

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34533—2023

代替 GB/T 34533—2017

## 页岩孔隙度、渗透率和饱和度测定

Determination of porosity, permeability and saturation of shale

2023-05-23 发布

2023-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

jcvba.cn, qejc.cn, 微信qejc21

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 页岩岩样制备 .....	2
4.1 页岩岩样制取 .....	2
4.2 页岩岩样洗油 .....	2
4.3 页岩岩样烘干 .....	2
4.4 尺寸测量 .....	2
5 仪器技术指标与材料 .....	3
5.1 仪器技术指标 .....	3
5.2 材料 .....	3
6 孔隙度测定方法 .....	4
6.1 氦气法孔隙度测定方法 .....	4
6.2 液体饱和法孔隙度测定方法 .....	7
7 渗透率测定方法 .....	9
7.1 稳态法渗透率测定方法 .....	9
7.2 脉冲衰减法渗透率测定方法 .....	10
7.3 压力降落法渗透率测定方法 .....	12
8 饱和度测定方法 .....	12
8.1 液体饱和法含水饱和度测定方法 .....	12
8.2 核磁共振法含水饱和度测定方法 .....	13
8.3 蒸馏抽提法含水饱和度测定方法 .....	14
9 质量要求和数值修约 .....	14
9.1 质量要求 .....	14
9.2 数值修约 .....	14
9.3 精密度 .....	14
10 报告和原始记录 .....	15
附录 A (资料性) 脉冲衰减法计算渗透率的公式推导 .....	16
附录 B (资料性) 22 ℃下氮气的 $f_g$ 值参考表 .....	17
附录 C (资料性) 报告格式 .....	18
附录 D (资料性) 原始记录格式 .....	19

jcvba.cn, qejc.cn, 微信qejc21

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 34533—2017《页岩氦气法孔隙度和脉冲衰减法渗透率的测定》，与 GB/T 34533—2017 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了术语“上游室”“下游室”“上游压力”“下游压力”(见 2017 年版的 3.1~3.4)；
- b) 增加了术语“稳态法测定渗透率”“压力降落法测定渗透率”“液体饱和法测定孔隙度”“液体饱和法测定含水饱和度”“核磁共振法测定含水饱和度”“蒸馏抽提法测定含水饱和度”(见 3.3~3.8)；
- c) 增加了“页岩岩样制备”(见第 4 章)；
- d) 增加了不规则页岩岩样制备要求(见 4.1.2)；
- e) 更改了页岩岩样烘干条件(见 4.3, 2017 年版的 6.3.1.3)；
- f) 增加了“液体饱和法孔隙度测定仪”“稳态法渗透率测定仪”“压力降落法渗透率测定仪”“三维扫描仪”“无水乙醇”“洗油试剂”的仪器技术指标(见 5.1.2、5.1.4~5.1.6、5.2.3、5.2.4)；
- g) 更改了游标卡尺分度值(见 5.1.9, 2017 年版的 5.1.5)；
- h) 更改了压力传感器/压差传感器精度表述方式(见 5.1.1、5.1.3~5.1.5, 2017 年版的 5.1.1、5.1.2)。
- i) 更改了氦气法孔隙度测定原理的描述(见 6.1.1, 2017 年版的 4.1)；
- j) 增加了氦气法孔隙度测定中总体积测量方法(见 6.1.3)；
- k) 将“体积标定”更改为“体积校正”(见 6.1.4, 2017 年版的 6.2.2.2、6.3.2.2)；
- l) 更改了氦气法孔隙度压力平衡的判断条件[见 6.1.4.1 中 c)、6.1.5.1 中 c)、2017 年版的 6.2.2.2、6.2.2.3]；
- m) 增加了氦气法孔隙度测定的注意事项(见 6.1.7)；
- n) 增加了液体饱和法孔隙度测定方法(见 6.2)；
- o) 增加了“稳态法渗透率测定方法”、脉冲衰减法渗透率测定“注意事项”、“压力降落法渗透率测定方法”(见 7.1、7.2.5、7.3)；
- p) 更改了脉冲衰减法渗透率测定原理的描述(见 7.2.1, 2017 年版的 4.2)；
- q) 增加了“液体饱和法含水饱和度测定方法”“核磁共振法含水饱和度测定方法”“蒸馏抽提法含水饱和度测定方法”(见 8.1~8.3)；
- r) 增加了页岩岩心含水饱和度值修约(见 9.2.3)。

本文件由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)提出并归口。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司勘探开发研究院、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院、中国石油化工股份有限公司江汉油田分公司勘探开发研究院、中国

石油天然气股份有限公司勘探开发研究院、中国石油化工股份有限公司华东油气分公司、中海油能源发展股份有限公司工程技术分公司、中石化石油工程技术研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院无锡石油地质研究所、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司工程技术研究院、中国石油天然气股份有限公司长庆油田分公司勘探开发研究院、四川省科源工程技术测试中心、四川科力特油气技术服务有限公司。

本文件主要起草人：张伟、伦增珉、王丽、杨文新、李农、王志战、翁剑桥、周尚文、马立涛、余华洁、刘婷芝、俞凌杰、蔡潇、王良、刘勇、卢燕。

本文件于 2017 年首次发布，本次为第一次修订。

jcvba.cn、qejc.cn、微信qejc21

# 页岩孔隙度、渗透率和饱和度测定

## 1 范围

本文件描述了用氦气法和液体饱和法测定页岩孔隙度；用稳态法、脉冲衰减法和压力降落法测定页岩渗透率；用液体饱和法、核磁共振法和蒸馏抽提法测定页岩含水饱和度的测定方法。

本文件适用于氦气法和液体饱和法页岩孔隙度测定；适用于稳态法、脉冲衰减法和压力降落法页岩渗透率测定；适用于液体饱和法、核磁共振法和蒸馏抽提法页岩含水饱和度的测定。

本文件氦气法孔隙度测定范围为 1.0%~10.0%，液体饱和法孔隙度测定范围为 1.0%~10.0%；脉冲衰减法渗透率测定范围为  $1.0 \times 10^{-5}$  mD~ $1.0 \times 10^{-1}$  mD，稳态法渗透率测定范围为  $1.0 \times 10^{-5}$  mD~ $1.0 \times 10^3$  mD，压力降落法渗透率测定范围为  $1.0 \times 10^{-3}$  mD~ $1.0 \times 10^4$  mD；液体饱和法含水饱和度测定范围为 1.0%~100.0%，核磁共振法含水饱和度测定范围为 1.0%~100.0%，蒸馏抽提法含水饱和度测定范围为 1.0%~100.0%。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 23561.3 煤和岩石物理力学性质测定方法 第 3 部分：煤和岩石块体密度测定方法

GB/T 29172—2012 岩心分析方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**氦气法测定孔隙度** **determination of porosity by helium method**

根据波义尔定律，利用氦气法测得的岩石孔隙度。

### 3.2

**脉冲衰减法测定渗透率** **permeability was measured by pulse attenuation method**

依据气体非稳态流动理论，利用脉冲衰减法测得的岩石渗透率。

### 3.3

**稳态法测定渗透率** **permeability was measured by steady-state method**

依据气体轴向稳态流动理论，利用稳态法测得的岩石渗透率。

### 3.4

**压力降落法测定渗透率** **permeability was measured by pressure drop method**

依据气体非稳态流动理论，利用压力降落法测得的岩石渗透率。

### 3.5

**液体饱和法测定孔隙度** **porosity was determined by liquid saturation method**

依据阿基米德原理，利用液体饱和法测得的岩石孔隙度。

3.6

**液体饱和法测定含水饱和度 determination of water saturation by liquid saturation method**

依据阿基米德原理,利用液体饱和法测得的岩石含水饱和度。

3.7

**核磁共振法测定含水饱和度 water saturation was determined by nuclear magnetic resonance**

依据不同物质原子核弛豫性质差异产生的核磁共振效应,利用核磁共振法测得的岩石含水饱和度。

3.8

**蒸馏抽提法测定含水饱和度 water saturation was determined by distillation and extraction**

依据液体不同沸点,利用蒸馏抽提法测得的岩石含水饱和度。

## 4 页岩岩样制备

### 4.1 页岩岩样制取

#### 4.1.1 柱塞页岩岩样和全直径页岩岩样

柱塞页岩岩样应从页岩岩心上定向钻取,宜采用线切割法制备,也可采用常规方法制备。柱塞页岩岩样常规制备和全直径页岩岩样制备按照 GB/T 29172—2012 的 4.5.2 执行。

#### 4.1.2 不规则页岩岩样

刚出筒页岩岩心,敲取 30 g~50 g 未被泥浆污染的新鲜部分,迅速测其质量并记录为  $m_0$ ,用于液体饱和法含水饱和度测定。

为防在运输过程中发生破碎,页岩岩样应用防震气泡袋等软材料包裹。

#### 4.1.3 颗粒页岩岩样

页岩岩样经机械破碎后,筛取  $425\ \mu\text{m}\sim 830\ \mu\text{m}$ (20 目~35 目)粒级颗粒,称取 30 g~100 g,用于氦气法孔隙度测定。

### 4.2 页岩岩样洗油

含油页岩岩样按照 GB/T 29172—2012 的 4.6 中清洗烃类方法进行洗油。

### 4.3 页岩岩样烘干

储层中部温度不高于  $60\ ^\circ\text{C}$ ,烘干温度选择  $60\ ^\circ\text{C}$ ,使用恒温烘箱烘干至恒重(建议烘干时间不少于 24 h),记录其质量为  $m_1$ 。

储层中部温度高于  $60\ ^\circ\text{C}$ ,烘干温度选择  $105\ ^\circ\text{C}$ ,使用恒温烘箱烘干至恒重(建议烘干时间不少于 24 h),记录其质量为  $m_1$ 。

### 4.4 尺寸测量

将烘干后的柱塞页岩岩样和全直径页岩岩样,在不同位置测量长度 5 次以上取平均值,记录为  $L$ ;在不同位置测量直径 5 次以上取平均值,记录为  $D$ ,并计算出页岩岩样横切面积,记录为  $A$ 。



## 5 仪器技术指标与材料

### 5.1 仪器技术指标

#### 5.1.1 氦气法孔隙度测定仪

压力传感器精度不低于 0.1%FS。

#### 5.1.2 液体饱和法孔隙度测定仪

真空度不低于  $6 \times 10^{-2}$  Pa ( $6 \times 10^{-4}$  mbar), 压力泵最高工作压力不低于 40 MPa, 加压容器的最高工作压力不低于 40 MPa。

#### 5.1.3 脉冲衰减法渗透率测定仪

压力传感器精度不低于 0.1%FS, 压差传感器精度不低于 0.1%FS, 上游室体积与下游室体积宜保持一致。

#### 5.1.4 稳态法渗透率测定仪

压力传感器精度不低于 0.1%FS。

#### 5.1.5 压力降落法渗透率测定仪

压力传感器精度不低于 0.1%FS。

#### 5.1.6 三维扫描仪

单幅测量精度在 0.01 mm 以内。

#### 5.1.7 核磁共振仪

磁场强度 10 MHz, 回波间隔不大于 0.2 ms

#### 5.1.8 天平

分度值 0.001 g。

#### 5.1.9 游标卡尺

分度值 0.01 mm。

### 5.2 材料

#### 5.2.1 氦气

纯度 > 99.99%。

#### 5.2.2 氮气

纯度 > 99.99%。

#### 5.2.3 无水乙醇

纯度 > 97%。

### 5.2.4 洗油溶剂

洗油溶剂见 GB/T 29172—2012 的 4.6.2。

## 6 孔隙度测定方法

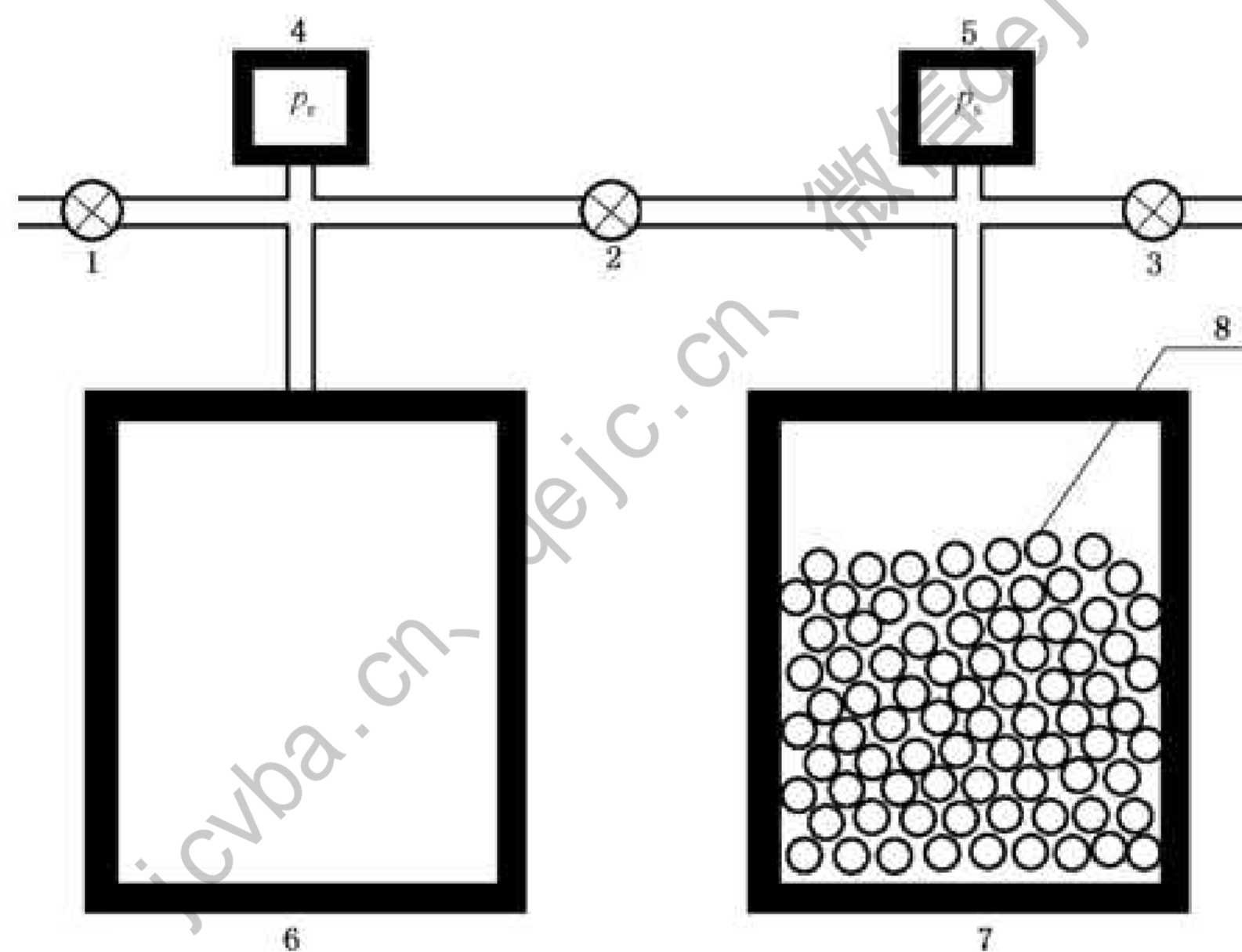
### 6.1 氦气法孔隙度测定方法

#### 6.1.1 原理

把一定压力的氦气充入到参比室中,然后将参比室的气体扩散到与其相连的样品室内,待压力平衡后,根据波义尔定律,计算页岩岩样的骨架体积。页岩岩样总体积减去骨架体积得到页岩岩样的孔隙体积,孔隙体积与总体积的比值即为页岩岩样的孔隙度。

#### 6.1.2 仪器组成

氦气法孔隙度测定仪主要由参比室、样品室以及进气阀、连接阀和排气阀等组成(见图 1)。



标引序号说明:

- 1——进气阀;
- 2——连接阀;
- 3——排气阀;
- 4——参比室压力传感器;
- 5——样品室压力传感器;
- 6——参比室;
- 7——样品室;
- 8——页岩岩样。

图 1 氦气法孔隙度测定仪示意图

#### 6.1.3 页岩岩样总体积测定方法

##### 6.1.3.1 柱塞页岩岩样和全直径页岩岩样总体积( $V_0$ )测量

柱塞页岩岩样和全直径页岩岩样总体积 $V_0$ 可用阿基米德浸没法,按照 GB/T 29172—2012 的 6.2.4

测量；可用卡尺测量法，参照 GB/T 29172—2012 的 6.2.3 测量；可用三维扫描法测量。

### 6.1.3.2 颗粒页岩岩样的总体积测定方法

颗粒页岩岩样总体积通过页岩岩样质量与视密度计算得出，视密度  $\rho$  测定按 GB/T 23561.3 执行。

### 6.1.4 体积校正

#### 6.1.4.1 设备具有提高实验压力功能的体积校正步骤。

- a) 在样品室内放置全部已知体积的体积标准块( $V_s$ )，关闭样品室。
- b) 向参比室内充入一定压力[推荐为 6.895 MPa(1 000 psi)]的氦气，待压力稳定后，记录参比室的压力值( $P_r$ )。
- c) 打开连接阀，气体膨胀进入样品室，待参比室和样品室的压力达到平衡后，记录平衡压力值( $P_b$ ) (压力平衡时间不少于 20 min)。
- d) 打开排气阀，排空样品室及参比室内的气体。
- e) 打开样品室，从样品室内取出一个体积标准块，关闭样品室。
- f) 重复步骤 b)~d)，直到样品室内剩余一个体积标准块。
- g) 根据波义尔定律计算参比室的体积( $V_r$ )和样品室的体积( $V_s$ )。

#### 6.1.4.2 设备具有抽真空功能的体积校正步骤。

- a) 执行 6.1.4.1 中 a)。
- b) 对样品室抽真空至 0.1 Pa，抽真空完成后记录样品室压力值( $P_s$ )。
- c) 向参比室内充入一定压力[推荐为 1.379 MPa(200 psi)]的氦气，待压力稳定后，记录参比室的压力值( $P_r$ )。
- d) 执行 6.1.4.1 中 c)。
- e) 执行 6.1.4.1 中 d)。
- f) 执行 6.1.4.1 中 e)。
- g) 重复步骤 b)~f)，直到样品室内剩余一个体积标准块。
- h) 执行 6.1.4.1 中 g)。

#### 6.1.4.3 设备同时具有抽真空和提高实验压力功能的体积校正步骤。

- a) 执行 6.1.4.1 中 a)。
- b) 对样品室抽真空至 0.1 Pa，抽真空完成后记录样品室压力值( $P_s$ )。
- c) 向参比室内充入一定压力[推荐为 6.895 MPa(1 000 psi)]的氦气，待压力稳定后，记录参比室的压力值( $P_r$ )。
- d) 执行 6.1.4.1 中 c)。
- e) 执行 6.1.4.1 中 d)。
- f) 执行 6.1.4.1 中 e)。
- g) 重复步骤 b)~f)，直到样品室内剩余一个体积标准块。
- h) 执行 6.1.4.1 中 g)。

#### 6.1.4.4 设备不具有抽真空功能，也不具有提高实验压力功能的体积校正步骤。

- a) 执行 6.1.4.1 中 a)。
- b) 向参比室内充入一定压力[推荐为 1.379 MPa(200 psi)]的氦气，待压力稳定后，记录参比室的压力值( $P_r$ )。
- c) 执行 6.1.4.1 中 c)。
- d) 执行 6.1.4.1 中 d)。
- e) 执行 6.1.4.1 中 e)。

- f) 重复步骤 b)~f),直到样品室内剩余一个体积标准块。
- g) 执行 6.1.4.1 中 g)。

6.1.5 骨架体积测定方法

6.1.5.1 设备具有提高实验压力功能的骨架体积测定步骤。

- a) 将准备好的页岩岩样放入样品室( $V_c$ ),关闭样品室。
- b) 向参比室内充入一定压力(与体积校正压力相同)的氦气,待压力稳定后,记录参比室的压力值( $P_r$ )。
- c) 打开连接阀,气体膨胀进入样品室,待参比室和样品室的压力达到平衡后,记录平衡压力值( $P_b$ )(压力平衡时间不少于 20 min)。
- d) 打开排气阀,排空样品室及参比室内的气体。

6.1.5.2 设备具有抽真空功能或同时具有抽真空和提高实验压力功能的骨架体积测定步骤。

- a) 执行 6.1.5.1 中 a)。
- b) 对样品室抽真空至 0.1 Pa,抽真空完成后记录样品室压力值( $P_s$ )。
- c) 执行 6.1.5.1 中 b)。
- d) 执行 6.1.5.1 中 c)。
- e) 执行 6.1.5.1 中 d)。

6.1.5.3 设备不具有抽真空功能,也不具有提高实验压力功能的骨架体积测定步骤。

- a) 执行 6.1.5.1 中 a)。
- b) 执行 6.1.5.1 中 b)。
- c) 打开连接阀,气体膨胀进入样品室,待参比室和样品室的压力达到平衡后,记录平衡压力值( $P_b$ )(压力平衡时间不少于 30 min)。
- d) 执行 6.1.5.1 中 d)。

6.1.6 孔隙度计算

按照波义尔定律状态方程式(1)推导出页岩岩样骨架体积  $V_g$  计算公式(2),按照公式(3)计算氦气法孔隙度。

$$P_r V_r + P_s (V_c - V_g - V_s) = P_b (V_c + V_r - V_g - V_s) \dots\dots\dots(1)$$

$$V_g = (P_b V_c + P_b V_r + P_s V_s - P_r V_r - P_s V_c - P_b V_s) \div (P_b - P_s) \dots\dots\dots(2)$$

$$\phi = \frac{V_p}{V_b} \times 100\% = \frac{V_b - V_g}{V_b} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

公式(3)中:颗粒页岩岩样的总体积  $V_b = m_1 / \rho$ ,柱塞页岩岩样和全直径页岩岩样的总体积  $V_b$  由 6.1.3.1测得。

式中:

- $\phi$  ——页岩岩样氦气法孔隙度;
- $P_r$  ——参比室的初始绝对压力,单位为兆帕(MPa);
- $P_s$  ——样品室的初始绝对压力,单位为兆帕(MPa);
- $P_b$  ——平衡后的绝对压力,单位为兆帕(MPa);
- $V_g$  ——页岩岩样骨架体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $V_b$  ——页岩岩样总体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $V_p$  ——页岩岩样孔隙体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $V_c$  ——样品室体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $V_r$  ——参比室体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );

- $V_s$  ——参比室内标准块体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $m_1$  ——页岩岩样烘干后质量,单位为克(g);
- $\rho$  ——页岩岩样视密度,单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

### 6.1.7 注意事项

为确保实验结果精度,请注意以下四点:

- 如果环境温度或大气压发生变化,应重新校准系统;
- 尽量减少与测定无关的体积,应把体积标准块加入样品室内,填充页岩岩样剩下的空间;
- 重复性测定时,应有一定的时间间隔或使页岩岩样重新恢复到初始状态,以消除气体吸附及气体逸散缓慢所带来的影响;
- 当页岩岩样孔隙度特别低时,应延长平衡时间至 50 min 甚至更长。

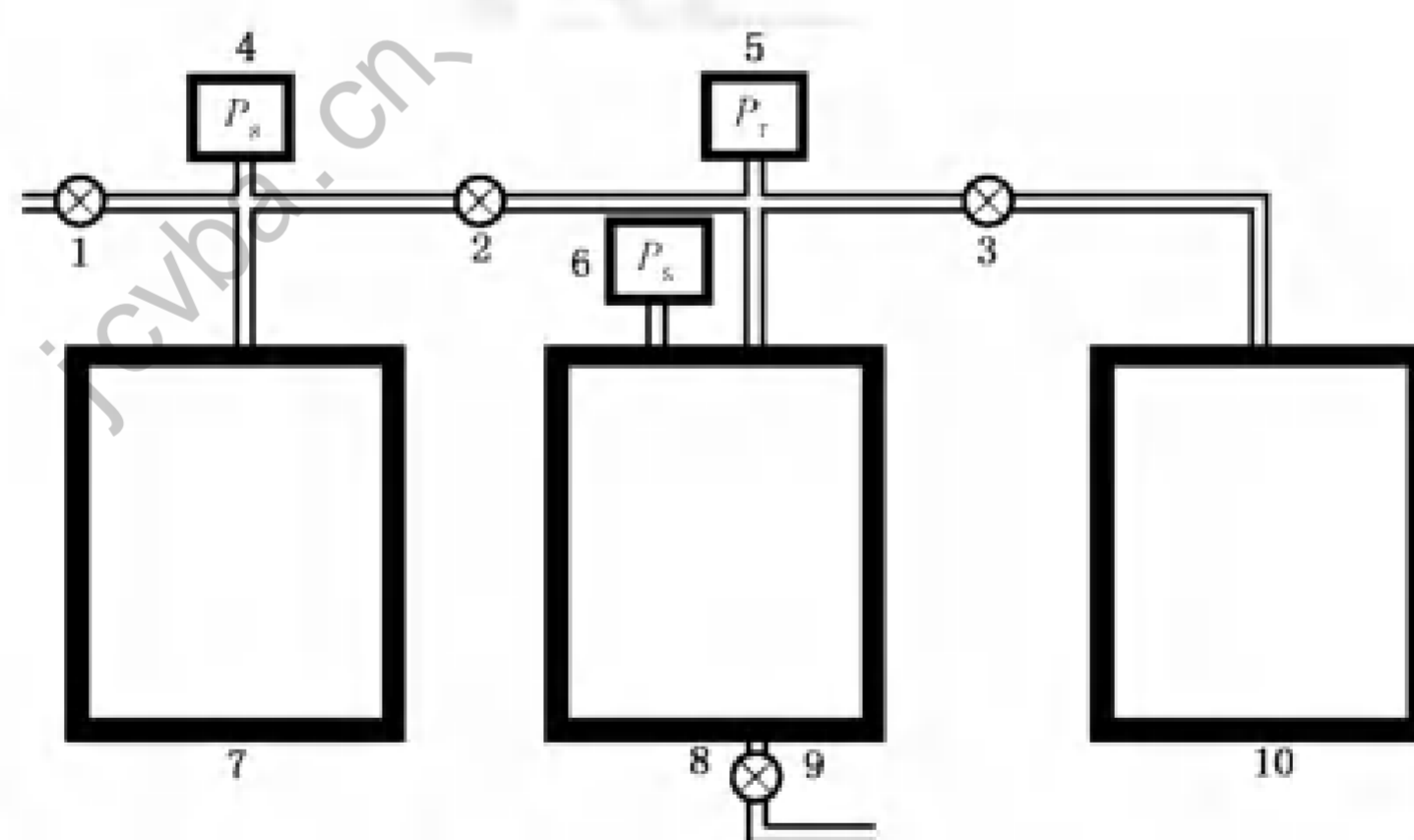
## 6.2 液体饱和法孔隙度测定方法

### 6.2.1 原理

依据阿基米德定律,用已知密度的液体饱和烘干后的页岩岩样,将饱和好的页岩岩样悬挂于液体中称量,再将页岩岩样表面的液体擦掉,在空气中称量。在空气中与液体中称量的质量之差,除以饱和液体的密度,得到页岩岩样总体积。在空气中称量的质量与烘干页岩岩样的质量之差,除以饱和液体的密度,得到该页岩岩样的孔隙体积。孔隙体积占总体积的百分比即为页岩岩样孔隙度。

### 6.2.2 仪器组成

液体饱和法孔隙度测定仪主要由真空泵、真空计、加液罐和精密压力表等部件组成(见图 2)。称量装置主要由天平、铰形吊环和托盘、容器等部件组成(见图 3)。



标引序号说明:

- |               |                |
|---------------|----------------|
| 1 —— 液体注入控制阀; | 7 —— 加液罐;      |
| 2、3 —— 连接阀;   | 8 —— 真空加压罐;    |
| 4 —— 真空计;     | 9 —— 真空加压罐排液阀; |
| 5 —— 精密压力表;   | 10 —— 真空泵。     |
| 6 —— 真空检测计;   |                |

图 2 液体饱和法孔隙度测定仪示意图

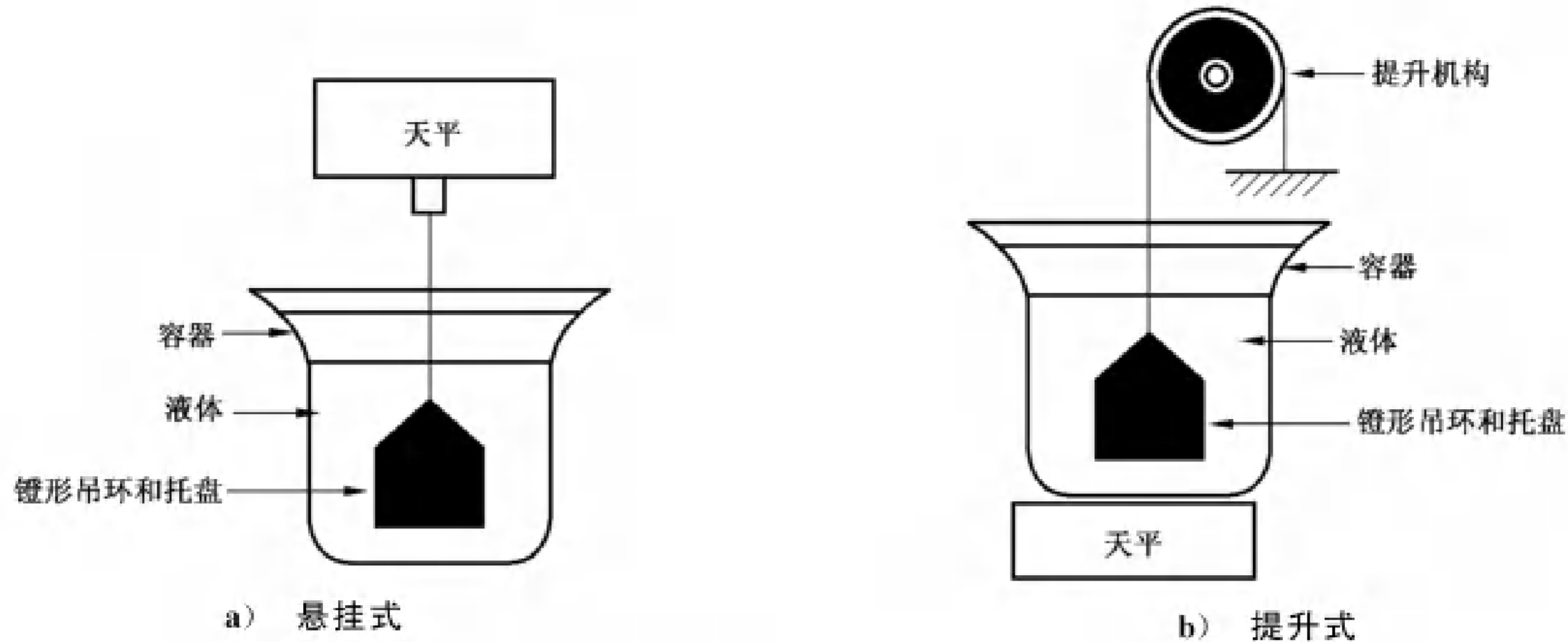


图3 称量装置示意图

6.2.3 测定步骤

6.2.3.1 将已测烘干质量( $m_1$ )的页岩岩样放入真空加压罐中,对页岩岩样抽真空达到  $6 \times 10^{-2}$  Pa。

6.2.3.2 将饱和液体注满真空加压罐后,加压并保持压力 20 MPa 饱和 24 h 以上。

6.2.3.3 泄压、将页岩岩样从真空加压罐中取出,完全浸没于液体中测其质量,记录为  $m_2$ 。

6.2.3.4 将 6.2.3.3 中页岩岩样取出,用湿润的棉纱除去页岩岩样表面上多余的液体,在空气中测其质量,记录为  $m_3$ 。

6.2.4 孔隙度计算

按照公式(4)计算页岩岩样的孔隙体积,按照公式(5)计算页岩岩样的总体积,按照公式(6)计算页岩岩样的液体饱和法孔隙度。

$$V_p = \frac{m_3 - m_1}{\rho_w} \dots\dots\dots(4)$$

$$V_b = \frac{m_3 - m_2}{\rho_w} \dots\dots\dots(5)$$

$$\phi_w = \frac{V_p}{V_b} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$V_b$  ——页岩岩样总体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );

$V_p$  ——页岩岩样孔隙体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );

$\rho_w$  ——饱和液体的密度,单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ );

$\phi_w$  ——页岩岩样液体饱和法孔隙度;

$m_1$  ——页岩岩样烘干后质量,单位为克(g);

$m_2$  ——页岩岩样充分饱和后完全浸没在液体中的质量,单位为克(g);

$m_3$  ——页岩岩样充分饱和后在空气中的质量,单位为克(g)。

6.2.5 注意事项

为确保实验结果精度,请注意以下四点:

- a) 页岩页岩岩样黏土含量高,应采用已知密度的有机溶剂(推荐为无水乙醇)饱和,防止黏土膨胀;
- b) 为保证饱和页岩岩样称量精度,页岩岩样饱和液体和称重液体应使用相同密度的液体;

- c) 环境温度对液体密度影响较大,应实时记录 6.2.3.3 测定步骤中所称重液体的温度,推荐每变化  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,实时测量液体密度  $\rho_w$ ;
- d) 为提高页岩岩样抽真空时内部真空度,真空度达到  $6\times 10^{-2}\text{ Pa}$  时,推荐继续抽  $4\text{ h}\sim 6\text{ h}$ 。

## 7 渗透率测定方法

### 7.1 稳态法渗透率测定方法

#### 7.1.1 原理

将页岩岩样置于页岩岩心夹持器中,施加围压密封。在页岩岩样一端注入一定压力的气体,待压力稳定后,获取页岩岩样另一端的气体在单位时间内的流量,利用达西定律计算出页岩岩样的渗透率。

#### 7.1.2 仪器组成

稳态法渗透率测定仪主要由岩心夹持器、压力调节器、流量计和压力传感器等部件组成(见图 4)。

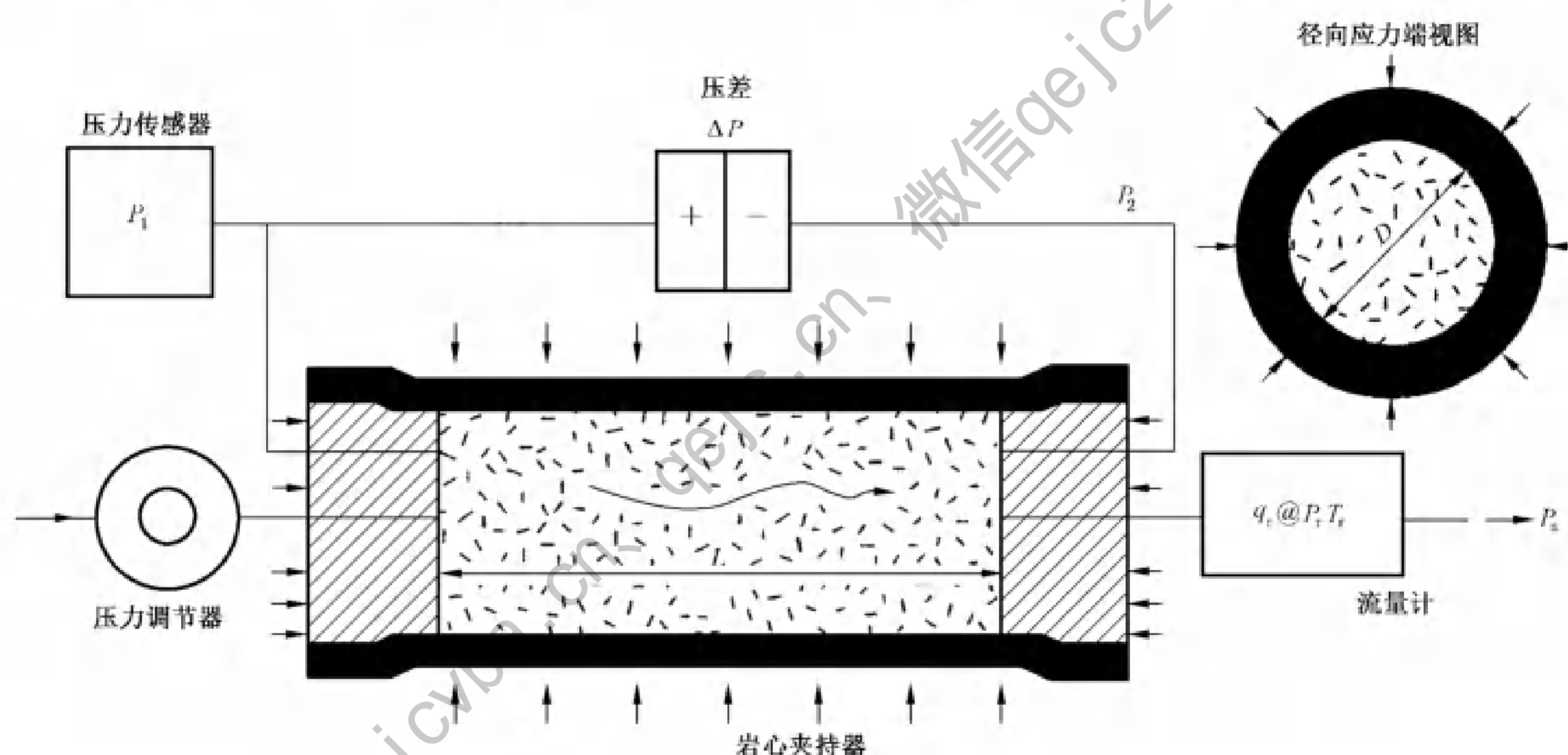


图 4 稳态法渗透率测定仪示意图

#### 7.1.3 测定步骤

- 7.1.3.1 将长度为  $L$ ,横切面积为  $A$  的页岩岩样装入页岩岩心夹持器中,加载一定的围压,使页岩岩样密封。
- 7.1.3.2 开启压力调节器,注入一定压力气体,待压力平衡后,记录入口压力  $P_1$  和出口压力  $P_2$ 。
- 7.1.3.3 打开流量计,记录一定时间内气体流量  $q_v$ 。
- 7.1.3.4 重复 7.1.3.2 和 7.1.3.3 三次,停止测定。
- 7.1.3.5 关闭压力调节器,完全打开排气阀和针形阀,放空系统内气体,卸载围压,取出页岩岩样。

#### 7.1.4 渗透率计算

按照公式(7)计算稳态法渗透率:

$$k = \frac{2q_v \mu_g L P_0}{A[(P_1 + P_0)^2 - (P_2 + P_0)^2]} \times 10^3 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $k$  —— 稳态法渗透率,单位为毫达西(mD);
- $A$  —— 页岩岩样横切面积,单位为平方厘米( $\text{cm}^2$ );
- $P_0$  —— 实测大气压力,单位为兆帕(MPa);
- $P_1$  —— 入口压力,单位为兆帕(MPa);
- $P_2$  —— 出口压力,单位为兆帕(MPa);
- $L$  —— 页岩岩样长度,单位为厘米(cm);
- $\mu_g$  —— 实验气体黏度,单位为毫帕秒( $\text{mPa} \cdot \text{s}$ );
- $q_g$  —— 单位时间内的气体流量,单位为毫升每秒( $\text{mL/s}$ )。

### 7.1.5 注意事项

为确保实验结果精度,请注意以下两点:

- a) 实验前应对设备进行试漏;
- b) 施加围压后,注入压力时,确保入口压力值小于围压值,推荐低于围压 1.5 MPa~2.5 MPa。

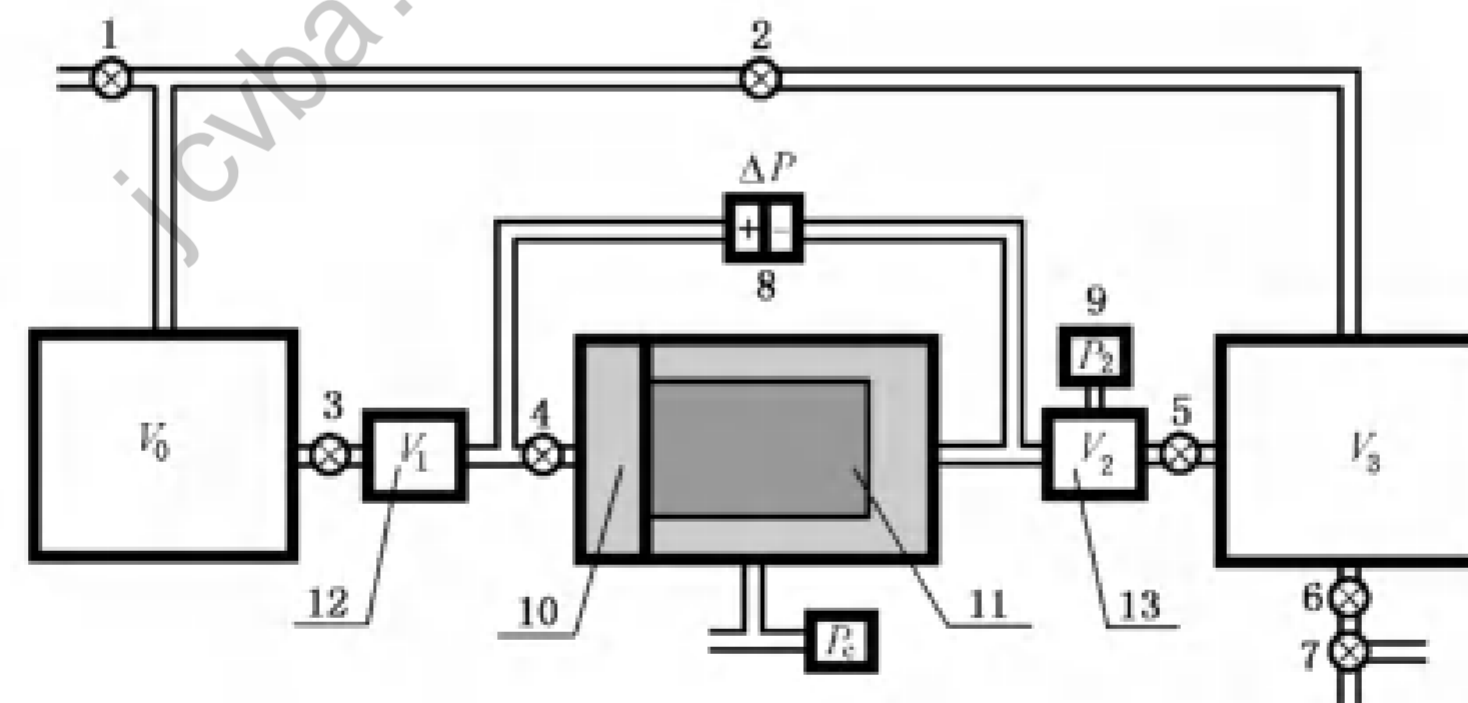
## 7.2 脉冲衰减法渗透率测定方法

### 7.2.1 原理

将一定压力的气体饱和页岩岩样,待压力稳定后,可通过降低下游压力,形成页岩岩样上游端和下游端的脉冲压差。气体在渗流过程中,上游压力不断降低,下游压力不断升高,并逐渐趋于平衡。通过建立上下游压差与时间的函数关系,计算出页岩岩样的渗透率。

### 7.2.2 仪器组成

脉冲衰减法渗透率测定仪主要由页岩岩心夹持器、上游室、下游室、压力传感器和压差传感器等部件组成(见图 5)。



标引序号说明:

- |               |              |
|---------------|--------------|
| 1 —— 进气阀;     | 8 —— 压差传感器;  |
| 2 —— 上下游室连接阀; | 9 —— 压力传感器;  |
| 3 —— 上游室进气阀;  | 10 —— 岩心夹持器; |
| 4 —— 上游室出气阀;  | 11 —— 页岩岩样;  |
| 5 —— 下游室出气阀;  | 12 —— 上游室;   |
| 6 —— 排气阀;     | 13 —— 下游室。   |
| 7 —— 针形阀;     |              |

图 5 脉冲衰减法渗透率测定仪示意图



### 7.2.3 测定步骤

7.2.3.1 若已知页岩岩样孔隙度,不需执行该步骤;若未知页岩岩样孔隙度,按照 6.1 进行页岩岩样孔隙度测定。

7.2.3.2 将长度为  $L$ ,横切面积为  $A$  的页岩岩样装入页岩岩心夹持器中,加载一定的围压(推荐为 10 MPa)。

7.2.3.3 打开进气阀(1)、上下游室连接阀(2)、上游室进气阀(3)、上游室出气阀(4)和下游室出气阀(5),关闭排气阀(6)和针型阀(7),向测定系统充入测试气体,确保系统内的压力(推荐为 7.5 MPa)小于围压。

7.2.3.4 关闭进气阀(1),等待页岩岩样充分饱和气体(饱和时间不少于 5 min),记录系统内的压力  $P_m$ ,该压力为孔隙压力。

7.2.3.5 关闭上下游室连接阀(2)和上游室进气阀(3),打开排气阀(6),缓慢打开针型阀(7),排出下游一定量的气体,使得上下游压力差达到 0.068 9 MPa~0.206 7 MPa(10 psi~30 psi)时,关闭下游室出气阀(5)。

7.2.3.6 上下游压差每降低 0.006 89 MPa(1 psi),记录下游压力/上下游压差和时间。当压差下降到一定值时(推荐压差小于初始压差的 1/3)停止测定。

7.2.3.7 打开上下游室连接阀(2)、上游室进气阀(3)、下游室出气阀(5),完全打开针型阀(7),放空系统内气体,卸载围压,取出页岩岩样。

### 7.2.4 渗透率计算

按照公式(8)计算脉冲衰减法渗透率,具体推导过程见附录 A。

$$k = \frac{-s_1 \mu_g L f_z}{f_1 A P_m (1/V_1 + 1/V_2)} \times 0.98 \times 10^{-11} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $k$  ——脉冲衰减法渗透率,单位为毫达西(mD);
- $s_1$  ——直线斜率,无量纲;
- $\mu_g$  ——气体黏度,单位为帕秒(Pa·s);
- $L$  ——页岩岩样长度,单位为厘米(cm);
- $f_z$  ——实际气体偏离理想气体的特性值(见附录 B),无量纲;
- $A$  ——页岩岩样横切面积,单位为平方厘米(cm<sup>2</sup>);
- $P_m$  ——测定平均压力(绝对压力),单位为帕(Pa);
- $V_1$  ——上游室体积,单位为立方厘米(cm<sup>3</sup>);
- $V_2$  ——下游室体积,单位为立方厘米(cm<sup>3</sup>);
- $f_1$  ——流量校准因子,见附录 A,无量纲。

### 7.2.5 注意事项

为确保实验结果精度,请注意以下三点:

- a) 需表明实验气体类型,推荐使用氮气;
- b) 实验前应对整个设备系统进行进行试漏;
- c) 注意围压和测定压力大小,推荐测定压力低于围压 1.5 MPa~2.5 MPa。

### 7.3 压力降落法渗透率测定方法

#### 7.3.1 原理

将页岩岩样饱和一定压力的气体,待压力稳定后,打开下游室出口阀产生压力瞬变,通过气体在页岩岩样中渗流过程,使上游压力不断降低,从而建立上游压力与时间的函数关系,计算出页岩岩样的渗透率。

#### 7.3.2 仪器组成

压力降落法渗透率测定仪主要由上游压力室、样品室、压力传感器等部件组成(见图6)。

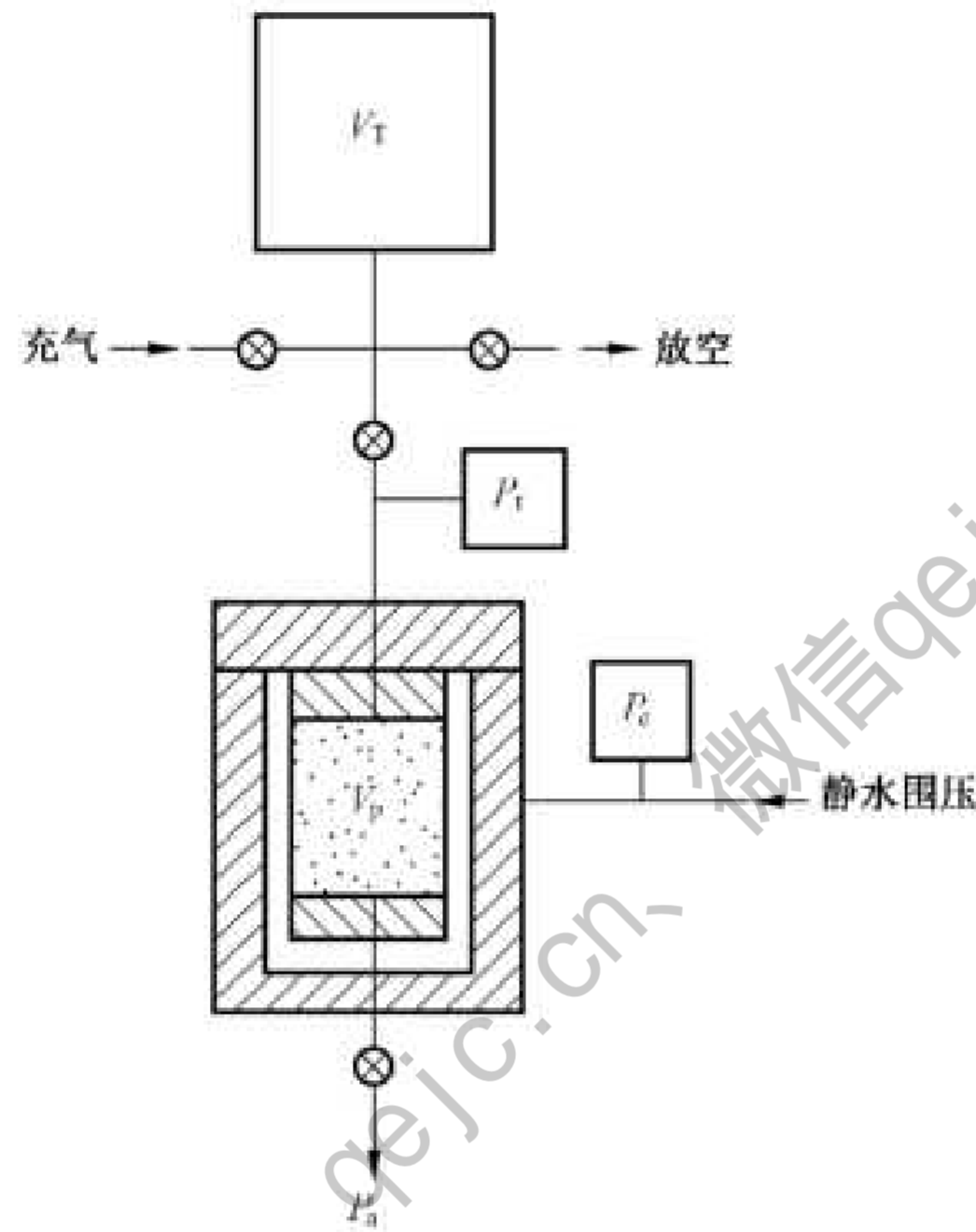


图6 压力降落法渗透率测定仪示意图

#### 7.3.3 测定步骤

- 7.3.3.1 将准备好的页岩岩样放于样品室中,加载一定围压。
- 7.3.3.2 往测定系统中注入实验气体,等待压力平衡。
- 7.3.3.3 打开下游室出口阀,产生压力瞬变。
- 7.3.3.4 当上游压力衰减到平衡压力的 85% 时,开始采集数据,记录选择间隔的压力和对应时间。
- 7.3.3.5 当上游压力衰减到平衡压力的 30% 时,停止测定,放空系统内气体,取出页岩岩样。

#### 7.3.4 渗透率计算

按照 GB/T 29172—2012 的 7.7.2 执行。

## 8 饱和度测定方法

### 8.1 液体饱和法含水饱和度测定方法

#### 8.1.1 原理

将钻井现场称重后的不规则页岩岩样烘干,然后在空气中称重,页岩岩样烘干前后的质量之差,除

以水的密度,得到页岩岩样的含水体积。用已知密度的液体饱和烘干后的页岩岩样,将饱和好的页岩岩样表面的液体擦掉,在空气中称量。在空气中称量的质量与烘干页岩岩样的质量之差,除以饱和液体的密度,得到该页岩岩样的孔隙体积,含水体积占孔隙体积百分比即为页岩岩样的含水饱和度。

### 8.1.2 仪器组成

见 6.2.2。

### 8.1.3 测定步骤

按照 6.2.3 进行。

### 8.1.4 含水饱和度计算

按照公式(9)计算页岩岩样的含水体积( $V_w$ ),按照公式(10)计算页岩岩样的孔隙体积( $V_p$ ),按照公式(11)计算页岩岩样的含水饱和度( $S_w$ )。

$$V_w = \frac{m_1 - m_0}{\rho_l} \dots\dots\dots (9)$$

$$V_p = \frac{m_3 - m_1}{\rho_w} \dots\dots\dots (10)$$

$$S_w = \frac{V_w}{V_p} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- $S_w$  —— 液体饱和法含水饱和度;
- $V_w$  —— 页岩岩样含水体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $V_p$  —— 页岩岩样孔隙体积,单位为立方厘米( $\text{cm}^3$ );
- $\rho_l$  —— 地层水的密度<sup>1)</sup>,单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ );
- $\rho_w$  —— 饱和液体的密度,单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ );
- $m_0$  —— 页岩岩样现场质量,单位为克(g);
- $m_1$  —— 页岩岩样烘干后质量,单位为克(g);
- $m_2$  —— 页岩岩样充分饱和后完全浸没在液体中的质量,单位为克(g);
- $m_3$  —— 页岩岩样充分饱和后在空气中的质量,单位为克(g)。

## 8.2 核磁共振法含水饱和度测定方法

### 8.2.1 原理

利用核磁共振仪对新鲜页岩岩样进行 T2 谱扫描,记录核磁共振 T2 谱,其峰面积代表页岩岩样原始的含水孔隙度,然后将与地层水矿物度一致的盐水饱和页岩岩样,再进行 T2 谱扫描,记录饱和页岩岩样的核磁共振 T2 谱,此时的峰面积代表页岩岩样总孔隙体积,二者比值的百分数即为页岩岩样含水饱和度。

### 8.2.2 仪器组成

核磁共振仪主要由磁体、探头、电子系统和操作控制等部件组成。

1) 此处由于地层水密度很难获取,页岩岩样中水的总量又很少,我们采用 20 °C 纯水的密度( $0.998 \text{ g}/\text{cm}^3$ )参与计算。

8.2.3 测定步骤

8.2.3.1 将新鲜的含水页岩岩样用不含氢的非磁性容器装好,放入测量腔,页岩岩样的中心位置应位于磁场的中心位置,进行核磁共振 T2 谱测量,得到新鲜页岩岩样水相的 T2 谱面积(A<sub>i</sub>)。

8.2.3.2 利用驱替泵和装满与地层水矿物度一致的盐水的容器,向放置页岩岩样的容器内饱和盐水,缓慢加压至一定压力(推荐不低于 20 MPa),达到目标压力后,持续保持压力时间不少于 24 h。

8.2.3.3 取出饱和好的页岩岩样,除去饱和页岩岩心上多余的液体(避免颗粒掉落)。

8.2.3.4 将 8.2.3.3 处理好的页岩岩样用不含氢的非磁性容器装好,放入测量腔,页岩岩样的中心位置应位于磁场的中心位置,进行核磁共振 T2 谱测量,得到饱和页岩页岩岩样水相的 T2 谱面积 A<sub>s</sub>。

8.2.3.5 取出页岩岩样,测定完成。

8.2.4 含水饱和度计算

按照公式(12)计算页岩岩样含水饱和度:

S<sub>w</sub> = (A<sub>i</sub> / A<sub>s</sub>) × 100% .....( 12 )

式中:

S<sub>w</sub> ——核磁共振法含水饱和度;

A<sub>i</sub> ——新鲜页岩岩样核磁共振 T2 谱面积,无因次;

A<sub>s</sub> ——饱和页岩岩样核磁共振 T2 谱面积,无因次。

8.3 蒸馏抽提法含水饱和度测定方法

对 4.1.2 取得的不规则页岩岩样,按照 GB/T 29172—2012 的 5.3.5 进行。

9 质量要求和数值修约

9.1 质量要求

9.1.1 页岩岩样未被污染,保持清洁。

9.1.2 在孔隙度和渗透率测定过程中,测定系统的温度变化不大于 1 ℃。

9.2 数值修约

9.2.1 页岩岩样孔隙度值修约到 2 位小数。

9.2.2 页岩岩样渗透率值修约到 3 位有效数字。

9.2.3 页岩岩样含水饱和度值修约到 2 位小数。

9.3 精密度

测定结果的重复性限和再现性限应符合表 1 和表 2 的要求。

表 1 孔隙度重复性限(r)和再现性限(R)

Table with 3 columns: 孔隙度, 重复性限(r), 再现性限(R). Rows include ranges like 1%~5% and >5%~10%.

表 2 渗透率重复性限( $r$ )和再现性( $R$ )

渗透率/mD	重复性限( $r$ )	再现性限( $R$ )
$10^{-5} \sim 10^{-3}$	$<10\%$	$<15\%$
$>10^{-3} \sim 10^{-1}$	$<10\%$	$<10\%$

## 10 报告和原始记录

报告格式参见附录 C,原始记录格式参见附录 D。

jcvba.cn、qejc.cn、微信qejc21

附录 A

(资料性)

脉冲衰减法计算渗透率的公式推导

依据 GB/T 29172—2012 中 7.7.4 可知,脉冲衰减法渗透率测定过程中孔隙压力的变化很小时,  $\Delta P_D$  与时间  $t$  的关系可以用方程简化表示为公式(A.1):

$$\ln(\Delta P_D) = \ln(f_0) + s_1 t \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

其中,  $f_0$  为常数,  $\Delta P_D$  表示为公式(A.2),  $s_1$  表示为公式(A.3)。

$$\Delta P_D = \frac{P_1[t] - P_2[t]}{P_1[0] - P_2[0]} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

$$s_1 = -\frac{k f_1 A P_m (1/V_1 + 1/V_2)}{\mu L f_z} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

公式(A.3)中,  $f_1 = \theta_1^2 / (a + b)$ ,  $\theta_1$  为超越方程  $\tan \theta = \frac{(a+b)\theta}{\theta^2 - ab}$  的第一个正数解。

$$a = \frac{V_p}{V_1}, b = \frac{V_p}{V_2} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

由公式(A.1)可知,作  $\ln(\Delta P_D)$  与时间  $t$  的关系图,其拟合直线的斜率为  $s_1$ ,再由公式(A.5)计算得到渗透率的值:

$$k = \frac{-s_1 \mu L f_z}{f_1 A P_m (1/V_1 + 1/V_2)} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

- $k$  —— 脉冲渗透率;
- $s_1$  —— 直线斜率;
- $\mu$  —— 气体黏度;
- $L$  —— 页岩岩样长度;
- $f_z$  —— 实际气体偏离理想气体的特性值(见附录 B);
- $A$  —— 页岩岩样横切面积;
- $P_m$  —— 测定平均压力;
- $V_1, V_2$  —— 分别为上下游腔室体积。

## 附录 B

(资料性)

22 ℃下氮气的  $f_c$  值参考表

表 B.1 给出了 22 ℃下氮气的  $f_c$  值参考表。

表 B.1 22 ℃下氮气的  $f_c$  值参考表

$P/\text{psi}$	$z$	$f_c$
100	0.998 27	1.001 57
200	0.996 80	1.002 65
300	0.995 61	1.003 18
400	0.994 69	1.003 14
500	0.994 05	1.002 55
600	0.993 68	1.001 40
700	0.993 58	0.999 70
800	0.993 76	0.997 47
900	0.994 21	0.994 71
1 000	0.994 93	0.991 45
1 100	0.995 91	0.987 71
1 200	0.997 16	0.983 51
1 300	0.998 65	0.978 89
1 400	1.000 40	0.973 87
1 500	1.002 39	0.968 48
1 600	1.004 61	0.962 77
1 700	1.007 06	0.956 76
1 800	1.009 73	0.950 48
1 900	1.012 61	0.943 96
2 000	1.015 70	0.937 25

$P$  —— 压力；  
 $z$  —— 压缩因子；  
 $f_c$  —— 实际气体偏离理想气体的特性值。





**附录 D**  
(资料性)  
原始记录格式

表 D.1 给出了页岩氦气法孔隙度测定原始记录。

**表 D.1 页岩氦气法孔隙度测定原始记录**

页岩岩样 编号	质量 g	长度 cm	直径 cm	视密度 g/cm <sup>3</sup>	颗粒密度 g/cm <sup>3</sup>	孔隙度 %	备注

表 D.2 给出了页岩液体饱和法孔隙度测定原始记录。

**表 D.2 页岩液体饱和法孔隙度测定原始记录**

页岩岩样 编号	烘干后质量 g	浸没在液体中质量 g	空气中擦干质量 g	液体密度 g/cm <sup>3</sup>	孔隙度 %	备注

表 D.3 给出了页岩稳态法渗透率测定原始记录。

**表 D.3 页岩稳态法渗透率测定原始记录**

页岩岩样 编号	长度 cm	直径 cm	上游压力 MPa	下游压力 MPa	围压 MPa	流量 mL/s	渗透率 mD	备注

表 D.4 给出了页岩脉冲衰减法渗透率测定原始记录。

**表 D.4 页岩脉冲衰减法渗透率测定原始记录**

页岩岩样编号	长度 cm	直径 cm	上游压力 MPa	下游压力 MPa	围压 MPa	渗透率 mD	备注

表 D.5 给出了压力降落法渗透率测定原始记录。

表 D.5 压力降落法渗透率测定原始记录

页岩岩样 编号	第 1 次		第 2 次		…		第 $n$ 次		渗透率 mD	备注
	$P_1$ MPa	$t_1$ s	$P_2$ MPa	$t_2$ s	…	…	$P_n$ MPa	$T_n$ s		

表 D.6 给出了液体饱和法含水饱和度测定原始记录。

表 D.6 液体饱和法含水饱和度测定原始记录

页岩岩样 编号	烘干前 质量 g	烘干后 质量 g	浸没在液体 中质量 g	空气中擦干 质量 g	液体密度 $g/cm^3$	孔隙度 %	含水饱和度 %	备注

表 D.7 给出了核磁共振法含水饱和度测定原始记录。

表 D.7 核磁共振法含水饱和度测定原始记录

页岩岩样编号	页岩岩样水相的 $T_2$ 谱幅度面积 1	饱和页岩岩样水相的 $T_2$ 谱幅度面积 1	含水饱和度 %	备注

表 D.8 给出了蒸馏抽提法含水饱和度测定原始记录。

表 D.8 蒸馏抽提法含水饱和度测定原始记录

页岩岩样 编号	现场质量 g	抽提后质量 g	水的体积 mL	孔隙度 %	含水饱和度 %	备注

和乎健者

jcvba.cn, qejc.cn, 微信qejc21