S_{1-2} 、 S_{2-1} 之和为页岩储层中总含油量； S_{2-2} 主要为页岩干酪根裂解再生烃，为固态烃含量。

2.3 激光扫描共聚焦实验

激光扫描共聚焦实验,采用激光为扫描和激发光源,对样品逐行逐点进行扫描和激发样品中的液态烃类发光,再通过光波接收器和计算机软件计算建模,获得样品的三维立体的荧光信号,又根据不同原油组分会产生不同的荧光效应^[20],从而获得原油不同组分在储层中的含量与分布形态,可视化确定储层含油性。本文使用实验设备为LEICA SP8,选择波长为488nm的激光作为激发光源,针对不同的观察成分选择不同的接收波长,488nm波长为接收岩石矿物信息的波长,510~600nm波长为接收原油中轻质组分的波长,600~800nm波长为接收原油中重质组分的波长。

本文选取14块样品进行激光扫描共聚焦实验,结合上述实验结果对实验方法、凉高山组含油性及含油性影响因素进行讨论。

3 实验结果

3.1 常规岩石热解

对比常规取制样和液氮冷冻取制样的常规岩石热解实验数据可知(表2),常规取制样 S_1 值介于0.67~3.47mg/g, S_2 值介于0.86~4.24mg/g;液氮冷冻取制样 S_1 值介于1.24~3.96mg/g, S_2 值介于1.19~4.33mg/g。液氮冷冻取制样所获得的热解参数值均高于常规取制样, S_1 值增加量介于0.31~1.22mg/g,增幅介于14.1%~85.1%; S_2 值增加量介于0~0.73mg/g,增幅介于0~38.4%。又根据 S_1 值和TOC计算OSI值,可见常规取制样中64%的样品OSI值低于100mg/g,不具备原油可动条件;采用液氮冷冻取制样的 S_1 值计算,93%的样品OSI值达到100mg/g以上,满足可动条件。

表2 HQ1井凉一段、凉三段取心层段常规及液氮冷冻取制样条件下常规岩石热解实验数据对比表

Table 2 Comparison of conventional rock pyrolysis experimental results between conventional and liquid nitrogen freezing sampling of core sections in the first and third members of Lianggaoshan Formation in Well HQ1

样号	层段	常规取制样常规岩石热解			液氮冷冻取制样常规岩石热解		
		$S_1/(mg \cdot g^{-1})$	$S_2/(mg \cdot g^{-1})$	OSI/ $(mg \cdot g^{-1})$	$S_1/(mg \cdot g^{-1})$	$S_2/(mg \cdot g^{-1})$	OSI/ $(mg \cdot g^{-1})$
1	凉三段	2.10	3.00	116.02	2.92	3.22	161.52
2		2.40	4.24	101.27	3.22	4.24	135.99
3		1.60	2.05	93.57	2.43	2.33	141.84
4		1.80	3.45	83.72	3.02	3.77	140.31
5		1.77	2.69	123.78	2.91	3.29	203.20
6		1.72	3.60	75.44	2.83	4.33	124.24
7		1.70	3.75	79.44	2.43	3.94	113.74
平均		1.87	3.25	84.15	2.82	3.59	143.14
8	凉一段	1.65	3.05	76.04	1.96	3.26	90.27
9		1.73	2.44	85.22	2.49	2.95	122.43
10		1.27	1.79	88.19	1.86	2.25	129.49
11		0.97	1.38	79.51	1.43	1.65	117.23
12		3.47	2.08	340.20	3.96	2.08	388.36
13		1.17	1.26	112.50	1.57	1.26	150.90
14		0.67	0.86	72.04	1.24	1.19	132.84
平均		1.56	1.84	121.96	2.07	2.09	161.65

由此可见,液氮冷冻取制样可有效避免页岩中轻烃含量的逸散,从而可更客观、准确地评价页岩储层的含油性。但由于井场条件和运输条件限制,无法广

泛开展液氮冷冻取制样,但可根据同时开展了液氮冷冻取制样和常规取制样比对实验的样品建立二者的 S_1 值相关图(图1),获得含油率恢复系数,再对常规

测试样品进行轻烃恢复，获得更为真实的含油率和含油饱和度指数。根据上述方法，本文测试井的含油率恢复系数为1.38。

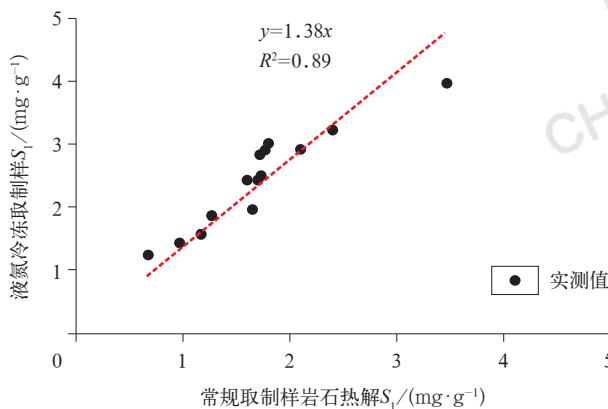


图1 HQ1井常规取制样与液氮冷冻取制样岩石热解 S_1 值相关图

Fig.1 Correlation of rock pyrolysis S_1 between conventional and liquid nitrogen freezing sampling in Well HQ1

3.2 分段岩石热解

对比常规取制样和液氮冷冻取制样的分段岩石热解实验结果可见（表3），常规取制样的 S_{1-1} 值介于0.01~0.06mg/g， S_{1-2} 值介于0.72~2.62mg/g， S_{2-1} 值介于0.43~2.66mg/g， S_{2-2} 值介于0.35~1.13mg/g；液氮冷冻取制样的 S_{1-1} 值介于0.15~1.97mg/g， S_{1-2} 值

介于1.08~3.19mg/g， S_{2-1} 值介于0.45~2.73mg/g， S_{2-2} 值介于0.37~1.22mg/g。可见，两种取制样方法所获得的 S_{1-1} 值和 S_{1-2} 值差异明显，常规取制样的 S_{1-1} 值趋近于零，液氮冷冻取制样所获值均为增量； S_{1-2} 值增量介于0.18~0.81mg/g，增幅介于9.0%~46.7%。 S_{2-1} 值和 S_{2-2} 值的差异较小， S_{2-1} 值增量介于0.01~0.20mg/g，增幅介于0.4%~35.1%； S_{2-2} 值增量介于0~0.17mg/g，增幅介于0~28.9%。

根据实测值计算样品总含油量及最大可动油占比，常规取制样的总含油量介于1.16~4.84mg/g，最大可动油含量介于0.73~2.66mg/g，最大可动油占比介于40.63%~71.51%；液氮冷冻取制样的总含油量介于1.68~6.27mg/g，最大可动油含量介于1.23~5.88mg/g，最大可动油占比介于54.68%~82.30%。可见，液氮冷冻取制样样品总含油量高于常规取制样0.52~2.55mg/g，最大可动油占比高4.92%~15.58%，最易动用的轻质原油(S_{1-1})增幅介于9.0%~47.3%。由此可见，由于轻烃组分的逸散作用，采用常规取制样方法几乎损失全部的轻烃和22.3%的轻一中质原油，此现象会导致在对页岩油储层含油性评价时勘探人员无法识别真正可动含油量大的优质时段，因此液氮冷冻取制样方式所获最大可动油含量及总含油量更趋近于样品的真实情况，用此数据评价页岩油储层含油性更合理。

表3 HQ1井凉一段、凉三段取心层段常规及液氮冷冻取制样条件下分段岩石热解实验数据对比表

Table 3 Comparison of multi-stage rock pyrolysis experimental results between conventional and liquid nitrogen freezing sampling of core sections in the first and third members of Lianggaoshan Formation in Well HQ1

样 号	层 段	常规取制样分段岩石热解						液氮冷冻取制样分段岩石热解					
		$S_{1-1}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{1-2}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{2-1}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{2-2}/(mg\cdot g^{-1})$	总含油量/(mg·g⁻¹)	最大可动油占比/%	$S_{1-1}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{1-2}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{2-1}/(mg\cdot g^{-1})$	$S_{2-2}/(mg\cdot g^{-1})$	总含油量/(mg·g⁻¹)	最大可动油占比/%
1	凉三段	0.03	2.00	1.78	0.62	3.81	53.28	0.60	2.18	1.86	0.70	4.64	59.91
2		0.06	2.21	2.57	1.03	4.84	46.90	0.86	2.79	2.59	1.07	6.24	58.49
3		0.05	1.73	1.54	0.72	3.32	53.61	0.85	2.00	1.61	0.81	4.46	63.90
4		0.05	1.74	2.33	0.96	4.12	43.45	0.85	2.55	2.36	1.01	5.76	59.03
5		0.04	2.16	1.88	0.45	4.08	53.92	0.70	2.86	1.96	0.58	5.52	64.49
6		0.05	1.77	2.66	0.97	4.48	40.63	0.95	2.39	2.73	1.03	6.07	55.02
7		0.05	1.67	2.46	1.08	4.18	41.15	0.79	2.19	2.47	1.22	5.45	54.68
平均		0.05	1.88	2.16	0.83	4.09	47.42	0.82	2.42	2.29	0.94	5.53	58.82
8	凉一段	0.05	1.45	1.28	1.13	2.78	53.96	0.65	1.70	1.48	1.13	3.83	61.36
9	段	0.03	1.82	1.43	0.79	3.28	56.40	0.86	2.13	1.61	0.96	4.60	65.00

续表

样号	层段	常规取制样分段岩石热解						液氮冷冻取制样分段岩石热解					
		$S_{1-1}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{1-2}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{2-1}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{2-2}/(mg \cdot g^{-1})$	总含油量/(mg · g ⁻¹)	最大可动油占比/%	$S_{1-1}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{1-2}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{2-1}/(mg \cdot g^{-1})$	$S_{2-2}/(mg \cdot g^{-1})$	总含油量/(mg · g ⁻¹)	最大可动油占比/%
10	凉一段	0.03	1.39	0.75	0.63	2.17	65.44	0.62	1.77	0.89	0.77	3.39	72.86
11		0.03	1.04	0.57	0.50	1.64	65.24	0.40	1.41	0.77	0.65	2.58	70.16
12		0.04	2.62	1.06	0.35	3.72	71.51	1.97	3.19	1.11	0.37	6.27	82.30
13		0.02	0.93	0.52	0.43	1.47	64.63	0.32	1.37	0.57	0.45	2.26	74.78
14		0.01	0.72	0.43	0.42	1.16	62.93	0.15	1.08	0.45	0.48	1.68	73.21
平均		0.03	1.42	0.86	0.61	2.31	62.87	0.71	1.81	1.00	0.69	3.52	71.04

4 讨论

4.1 实验方法对比

4.1.1 取制样方法

对于页岩油勘探开发甜点评价, 轻烃含量对评价储层含油性和可动性具有重要意义, 特别对于川东北地区凉高山组中—高成熟度页岩油储层, 其有机质成熟度 R_o 介于 0.9%~1.5%, 产出的页岩油属于中—高成熟度页岩油, 成熟度越高轻烃含量占比越大^[24~25], 但轻烃具有易散失的特征, 采用常规取制样方式会导致其逸散无法测量, 从而严重低估储层含油性和对储层原油可动性产生误判。

通过上述实验结果可见, 液氮冷冻取制样在一定程度上可有效避免样品在运输和保存过程中的轻烃逸散, 但无法避免岩心提心过程中和非密闭、非恒低温条件下碎样过程中的轻烃逸散。密闭保压取心和低温密闭碎样装置可有效避免以上两个过程中的轻烃逸散, 但钻井及实验成本高, 无法大规模开展。建议选取不同成熟度、储层特征及含油性特征的样品应用上述系列取制样手段, 开展页岩油轻烃散失过程、规律及影响因素的研究, 建立轻烃散失恢复公式, 此研究是客观评价页岩油储层含油性的关键。

4.1.2 岩石热解实验方法

从参数所获过程及原理上, 对比两种实验参数在表征储层含油性及可动性的合理性及适用性。对于含油性参数, 常规岩石热解的 S_1 和 S_2 值并不能有效表征不同赋存状态原油含量, 其中热解 S_1 值热解温度范围小, 无法热脱附储层中全部原油, 部分游离油和束缚油要在热解 S_2 阶段热解和裂解获得。对于

分段岩石热解实验, 前人对济阳坳陷中—高成熟度页岩油岩心样品根据分段岩石热解温度条件进行色谱分析^[26], 验证了分段热解参数表征不同赋存状态原油含量的合理性, 实验发现 350℃之前热解组分主峰碳小于 C_{25} , 且与一般陆相原油色谱特征相似; 350~400℃热解组分中湿气和轻烃含量明显增加, 但没有甲烷出现, 说明这个温度段的组分主要为胶质沥青质及高分子烃类物质, 主要呈吸附态; 400~600℃出现大量甲烷、湿气、轻烃、正构烷烃和烯烃, 呈现干酪根热降解生烃特征。因此, 分段热解实验较常规热解实验所获表征储层含油性参数更加丰富, 更有利于勘探工作者对有利页岩油储层进行预测。

对于可动性参数, 含油饱和度指数 (OSI) 主要反映样品中干酪根对所生成原油的吸附情况, 该值越高, 不被吸附的原油含量越多, 此参数主要反映所生成的液态烃含量是否达到可动条件, 无法反映原油组分上的差异对原油可动性的影响。最大可动油占比去除了有机碳含量高低对总含油量的影响, 采用百分比值反映原油中组分组成差异, 该值越大, 原油密度及黏度越小, 可动性越强。因此在进行可动性评价时应综合考虑上述参数值, 在满足 OSI 值大于 100mg/g 条件下, 可动油含量占比越大, 储层中原油可动性越强。

4.2 含油性影响因素

本文以液氮冷冻分段岩石热解总含油量表征储层含油性, 最大可动油占比表征储层原油可动性, 有机碳含量表征储层有机质丰度, 常规岩石热解所测 T_{max} 值反映储层成熟度, 讨论含油性和可动性影响因素。

4.2.1 有机质丰度

由总含油量、游离油含量、束缚油含量与有机碳

含量相关图可见(图2),三者与有机碳含量均具正相关关系,其中束缚油含量与有机碳含量的相关性最强,游离油中少数点偏离趋势范围,分布于趋势线两侧。束缚油以重质原油为主,其分子结构比轻质原油更相似于生烃母质,更易与干酪根发生吸附—互溶,物理模拟实验证实有机质吸附能力是矿物的近10倍

以上^[27~28],原油更易吸附于干酪根。游离油以轻质原油为主,容易发生迁移,因此其含量除了与储层生烃潜力有正相关关系外,同时还受页岩体系内不同尺度薄夹层的存在、富有机质纹层对应的孔缝发育程度以及沟通能力、排烃作用或油气运移作用的共同控制。

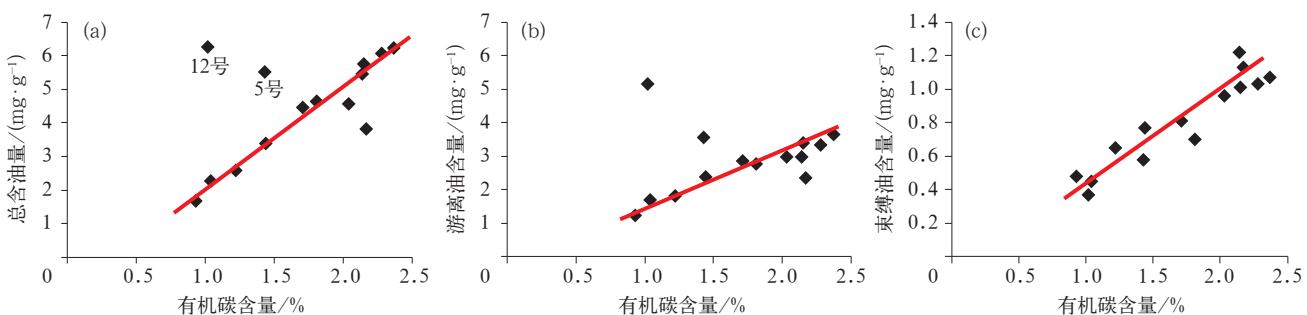


图2 川东北地区凉高山组页岩总含油量、游离油含量及束缚油含量与有机碳含量相关图

Fig.2 Correlation between total oil content, free oil content, bound oil content and organic carbon content of Lianggaoshan Formation shale in northeastern Sichuan Basin

4.2.2 有机质成熟度

前文分析表明,常规岩石热解 S_1 值不能真实反映储层总含油量和游离油含量,同时游离油除原位有机质生烃提供外还存在排烃和充注现象,因此采用束缚油饱和度指数($100 \times S_{2-1}/TOC$)反映单位条件下有机质对原油的吸附性,当束缚油饱和度指数值越低,储层中被吸附的原油越少,可动性越强。

建立束缚油饱和度指数和最大可动油占比与 T_{max} 值的相关图(图3),从吸附性和组分上分析成熟度对原油可动性的影响。由图3可见,束缚油饱和度指

数随成熟度增大而减小,最大可动油占比随成熟度增大而增加。随成熟度增加,歧化作用会导致固体有机质杂原子脱出,有机大分子结构逐渐芳构化,化学性质更加稳定,极性分子相对含量减少,生成的烃类物质逐步变轻,同时母质结构与烃类分子结构差异性越来越大,两者吸附互溶能力降低。因此,成熟度越高,干酪根吸附性越低,原油越轻,流动性越强。但由于原油可动性强,烃源岩中原油更易向高孔隙度层段充注,使具有优质生烃条件的页岩油储层不具备开采价值。

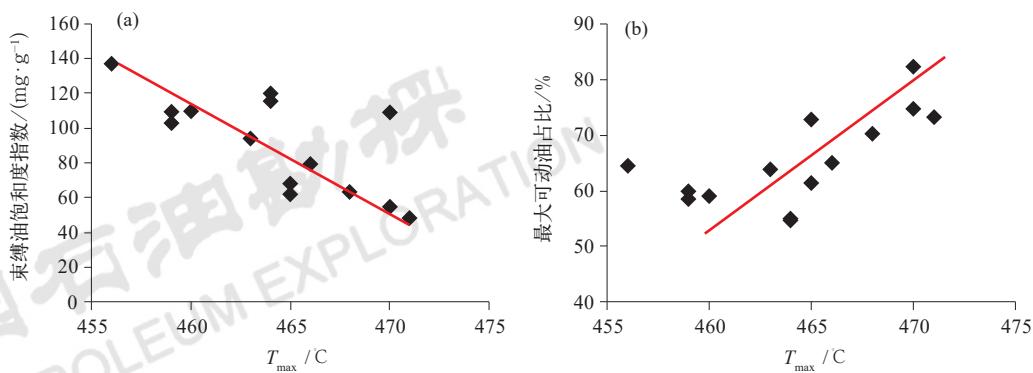


图3 川东北地区凉高山组页岩束缚油饱和度指数和最大可动油占比与有机碳含量相关图

Fig.3 Correlation between bound oil saturation index, proportion of maximum mobile oil content and T_{max} of Lianggaoshan Formation shale in northeastern Sichuan Basin

4.2.3 运移作用

页岩油为“自生自储”的非常规油气资源,一般会同时呈现高有机碳含量和良好油气显示的特征。但从本次实验中可见部分样品不呈现此类规律,5、12号样品总含油量位于趋势线上方,游离油含量占比较其他样品偏高;8号样品总含油量位于趋势线下方,游离油含量占比偏低。其中,5号为发育粉砂质条带的灰黑色泥页岩,8号为块状灰黑色泥页岩,12号为灰黑色泥质粉砂岩。根据原油原位激光共聚焦扫描显微镜实验观察(图4),轻质原油主要聚集于样品的

粉砂质条带及泥质粉砂的无机孔隙中,基质中以重质为主。推测在页岩油储层中存在轻质原油发生短距离运移的现象,纯泥页岩中生成的轻—中质原油向高物性条件的粉砂质条带、裂缝和砂岩发生充注排烃,使得具良好生烃能力但顶底各发育一套粉砂岩的8号样品油气显示低于其他样品,5号和12号样品的无机孔隙中储集了非自生的轻烃,从而具有良好油气显示。川东北地区凉高山组陆相页岩油储层含油性在受有机质丰度影响的同时,也受岩性和烃源体系的运移排烃和烃类运聚作用的影响。

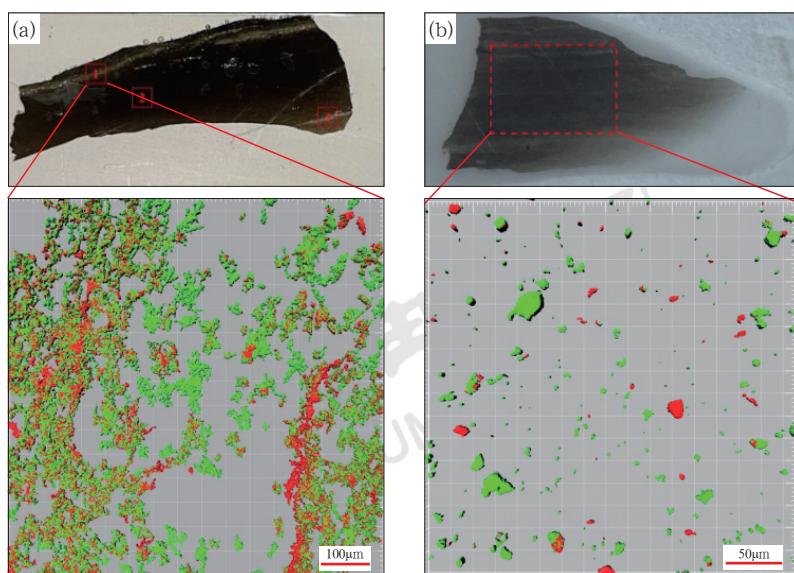


图4 HQ1井凉高山组页岩油层段不同岩性轻质、重质原油分布特征

Fig.4 Distribution characteristics of light and heavy oil in shale oil intervals with different lithologies in Lianggaoshan Formation in Well HQ1

(a) 5号样品,凉三段,灰黑色泥页岩夹粉砂质条带; (b) 12号样品,凉一段,灰黑色泥质粉砂岩。
绿色为轻质原油,红色为重质原油

4.3 含油性特征

对凉一段、凉三段取心段岩心的常规岩石热解数据用1.38的含油率恢复系数进行校正(图5),获得凉一段液氮冷冻校正后 S_1 值(含油率)介于1.16~2.87mg/g,平均为2.04mg/g; OSI值介于75.06~183.89mg/g,平均为139.33mg/g; OSI大于100mg/g样品占比达90.5%。凉三段含油率介于1.06~3.60mg/g,平均为2.61mg/g; OSI值介于113.74~248.30mg/g,平均为154.06mg/g, OSI均大于100mg/g。川东北地区凉高山组页岩油获突破的平安1井凉一段页岩油优质储层段 S_1 值平均为1.83mg/g,相比可见, HQ1井凉高山组页岩油储层含油率与平安1井相当,具有一定的勘探潜力。

又根据14块液氮冷冻取制样分段岩石热解数据评价页岩油储层含油性,凉一段总含油量介于1.68~6.27mg/g,平均为3.52mg/g;最大可动油含量介于1.23~5.16mg/g,平均为2.53mg/g;最大可动油占比介于61.36%~82.30%,平均为71.04%。凉三段总含油量介于4.46~6.24mg/g,平均为5.53mg/g;最大可动油含量介于2.78~3.65mg/g,平均为3.22mg/g;最大可动油占比介于54.68%~64.49%,平均为58.82%。所选页岩样品中凉三段的总含油量和可动油含量高于凉一段,但凉一段最大可动油含量占比高于凉三段。

综合凉高山组页岩油储层地球化学特征、含油性、可动性影响因素和页岩油井的开发需求分析,川东北地区凉一段、凉三段含油性及可动性均达到页岩油储层开采需求。其中,凉三段页岩油储层含

油性及可动性均略优于凉一段，但凉三段连续页岩厚度介于2~3m^[29]，在当前开采技术条件下难成为有利目标层段。凉一段页岩段连续厚度多大于10m，有机质丰度高，成熟度处于生油窗至早期生气阶段内，具有良好的生烃能力，泥页岩段中发育的粉砂质条带和薄层泥质粉砂岩提供了大量无机孔隙^[29~30]，为轻质原油提供了良好的储集空间，且页岩中薄层粉砂岩和粉砂质条带的发育还可提高泥页岩储层的可压裂性。因此，可将川东北地区凉一段视为页岩油勘探的有利目标，泰页1井、平安1井的成功试采和永兴1井、涪页1井的良好显示也直接印证了此观点^[31]。

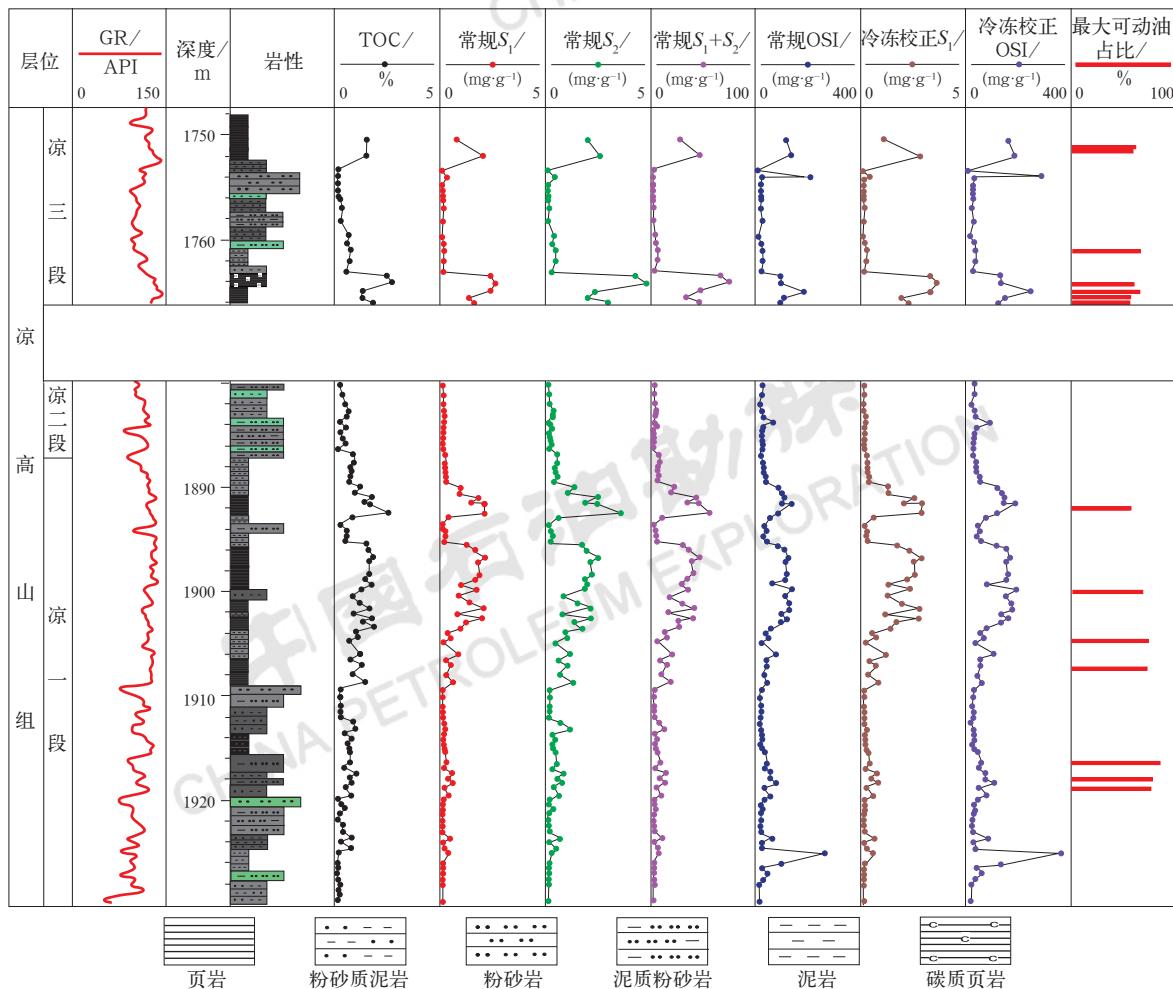


图5 HQ1井凉一段、凉三段常规岩石热解结果综合柱状图

Fig.5 Comprehensive column of conventional rock pyrolysis experimental results the first and third members of Lianggaoshan Formation in Well HQ1

5 结论与建议

(1) 针对中—高成熟度页岩油，应结合低温保存、运输和取制样方式，开展常规岩石热解和分段岩石热解实验，该方法不仅避免了储层中部分轻烃的逸散，还根据原油组分差异，更真实且丰富地表征了样品中不同赋存状态油含量和原油可动性。

(2) 页岩油储层含油性和可动性主要受有机质丰度、成熟度、岩性、烃源体系的运移排烃和烃类运聚作用的影响。当储层含油性与有机碳含量呈明显正相

关系时，表明原油未发生运移，页岩油优质储层具备有机质含量越高成熟度越大的特征。当含油性与有机碳含量不再呈明显正相关关系时，说明其生成的轻—中质原油向临近的高物性条件储层发生短距离运移，优质储层评价应结合研究层段内泥页岩有机碳含量、成熟度、粉砂质条带发育程度和顶底接触的砂岩物性进行综合分析。

(3) 川东北地区 HQ1 井凉高山组一段顶部泥页岩层段的有机碳含量与含油性正相关性较强，表明泥页岩层段原油未发生较大程度的运移，处于中—高成

熟阶段, 具有良好的含油性及可动性。同时, 储层连续厚度大, 粉砂质条带和薄层泥质粉砂岩发育, 为储层提供了更多的储集空间, 且提高了储层可压裂性, 为该区页岩油勘探有利层段。

(4) 限于目前研究手段和勘探现状, 采用的低温保存、运输和取制样方式并不能完全避免轻烃的逸散, 因此配合上密闭取心和冷冻密闭碎样可最大程度地避免烃类逸散, 测试值更接近实测值。但这种实验方式的成本较高, 无法每口井开展此项工作。因此建议在后续的研究中加强对烃类逸散规律的研究, 建立多因素影响下的轻烃散失恢复技术。

参考文献

- [1] U S Energy Information Administration. Drilling productivity report: for key tight oil and shale gas regions[R]. Washington: EIA Independent Statistics & Analysis, 2020.
- [2] 邹才能, 杨智, 崔景伟, 等. 页岩油形成机制、地质特征及发展对策[J]. 石油勘探与开发, 2013, 40(1):14–26.
Zou Caineng, Yang Zhi, Cui Jingwei, et al. Formation mechanism, geological characteristics and development strategy of nonmarine shale oil in China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2013, 40(1):14–26.
- [3] 陈桂华, 肖钢, 徐强, 等. 页岩油气地质评价方法和流程[J]. 天然气工业, 2012, 32(12):1–5.
Chen Guihua, Xiao Gang, Xu Qiang, et al. A method and work flow for shale oil and gas geological evaluation[J]. Natural Gas Industry, 2012, 32(12):1–5.
- [4] 杨跃明, 黄东. 四川盆地侏罗系湖相页岩油气地质特征及勘探开发新认识[J]. 天然气工业, 2019, 39(6):22–33.
Yang Yueming, Huang Dong. Geological characteristics and new understandings of exploration and development of Jurassic lacustrine shale oil and gas in the Sichuan[J]. Natural Gas Industry, 2019, 39(6):22–33.
- [5] 金之钧, 朱如凯, 梁新平, 等. 当前陆相页岩油勘探开发值得关注的几个问题[J]. 石油勘探与开发, 2021, 48(6):1276–1287.
Jin Zhijun, Zhu Rukai, Liang Xinping, et al. Several issues worthy of attention in current lacustrine shale oil exploration and development[J]. Petroleum Exploration and Development, 2021, 48(6):1276–1287.
- [6] 卢双舫, 黄文彪, 陈方文, 等. 页岩油气资源分级评价标准探讨[J]. 石油勘探与开发, 2012, 39(2):249–256.
Lu Shuangfang, Huang Wenbiao, Chen Fangwen, et al. Discussion on grading evaluation standards of shale oil and gas resources[J]. Petroleum Exploration and Development, 2012, 39(2):249–256.
- [7] 张一帆, 查明, 丁修建, 等. 吉木萨尔凹陷芦草沟组页岩含油性评价及控制因素[J]. 新疆地质, 2021, 39(2):297–301.
Zhang Yifan, Zha Ming, Ding Xiujuan, et al. Oil bearing evaluation and control factors of shale in the Lucaogou Formation of Jimusaer Depression[J]. Xinjiang Geology, 2021, 39(2):297–301.
- [8] 赵贤正, 周立宏, 蒲秀刚, 等. 陆相湖盆页岩层系基本地质特征与页岩油勘探突破: 以渤海湾盆地沧东凹陷古近系孔店组二段—亚段为例[J]. 石油勘探与开发, 2018, 45(3):12–18.
Zhao Xianzheng, Zhou Lihong, Pu Xiugang, et al. Geological characteristics of shale rock system and shale oil exploration in a lacustrine basin: a case study from the Paleogene 1st sub-member of Kong 2 member in Cangdong Sag, Bohai Bay Basin, China[J]. Petroleum Exploration and Development, 2018, 45(3):12–18.
- [9] 孙中良, 王芙蓉, 侯宇光, 等. 潜江坳陷潜江组页岩中可溶有机质赋存空间表征及影响因素分析[J]. 地质科技情报, 2019, 38(6):81–90.
Sun Zhongliang, Wang Furong, Hou Yuguang, et al. Characterization of the spatial distribution and influencing factors of soluble organic matter in the shale of the Qianjiang Formation in the Qianjiang Depression[J]. Geological Science and Technology Information, 2019, 38(6): 81–90.
- [10] 杨跃明, 黄东, 杨光, 等. 四川盆地侏罗系大安寨段湖相页岩油气形成地质条件及勘探方向[J]. 天然气勘探与开发, 2019, 49(2):1–12.
Yang Yueming, Huang Dong, Yang Guang, et al. Geological conditions to form lacustrine facies shale oil and gas of Jurassic Daanzhai member in Sichuan Basin and exploration directions[J]. Natural Gas Exploration and Development, 2019, 49(2):1–12.
- [11] 李志明, 钱门辉, 黎茂稳, 等. 中—低成熟湖相富有机质泥页岩含油性及赋存形式: 以渤海湾盆地渤海洼陷罗63井和义21井沙河街组一段为例[J]. 石油与天然气地质, 2017, 38(3):448–456, 466.
Li Zhiming, Qian Menhui, Li Maowen, et al. Oil content and occurrence in low-medium mature organic-rich lacustrine shales: a case from the 1st member of the Eocene–Oligocene Shahejie Formation in Well Luo-63 and Yi-21, Bonan subsag, Bohai Bay Basin[J]. Oil & Gas Geology, 2017, 38(3):448–456, 466.
- [12] 吴松涛, 朱如凯, 罗忠, 等. 中国中西部盆地典型陆相页岩纹层结构与储层品质评价[J]. 中国石油勘探, 2022, 27(5):62–72.
Wu Songtao, Zhu Rukai, Luo Zhong, et al. Laminar structure of typical continental shales and reservoir quality evaluation in central-western basins in China[J]. China Petroleum Exploration, 2022, 27(5):62–72.
- [13] 宋永, 杨智峰, 何文军, 等. 准噶尔盆地玛湖凹陷二叠系风城组碱湖型页岩油勘探进展[J]. 中国石油勘探, 2022, 27(1):60–72.
Song Yong, Yang Zhifeng, He Wenjun, et al. Exploration progress of alkaline lake type shale oil of the Permian Fengcheng Formation in Mahu Sag, Junggar Basin[J]. China Petroleum Exploration, 2022, 27(1):60–72.
- [14] 王俊超, 李嘉成, 陈希, 等. 准噶尔盆地吉木萨尔凹陷二叠系芦草沟组页岩油立体井网整体压裂设计技术研究与实践[J]. 石油科技论坛, 2022, 41(2):62–68.
Wang Junchao, Li Jiacheng, Chen Xi, et al. Research and practice of integrated fracturing design technology for 3D well pattern of Permian Lucaogou Formation in Jimsar Depression in Junggar Basin[J]. Petroleum Science and Technology Forum, 2022, 41(2):62–68.
- [15] 付金华, 刘显阳, 李士祥, 等. 鄂尔多斯盆地三叠系延长组长7段页岩油勘探发现与资源潜力[J]. 中国石油勘探, 2021, 26(5):1–11.
Fu Jinhua, Liu Xianyang, Li Shixiang, et al. Discovery and resource potential of shale oil of Chang 7 member, Triassic Yanchang Formation, Ordos Basin[J]. China Petroleum Exploration, 2021, 26(5):1–11.
- [16] 杨阳, 郑兴范, 肖毓祥, 等. 中国石油中高成熟度页岩油勘探开发进展[J]. 中国石油勘探, 2023, 28(3):23–33.
Yang Yang, Zheng Xingfan, Xiao Yuxiang, et al. Progress

- in exploration and development of high-mature shale oil of PetroChina[J]. China Petroleum Exploration, 2023,28(3):23–33.
- [17] 何晋译, 蔡进功, 雷天柱, 等. 东营凹陷古近系泥页岩中可溶有机质特征与页岩油“甜点”预测[J]. 油气地质与采收率, 2019,26(1):174–182.
He Jinyi, Cai Jingong, Lei Tianzhu, et al. Characteristics of soluble organic matter in Paleogene shale in Dongying Sag and prediction of “sweet spot” of shale oil[J]. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 2019,26(1):174–182.
- [18] 卢双舫, 薛海涛, 王民, 等. 页岩油评价中的若干关键问题及研究趋势[J]. 石油学报, 2016,37(10):1309–1322.
Lu Shuangfang, Xue Haitao, Wang Min, et al. Several key issues and research trends in evaluation of shale oil[J]. Acta Petrolei Sinica, 2016,37(10):1309–1322.
- [19] 何文渊, 何海清, 王玉华, 等. 川东北地区平安1井侏罗系凉高山组页岩油重大突破及意义[J]. 中国石油勘探, 2022,27(1):40–49.
He Wenyuan, He Haiqing, Wang Yuhua, et al. Major breakthrough and significance of shale oil of the Jurassic Lianggaoshan Formation in Well Ping'an 1 in northeastern Sichuan Basin[J]. China Petroleum Exploration, 2022,27(1):40–49.
- [20] 孙先达, 索丽敏, 姜洪启. 激光扫描共聚焦显微镜在石油地质上的应用[J]. 电子显微学报, 2004,23(4):517–518.
Sun Xianda, Suo Limin, Jiang Hongqi. The application of the Leica TCS SP laser focuses microscope in the petroleum and geology[J]. Journal of Chinese Electron Microscopy Society, 2004,23(4):517–518.
- [21] Jarvie D M. Shale resource systems for oil and gas: part 1: shale gas resource systems[M]//Breyer J A. Shale reservoirs:giant resources for the 21st century: AAPG Memoir 97. Texas: AAPG, 2012:89–98.
- [22] Jarvie D M. Shale resource systems for oil and gas: part 2: shale-oil resource systems[M]//Breyer J A. Shale reservoirs:giant resources for the 21st century: AAPG Memoir 97. Texas: AAPG, 2012:99–119.
- [23] 张闻林, 周肖, 严玉霞, 等. 川中地区侏罗系适合页岩油气藏开采的地质依据[J]. 天然气工业, 2012,32(8):117–124.
Zhang Wenlin, Zhou Xiao, Yan Yuxia, et al. Geological basis for Jurassic shale oil gas reservoir exploitation in central Sichuan[J]. Natural Gas Industry, 2012,32(8):117–124.
- [24] 蒋启贵, 黎茂稳, 钱门辉, 等. 页岩油探井现场地质评价实验流程与技术进展[J]. 石油与天然气地质, 2019,40(3):125–136.
Jiang Qigui, Li Maowen, Qian Menhui, et al. Experimental procedures of well-site geological evaluation for shale oil and related technological progress[J]. Oil & Gas Geology, 2019,40(3):125–136.
- [25] 石记鹏, 赵长毅, 刘海涛, 等. 对烃源岩评价的几个问题的深入探讨[J]. 天然气勘探与开发, 2021,44(1):1–9.
Shi Jipeng, Zhao Changyi, Liu Haitao, et al. A thorough discussion on several problems of source rock evaluation[J]. Natural Gas Exploration and Development, 2021,44(1):1–9.
- [26] 蒋启贵, 黎茂稳, 钱门辉, 等. 不同赋存状态页岩油定量表征技术与应用研究[J]. 石油实验地质, 2016,38(6):842–849.
Jiang Qigui, Li Maowen, Qian Menhui, et al. Quantitative characterization of shale oil in different occurrence states and its application[J]. Petroleum Geology & Experiment, 2016,38(6):842–849.
- [27] Jarvie D M. Components and processes affecting producibility and commerciality of shale resource system[J]. Geology Acta, 2014,12(4):307–325.
- [28] 张大庚, 依艳丽, 郑西来, 等. 土壤对石油烃吸附及其释放规律的研究[J]. 沈阳农业大学学报, 2005,36(1):53–56.
Zhang Dageng, Yi Yanli, Zheng Xilai, et al. Soil adsorption to petroleum and release in meadow soils[J]. Journal of Shenyang Agricultural University, 2005,36(1):53–56.
- [29] 易娟子, 张少敏, 蔡来星, 等. 川东地区下侏罗统凉高山组地层沉积充填特征与油气勘探方向[J]. 吉林大学学报(地球科学版), 2022,52(3):795–815.
Yi Juanzi, Zhang Shaomin, Cai Laixing, et al. Sedimentary filling characteristics and oil and gas exploration direction of Lower Jurassic Lianggaoshan Formation in east Sichuan[J]. Journal of Jilin University(Earth Science Edition), 2022,52(3):795–815.
- [30] 金涛, 张文济, 白蓉, 等. 四川盆地东部地区下侏罗统自流井组页岩储层特征[J]. 天然气勘探与开发, 2022,45(1):1–11.
Jin Tao, Zhang Wenji, Bai Rong, et al. Characteristics of shale reservoir of Lower Jurassic Ziliujing Formation in eastern Sichuan Basin[J]. Natural Gas Exploration and Development, 2022,45(1):1–11.
- [31] 胡东风, 魏志红, 刘若冰, 等. 湖相页岩油气富集主控因素与勘探潜力: 以四川盆地涪陵地区侏罗系为例[J]. 天然气工业, 2021,41(8):113–120.
Hu Dongfeng, Wei Zihong, Liu Ruobing, et al. Main controlling factors and exploration potential of lacustrine shale oil gas enrichment: take the Jurassic in Fuling area of Sichuan Basin as an example[J]. Natural Gas Industry, 2021,41(8):113–120.