

中关村绿色矿山产业联盟团体标准

《页岩含水率测定的核磁共振技术规范》

编制说明

2024 年 3 月

# 团体标准《页岩含水率测定的核磁共振技术规范》 编制说明

## 一、工作简况

### 1. 任务来源

#### (1) 团体标准来源

为贯彻落实国家标准化管理委员会等十七部门联合印发的《关于促进团体标准规范优质发展的意见》中“建立以需求为导向的团体标准制定模式”、“发展团体标准充分释放市场主体标准化活力，优化标准供给结构，提高产品和服务竞争力，助推高质量发展”的精神，加强绿色矿山标准体系建设，提升引领高质量发展的能力，促进绿色矿山技术进步、工艺水平提高，推动矿业领域绿色低碳发展 2023 年中关村绿色矿山产业绿盟（以下简称中绿盟）发布了《关于征集 2023 年度团体标准计划项目的通知》。项目组按照中绿盟要求提交了《页岩含水率测定的核磁共振技术规范》，方案经中绿盟决定立项，并于 2023 年发布于《中绿盟 2023 年度第一批团体标准立项计划》。

#### (2) 项目资金来源

本文件资金来源于中国矿业大学（北京）承担的“疏松泥岩含水性及对成藏影响机制研究”及“烃源岩高压润湿分析”两个科技项目。由于页岩在天然状态下会含有一定量的水分，而这部分水会对页岩储层性质、页岩气赋存、富集和产出具有重要影响。随着全球页岩气工业的持续发展和地质理论研究的深入，业内逐渐认识到页岩储层含水率研究的重要性。国内页岩分布广泛，海相、陆相、海陆过渡相均有发育，时代从元古代延续到新生代，特征复杂而多样，且页岩储层非常致密，目前适用于常规岩石储层含水率测定的方法如蒸馏法、蒸发法、溶解法、电阻率法等，并不适用于页岩，其测试结果精度及准确性不能满足页岩油气生产实际中的评价需求。建立页岩储层含水率准确测定的方法标准对推动页岩油气工业的进一步发展，促进页岩油气基础理论水平的提高都具有十分重要的作用。

### 2. 起草单位、参编单位

起草单位：中国矿业大学（北京）

参编单位：中国矿业大学（北京）、陕西延长石油(集团)有限责任公司、中国石油集团测井有限公司、苏州泰纽测试服务有限公司、中国石油天然气股份有限公司勘探开发研究院、山东科技大学、中国石油化工股份有限公司石油勘探开发研究院

### 3. 主要起草人

本文件主要起草人：韩双彪、黄劼、华帅、乔钰、万永平、王振川、王缙、万金彬、何羽飞、白松涛、燕军、张军建、李剑、谢增业、杨春龙、芮宇润、刘宇、孟庆强、李沛、王晓波、田继先、国建英。

## 二、制定标准的必要性和意义

### 1. 必要性

长期以来，在经典的石油地质学理论中都是将页岩作为烃源岩或盖层研究，但随着能源需求的增长与理论技术的进步，页岩油气资源的勘探开发已经逐步颠覆了世界能源格局，页岩已然成为了非常规油气勘探与开发的重要目标。页岩油气藏属于典型的连续型非常规油气藏，无统一的油气水界面，在原位油气藏条件下页岩储层普遍含水，且油气水共存分布。页岩储层含水率是页岩油气储量评估的关键参数，因为页岩储层中水的存在会成为页岩油气储集空间的和运移通道上的阻碍，严重影响页岩储层中吸附油气与游离油气的富集及产出，进而影响页岩含油气量。

目前常用的测试岩石储层含水率的方法有蒸馏法、蒸发法、溶解法、电阻率法等，但这些方法只适用于常规岩石储层，并不适用于页岩储层。页岩储层，尤其是过成熟

的页岩，通常只含有束缚水，因为其渗透率和孔隙度非常低，以常规测试方法获得的数据通常是不准确的，而对页岩含水率测定不准确将导致页岩油气储量低估或高估，从而影响决策的经济评估。针对于页岩中这种特殊致密储层在国内外缺乏含水率测定的标准，在具体操作过程中所涉及的样品量、预处理过程、实验温度、持续时间等一系列问题均未得到合理约束。因此，对页岩储层含水率测试方法急需制定相关标准，规范测试过程，实现测试结果的准确性和可对比性。核磁共振方法在页岩含水率测定中获得了较好的应用效果，但是由于页岩含水率测定相关行业标准的缺乏，实验操作和数据处理流程也不尽统一，测定结果的准确性和可靠性缺乏标准依据。应用核磁共振技术实现页岩含水率的高精度量化测定，保证评价结果可对比性，在此基础上建立页岩含水率的核磁共振测定方法标准，不仅可以填补页岩油气领域的标准空白，在生产实践中也具有广阔的应用前景。

综上所述，页岩含水率作为页岩油气藏勘探评价与产能评价的重要参数，贯穿页岩油气勘探开发整个阶段，能否高效准确地测定页岩含水率对页岩油气高质量勘探开发尤为重要，因此通过本项目研究，提出页岩含水率测定的核磁共振方法标准，具有科学研究意义和生产应用价值，对补充完善页岩油气行业标准体系具有必要性。

## 2. 意义

研制页岩含水率测试方法的标准是为了规范页岩含水率测定，使测试结果合理可靠，并具有可对比性，无论是在页岩油气地质理论研究，还是在页岩油气工业发展领域都具有积极重要的作用。

(1) 准确获取页岩储层含水率，是全面认识页岩储层性质的关键途径。页岩储层含水率与页岩储层形成的沉积环境、受到的成岩作用和经历构造运动过程等都有一定相关，也与有机质热演化程度有关，在一定程度上可以反映页岩成熟度及黏土矿物组成。页岩储层含水率的高低能直接影响页岩储层的岩石力学性质、声学特性及，对油气储集能力和可压裂性均有影响。因此，全面认识页岩储层性质有赖于对页岩储层含水性特征的了解。

(2) 掌握页岩储层含水率，是进一步开展页岩油气评价相关工作的基础。页岩储层中水的存在对含油气性有直接的影响，水分的存在可以占据吸附油气或游离油气的赋存空间，水的存在整体上对页岩油气的赋存是起到消极作用，而在另一方面，页岩储层中水分的存在对保持储层压力有利，进而对含油气性起到积极作用。总之，获取页岩储层含水率为页岩油气评价提供了重要依据。

(3) 深入探究页岩储层含水率，是提高我国页岩油气理论研究水平的有效途径。页岩含水率可影响页岩储层性质、页岩油气赋存、富集及产出等，对页岩油气赋存机理研究、有利选层、有利选区、资源评价、压裂设计及产能评价等都具有十分重要的影响。鉴于页岩储层中水在页岩油气研究中的重要性，页岩含水率的研究将会成为页岩油气地质研究的重要内容。因此，页岩储层含水率的研究将深化页岩油气研究的内容，拓宽页岩气评价的范畴，相关标准的研制也必将提高我国页岩油气理论的水平。

(4) 规范页岩储层含水率测定，是促进页岩油气工业持续稳步发展的重要举措。页岩储层含水率测试结果的可靠性及可对比性，能够促进含水性相关参数在实际勘探和生产中发挥更好作用的基础。页岩储层含水率测试方法与分析技术标准的研制，可以将页岩储层含水率测试规范化，提高测试结果的合理性和可对比性，同时将进一步提高页岩油气勘探的科学有效性，促进页岩油气工业持续稳步的发展。

因此，标准的研制有助于科学有效地获取页岩储层含水率，实现页岩储层含水率评价的合理性和可对比性，同时完善页岩储层含水率的理论研究、测试技术和技术规范等。

## 三、主要起草过程

本项目于 2023 年 5 月申报，并由中关村绿色产业联盟下达规范制定计划。

本团体标准文件编写计划时间为 2023 年 6 月至 2024 年 5 月：

2023 年 6 月-2023 年 11 月，依据建立的页岩含水率测定的核磁共振方法测试不同类型岩石样品；依据实验测试结果，验证方法的可行性、科学性、准确性和实用性，建立并完善实验测试流程；

2023 年 12 月-2024 年 3 月，页岩含水率测定的核磁共振技术规范形成标准草案，提交标准征求意见稿，提请专家审核。

2024 年 4 月，依据专家审查意见对标准征求意见稿逐条进行修改后，形成送审稿，进行标准草案审查，并针对审查意见进行进一步修改；

2024 年 5 月，对已经通过审查的标准草案进行投票表决，决定是否提交报批，形成报批稿，对已经通过表决的标准文件提交至中关村绿色矿山产业联盟报批，最终完成该标准制定与批准发布。

## 四、制定标准的原则和依据

### 1. 制定标准的原则

保证标准的适用性、保持标准的先进性、注意标准的统一性和协调性、注意标准的经济性和社会效益。

(1) 在其适用范围内，内容力求完整、准确、易于理解，充分考虑技术的先进性和为未来的发展提供最佳结构。

(2) 标准文本没有技术和科学性的错误，标准的内容应经过充分的科学和试验论证。

(3) 标准中使用的同一术语、符号和代号只能用来表达同一概念或事物，避免对已定义的术语使用另外的同义词

(4) 为了保证标准的贯彻实施，各种标准之间必须协调一致，特别是与基础标准之间的协调，即必须遵循已有的基础标准。

### 2. 制定标准的依据

本文件制定过程主要收集参考了国内外岩石储层含水率测定与分析相关的文献资料，并参考了以下相应规范：

SY/T 6490-2014 岩样核磁共振参数实验室测量规范

GB/T 29172-2012 岩心分析方法

GB/T 23561.6-2009 煤和岩石物理力学性质测定方法 第 6 部分：煤和岩石含水率测定方法

DZ/T 0276.2-2015 岩石物理力学性质试验规程 第 2 部分：岩石含水率试验

## 五、与现行有关法律、法规和标准的关系

不违背现有的法律、法规和标准。

## 六、标准主要内容说明

本文件为《页岩含水率测定的核磁共振技术规范》，规定了页岩含水率测定的核磁共振技术规范的术语和定义、测试原理、仪器设备、岩样制备、试验程序、不确定性分析、试验报告。

### 1. 适用范围

适用于页岩的低场核磁共振法含水率测定实验。

### 2. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。

SY/T 6490-2014 岩样核磁共振参数实验室测量规范  
GB/T 29172-2012 岩心分析方法

### 3. 术语和定义

#### 3.1 $T_2$ 谱 $T_2$ spectrum

$T_2$  谱是描述核磁化强度横向分量恢复过程的时间常数，因此称为横向弛豫时间 (ms)。横向弛豫过程是核自旋系统内部交换能量所引起的，所以也称为自旋—自旋弛豫时间。

#### 3.2 水标样 water standard sample

已知水质并具有相同弛豫性质的一组样品，这组样品的水质量应呈一定的梯度。

#### 3.3 水质定标 water quality calibration

利用标准样品确定计算核磁共振信号量与水质质量之间的关系。

#### 3.4 含水率 water content

页岩所含水分的质量与其烘干后的质量之比。

### 4. 测试原理

低场核磁共振的信号来源于样品中的 H 质子。岩心样品中的核磁信号来源主要为水中 H 质子和其他有机质等 H 质子。原样测试能够获得所以 H 质子的信号量，烘干样品测试获得的去掉水中 H 质子剩下的 H 质子的信号量。差值即样品中含水信号量。通过定标，含水量和核磁信号的强度成正比。若已知核磁信号强度与含水量的关系式（定标），则可计算样品的含水量。并通过烘干后的质量，即可计算出含水率。

低场核磁共振测量岩样孔渗饱使用常规的硬脉冲 CPMG 序列 (Carr-Purcell-Meiboom-Gill)，测得样品信号量以及  $T_2$  弛豫时间谱图。

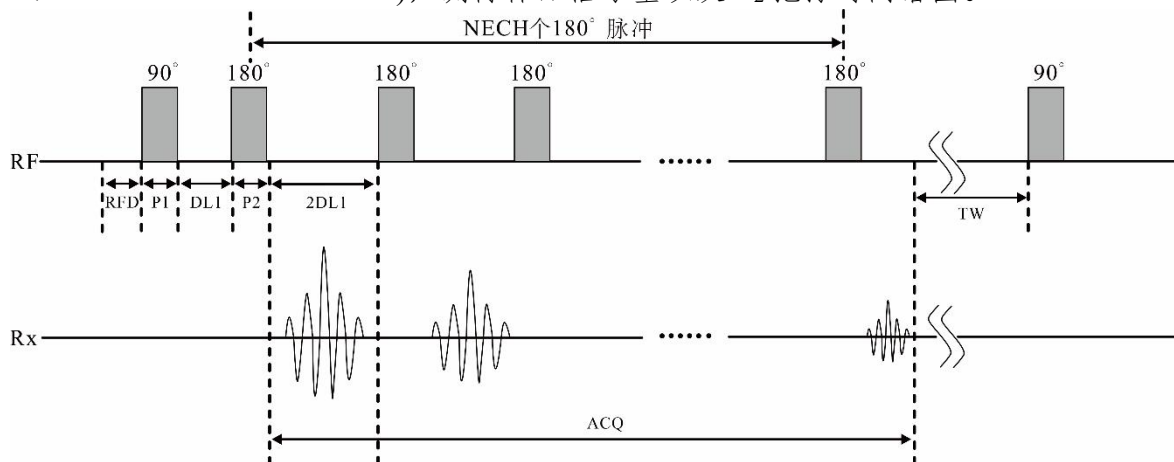


图1 硬脉冲 CPMG 序列图

### 5. 仪器设备

#### 5.1 岩样加工设备

岩样加工设备包括岩样钻取机、切割机、磨平等。

#### 5.2 低场核磁共振仪器

低场核磁共振仪器符合 SY/T 6490-2014 规定。

#### 5.3 电子天平

测量范围 0g~200g，精度小于或等于 0.0001g

### 6. 岩样制备

#### 6.1 取样要求

a) 岩心取样符合 GB/T 29172-2012 的相关要求，露头取样参考岩心取样标准执行。

b) 根据需要获取不少于 20g 的柱塞样品，一般在岩心或露头上钻取直径为 25mm、长度为 40mm~50mm 的柱塞样品。

## 6.2 岩样要求

6.2.1 岩样应具有广泛代表性，岩样的测量面平坦光滑，且两平面保持平行，不得有裂纹等缺陷，能保证在测试过程中样品的完整性，避免损坏仪器。

6.2.2 选择自然含水状态的岩样，要求如下：

按照 5.1 要求取得的天然条件下岩石样品，若岩样疏松，可用相应直径的热缩管套住岩样。

## 7. 试验程序

### 7.1 试验条件

试验宜在 22℃~28℃室温下进行，测定过程中保持室温恒定。

### 7.2 试验准备

7.2.1 连接设备，将低场核磁共振仪器启动，保持运行状态 24 小时以上，保证仪器磁体磁场稳定并正常运行，磁体温度需达到预定温度，偏差小于 0.01℃。

7.2.2 在仪器线圈中放入准备好的标准油样，进入操作界面，选择 FID 序列，点击单次采样，10 到 20 秒后停止采样，寻找中心频率 O1。

7.2.3 寻找合适的 90 度脉宽 P1、180 度脉宽 P2。

7.2.4 选择 CPMG 序列，依据测试岩样种类及测试目的选取合适测试参数，推荐参数如下：

重复采样间隔时间 TW=4000ms，模拟增益 RG1=20 db，数字增益 DRG1=2，前置放大增益 PRG=1，采样频率 SW=250KHz，回波个数 NECH= 6000~8000，回波时间 TE=0.1ms，累加采样次数 NS=32。

### 7.3 试验步骤

7.3.1 根据试验要求选择硬件完整且工况良好的核磁共振设备及与岩心样品尺寸匹配的探头，以保证实验精度准确，测试数据完整可信。

7.3.2 将准备好的待测岩样用不含氢的（如玻璃试管）非磁性容器装好，放入测量腔中，如岩心室或样品室。岩样的中心位置应位于磁场的中心位置，在仪器操作界面测试 T2 谱信号，将数据记录为含水状态信号，需连续测量三次，直至信号一致，并测量样品质量和体积，样品质量单位为 g，精确到小数点后 4 位，样品体积单位为 cm<sup>3</sup>，精确到小数点后 2 位。

7.3.3 将样品放入温控烘箱中进行烘干，温度为 105℃~110℃，持续烘干 24h 以上，至样品恒重，将烘干的样品迅速取出，置于干燥皿中冷却至室温后，进行样品质量和体积的测量，获得样品在完全烘干状态下的质量及体积。

7.3.4 将完全烘干的岩样装进由测量腔中，测量样品完全烘干状态下 T2 谱信号，需连续测量三次，直至信号一致。

### 7.4 数据处理

7.4.1 选择测试得到的天然状态和完全烘干状态样品 T2 谱数据进行批量反演，迭代次数在 1000-10000 之内选择。

7.4.2 在操作界面选择反演后的天然状态和完全烘干状态样品 T2 谱数据，点击导出数据，选择保存位置，对原始数据进行保存。

7.4.3 打开保存路径文件夹，对天然状态和完全烘干状态样品 T2 谱数据进行整理。

### 7.5 定标及含水率计算

7.5.1 依次选取自由水含量不同的孔隙度标样，通常情况下选取规格型号为 0.5%、3%、10%、20%、30%等 5~6 种标样在样品测试序列与参数条件下进行测试，得到该种参数下核磁信号与水质量的线性关系，线性拟合度需达到 99%以上，得到拟合曲线公式：

$$y=Kx \quad (1)$$

获得斜率 $K$ 值。

$K$ ——单位体积水信号量与核磁信号量线型拟合斜率，无量纲；

7.5.2 计算样品中水的核磁信号量：

$$T_{2\text{水}} = T_{2\text{原样}} - T_{2\text{烘干样}} \quad (2)$$

式中：

$T_{2\text{水}}$ ——样品中水核磁信号量，无量纲；

$T_{2\text{原样}}$ ——样品中水与有机质核磁信号量，无量纲；

$T_{2\text{烘干样}}$ ——样品中有机质核磁信号量，无量纲。

7.5.3 计算样品含水量：

$$m_w = \frac{T_{2\text{水}}}{K} \quad (3)$$

式中：

$m_w$ ——样品中水含量，单位为克（g）；

$T_{2\text{水}}$ ——样品中水核磁信号量，无量纲；

$K$ ——单位体积水信号量与核磁信号量线型拟合斜率，无量纲。

7.5.4 计算样品的含水率：

$$W = \frac{m_w}{m_d} \quad (4)$$

$W$ ——样品含水率，以百分数表示（%）；

$m_w$ ——样品含水状态下水的质量，单位为克（g）；

$m_d$ ——样品完全干燥状态下水的质量，单位为克（g）。

## 7.6 试验注意事项

7.6.1 试验前应检查样品的完整性。

7.6.2 岩样测试中在核磁线圈中的位置应保持固定，控制在核磁线圈中央，确保位置不发生移动。

7.6.3 以下应用测试的环境必须在硬件以及质量测试合格后进行；

a) 环境温度：25℃±3℃，

b) 环境湿度：30%~70%；

c) 核磁共振分析软件；

d) 满足220V市电供应；

e) 仪器安装应远离热源，做到牢固、无振动，且与墙面的距离大于0.1m，与铁磁性物质的距离大于1m。仪器电路相互绝缘，对机壳的绝缘电阻均不应小于2MΩ，并装有漏电保护装置。

## 8. 不确定性分析

8.1 岩样组分、结构、流体性质会对实验结果产生影响，应考虑其代表性与一致性。

8.2 不同岩样尺寸可能影响实验结果，宜采用同一尺寸岩样开展试验。

8.3 对所测岩样抽样进行重复测量进行检测，抽样率为10%。最小抽样数为2块，实验测量的横向弛豫时间 $T_2$ ，其特征参数的相对不确定度应小于5%。

## 9. 试验报告

试验报告应包含但不限于以下内容：

a) 有关岩样的详细描述，见附录A。

b) 试验日期。

c) 如果试验温度不在22~28℃之间，应注明试验温度，见附录A。

d) 按照规定格式报告试验结果。

e) 影响试验结果的各种细节。

## 10. 主要试验（或验证）情况分析

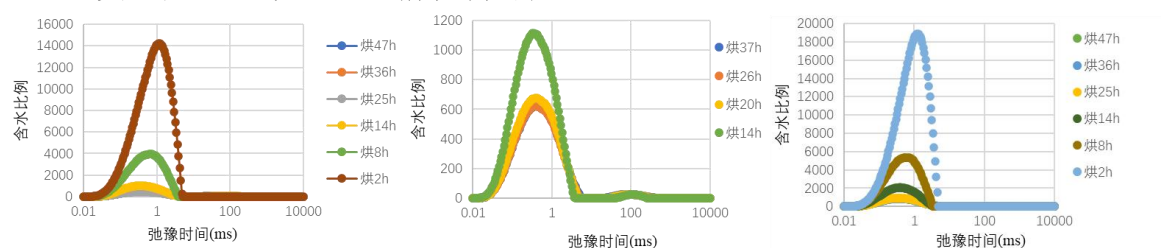


图 2 典型页岩样品含水率测试  $T_2$  谱

利用建立的试验流程及数据处理要求测试了不同地区页岩样品 50 余个，并分析了典型样品实验测试结果。如图 1 所示，随着烘干时间加长，核磁共振  $T_2$  谱面积及峰值逐渐降低，表明岩心含水量逐渐降低，最烘干时间最长时  $T_2$  谱面积无明显变化，表明样品完全烘干，可由此计算页岩含水率。

### 七、分歧意见的处理过程、依据和结果

本文件的制定过程中未出现重大的分歧意见。

### 八、采用国际标准和国外先进标准情况

无

### 九、贯彻标准的措施建议

该团体标准可以规范化利用核磁共振技术测定页岩含水率实验，具有科学研究意义和生产应用价值，对补充完善石油天然气行业标准体系具有必要性。

### 十、其他应予说明的事项

无