

鄂尔多斯盆地延长探区长7油层组泥页岩孔隙结构定量表征与动态演化过程

许璟^{1,2},葛云锦²,贺永红²,蒲仁海¹,刘林玉¹,段亮¹,杜克锋²

[1. 西北大学地质学系/大陆动力学国家重点实验室,陕西西安710069;2. 陕西延长石油(集团)有限责任公司研究院,陕西西安710065]

摘要:全孔径孔隙结构的定量表征与动态演化研究是认识泥页岩储层成储机理和明确孔隙与烃-岩相互作用关系的重要基础。通过场发射扫描电镜、高压压汞、 N_2 和 CO_2 吸附实验等技术,对鄂尔多斯盆地延长探区长7油层组不同成熟度的典型岩心,以及开展过生、排烃模拟实验的泥页岩样品进行了孔隙结构的定量表征。在此基础上,结合生、排烃模拟和X射线衍射全岩/黏土矿物含量的测试结果,研究有机质生排烃、矿物成岩与孔隙结构演化的相互作用,定量分析储层孔隙结构和分形特征的动态演化特征。结果表明:长7油层组泥页岩储层的微孔、小孔和中孔对孔体积贡献较大,而孔比表面积主要由微孔和小孔提供。随着有机质生排烃、无机矿物溶蚀和矿物间转化的发生,总孔体积具有先减小后增大的趋势,其中中-大孔占比先降低后增加,且微-小孔的非均质性总体增强,而中-大孔的非均质性具有先增加后降低的趋势。相关性分析表明:孔隙大小、矿物组成耦合于储层的非均质性,其中微-小孔的分形维数 D_1 与微孔占微-小孔的孔体积比例和黏土矿物含量均呈正相关,而中-大孔的分形维数 D_2 与大孔占中-大孔的孔体积比例呈负相关,与脆性矿物含量呈正相关。研究结果对以长7油层组泥页岩为典型代表的中国陆相页岩油甜点区优选具有重要的指导意义。

关键词:孔隙结构;动态演化;分形维数;气体吸附;定量表征;页岩油;延长组;鄂尔多斯盆地

中图分类号:TE122.2

文献标识码:A

Quantitative characterization and dynamic evolution of pore structure in shale reservoirs of Chang 7 oil layer group in Yanchang area, Ordos Basin

XU Jing^{1,2}, GE Yunjin², HE Yonghong², PU Renhai¹, LIU Linyu¹, DUAN Liang¹, DU Kefeng²

(1. State Key Laboratory of Continental Dynamics, Department of Geology, Northwest University, Xi'an, Shaanxi 710069, China;

2. Research Institute of Shaanxi Yanchang Petroleum Group Co., Ltd., Xi'an, Shaanxi 710065, China)

Abstract: Quantitative characterization and dynamic evolution study of full-scale structure provides an important basis for understanding the forming mechanism of shale reservoirs and clarifying the relationship between pores and hydrocarbon-rock interactions. Using field emission scanning electron microscopy integrated with high-pressure mercury intrusion as well as N_2 and CO_2 adsorption experiments, representative core plugs of different maturity and corresponding samples subjected to hydrocarbon generation and expulsion simulation experiments from Chang 7 oil layer group in the Yanchang area, Ordos Basin, were quantitatively characterized for their full-scale structure. Furthermore, combined with hydrocarbon generation and expulsion simulation and X-ray diffraction test results of whole rock/clay mineral content, the interaction of organic hydrocarbon generation and expulsion, mineral diagenesis and pore structure evolution was studied, and the dynamic evolution of reservoir pore structure and fractal characteristics was quantitatively analyzed. The results show that the micropores, small pores and mesopores in shale reservoirs of the Chang 7 oil layer group contribute more to the pore volume, while the micropores and small pores provide most pore specific surface area. With hydrocarbon generation and expulsion of organic matter, dissolution of inorganic minerals and transformation between minerals, the total pore volume first decreases and then increases, and the proportion of meso-macropores decreases first

收稿日期:2022-08-17;修订日期:2022-12-20。

第一作者简介:许璟(1984—),女,高级工程师、博士研究生,非常规油气地质与勘探。E-mail:lily_jing_2003@163.com。

通讯作者简介:蒲仁海(1962—),男,教授、博士生导师,石油与天然气地质。E-mail:purenhai@nwwu.edu.cn。

基金项目:国家科技重大专项(2017ZX05008-004-004-002);延长石油集团科技攻关项目(YCSY2020KY-B-11)。

and then increases, and the heterogeneity of micro-small pores is generally enhanced, while the heterogeneity of meso-macropores has a trend of increasing first and then decreasing. The correlation analysis reveals that the pore size and mineral composition are coupled with the heterogeneity of the reservoir, in which the fractal dimension D_1 value of micro-small pores is positively correlated with the proportion of micropores to micro-small pores and the content of clay minerals, while the fractal dimension D_2 value of meso-macropores is negatively correlated with the proportion of macropores to meso-macropores, and positively correlated with the content of brittle minerals. This study provides an accurate determination of the full-scale structure and evolution of the shale in Chang 7 oil layer group, which is of great significance for identifying sweet spots in shale reservoirs of terrestrial facies.

Key words: pore structure, dynamic evolution, fractal dimension, gas adsorption, quantitative description, shale oil, Yanchang Formation, Ordos Basin

引用格式:许璟,葛云锦,贺永红,等. 鄂尔多斯盆地延长探区长7油层组泥页岩孔隙结构定量表征与动态演化过程[J]. 石油与天然气地质, 2023, 44(2): 292–307. DOI: 10. 11743/ogg20230204.

XU Jing, GE Yunjin, HE Yonghong, et al. Quantitative characterization and dynamic evolution of pore structure in shale reservoirs of Chang 7 oil layer group in Yanchang area, Ordos Basin[J]. Oil & Gas Geology, 2023, 44(2): 292–307. DOI: 10. 11743/ogg20230204.

随着美国页岩油勘探开发取得重大突破,页岩油已成为原油产量增长的主要贡献者^[1-2],且中国拥有丰富的页岩油资源,其将成为中国的战略性接替资源,加强页岩油气勘探开发是保障国家能源供应安全的重要途径^[3]。鄂尔多斯盆地晚三叠世延长组7段(长7)沉积期发育了一套湖相黑色页岩和暗色泥岩,不论从资源规模还是发育条件来看,都是中国陆相页岩油最有潜力的层系之一^[4]。目前,长7油层组中砂岩和砂泥岩夹层型储层的页岩油已实现了勘探突破,但泥页岩长期被作为烃源岩进行研究,而对其作为储集层的成储机理研究较少,对于纯泥页岩型储层的页岩油尚处于风险勘探阶段。长7油层组泥页岩的页岩油储层具有多尺度孔隙系统、物性差及非均质性强的特点^[5],因此要把长7油层组页岩油的远景资源量转变为资源量和储量,识别泥页岩中的有效储层是关键^[6-7]。

孔隙结构评价作为常规有效储层研究的重要内容之一,亦是泥页岩储层评价的重点和热点。泥页岩孔隙尺寸小且孔隙结构复杂,当前大量具有高表征精度和高分辨率的新技术被用来研究泥页岩储层的孔隙结构,主要包括定性和定量表征两种类型。其中用于定性表征的实验方法包括扫描电子显微镜(SEM)、场发射扫描电镜(FE-SEM)以及CT扫描分析等。基于这些方法,Bustin等^[8]定义了页岩有机质内部的纳米孔隙,Loucks等^[9]将页岩孔隙分为有机质孔隙、粒内孔隙和粒间孔隙。而用于定量表征的技术手段包括CO₂和N₂吸附、高压压汞分析与氦孔隙度测试等,可用于表征孔径分布、孔体积和孔比表面积等^[10-12]。不同方法的原理不同,反映的储层参数也具有差异性^[12]。

目前,在众多的定量方法中,所有孔径孔隙的定量表征很难通过单一的技术手段完成。联合多种实验方法是实现孔隙结构的全孔径定量评价的有效途径^[10-14]。另外,与砂岩储层孔隙演化主要受成岩作用控制不同,泥页岩储层孔隙演化受有机质生烃作用与成岩作用双重影响^[15-16]。因此,研究不同成熟度泥页岩在生、排烃过程中形成的孔隙结构、生排烃量和矿物之间转化的演化过程,定量分析不同阶段泥页岩孔隙演化特征,梳理关键控制因素,建立孔隙动态演化模型,不仅能深入认识泥页岩的成储机理,同时将会为明确孔隙结构与烃-岩相互作用关系提供新的关键依据。

针对鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩储层孔隙结构,近年来国内外学者已开展了孔隙类型、形态、大小等方面的研究^[17-22],但是研究范围多针对某一地区,或者研究方法较为单一,很少用多方法联合进行孔隙结构的全孔径定量表征,尤其缺乏对泥页岩储层孔隙动态演化的相关研究,这些都制约了鄂尔多斯盆地长7页岩油甜点区的精细刻画和优选。

本文使用的实际泥页岩样品来自于鄂尔多斯盆地延长探区长7油层组泥页岩富集区定边—吴起—志丹—安塞—甘泉—富县一带,具有不同深度与不同成熟度;此外,还选取了开展过生、排烃热模拟实验后、不同成熟度的泥页岩样品作为对比研究对象。通过静态表征与动态演化相结合的思路开展泥页岩储层的储集能力研究,包括基于扫描电镜和场发射扫描电镜的孔隙结构定性表征,联合CO₂、N₂吸附和高压压汞分析进行孔隙结构的定量表征,并对孔隙的分形维数进行计算,在此基础上,结合X射线衍射、岩石热解等实验数据,分析有机质生烃、矿物成岩与孔隙结构、分形特征演化的

相互作用,定量分析储集空间的动态演化特征。本研究可进一步深化对长7油层组泥页岩成储机理的认识,同时将会为明确孔隙以及烃-岩相互作用关系提供新的依据。

1 地质背景

鄂尔多斯盆地处于华北克拉通西部,是中国第二大含油气沉积盆地。依据构造演化史和现今构造形态可进一步划分为伊盟隆起、渭北隆起、西缘冲断带、天环坳陷、陕北斜坡以及晋西挠褶带6个构造单元(图1a)。延长探区主要分布于陕北斜坡的东南部及中部,为西倾的单斜构造,地层倾角一般不足 1° ,局部发育低幅鼻隆^[23]。

三叠系延长组是一套内陆河流-三角洲-湖泊相碎屑岩系,自上而下依次划分为长1—长10共10个油层组。其中,长7油层组沉积时期是湖盆最大的扩张期,湖盆中心位于定边—吴起—志丹—富县一带,呈北西—南东向展布(图1b),沉积了一套半深湖—深湖亚相的暗色泥岩和黑色页岩。长7段烃源岩厚度一般在20~60 m,有机质以中-低成熟度为主,中-高成熟度为

辅^[4]。陆相页岩油主要以游离、吸附等状态赋存于长7油层组的泥页岩层系中,资源潜力巨大^[4,24]。延长探区内页岩油按照源储组合分为3类:Ⅰ类多期叠置砂岩发育型、Ⅱ类页岩夹薄砂岩型和Ⅲ类纯泥页岩型^[24]。其中Ⅰ类和Ⅱ类页岩油已取得勘探开发的突破,但Ⅲ类泥页岩自生自储的页岩油还处于风险勘探阶段,因此对泥页岩储层特征进行研究具有重要的现实意义。

2 实验样品与方法

2.1 实验样品

本次研究所用样品采集自定边—吴起—志丹—安塞—甘泉—富县一带(图1a)。首先在研究区由北向南采集了不同埋深的7块泥页岩岩心(图1b),取样深度在1 176.85~2 496.00 m。镜质体反射率(R_o)在0.55%~1.05%,总有机碳含量(TOC)在1.75%~6.54%,属于中-低成熟度的泥页岩。矿物类型主要有石英、黏土矿物、斜长石和钾长石,其次是方解石、(铁)白云石、黄铁矿和少量的云母与菱铁矿。其中,脆性矿物中的硅质(石英和长石)含量较高(38.4%~

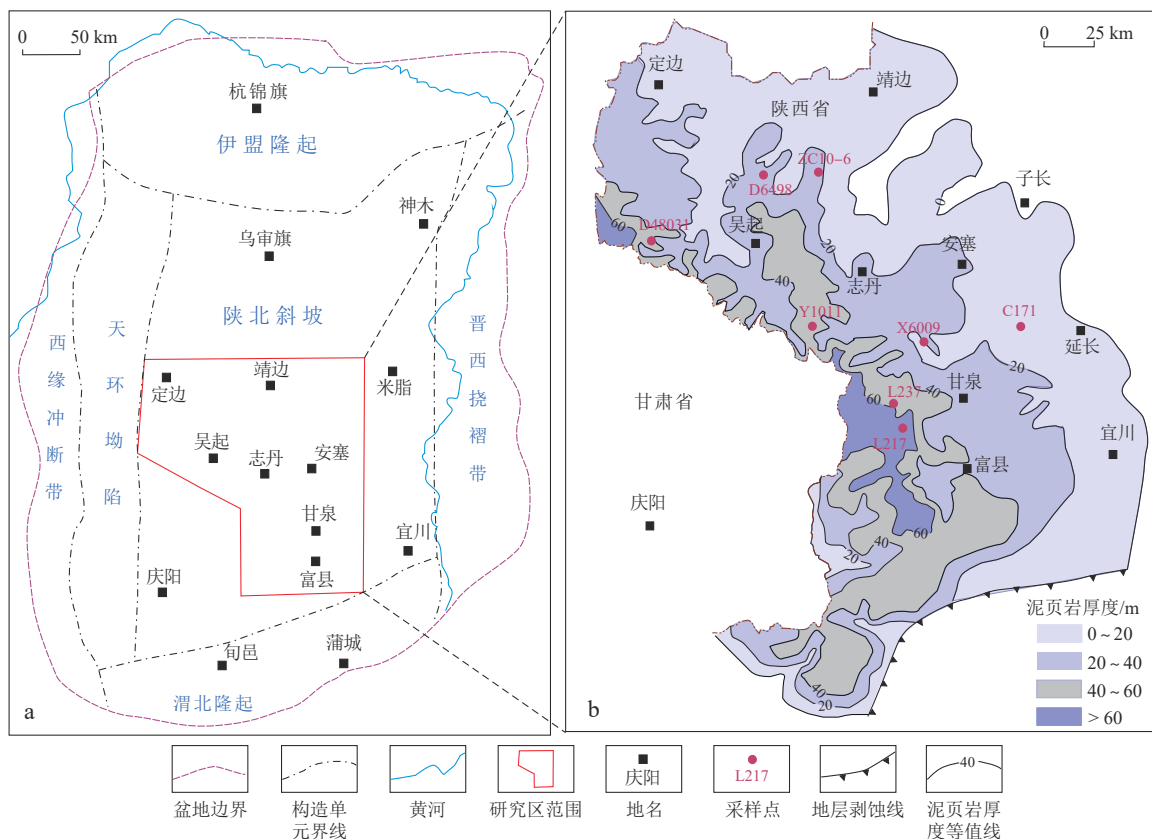


图1 鄂尔多斯盆地构造单元(a)与研究区位置(b)

Fig. 1 Tectonic units of the Ordos Basin (a) and the location of the study area (b)

78.2%),有助于天然裂缝的形成。考虑到陆相泥页岩岩相变化快的特点,7块泥页岩样品采自不同区块的不同深度,充分反映出长7油层组泥页岩非均质性强度和矿物组分差异大的特征。

在埋深较浅(863.00 m)的延长探区东部C171井,选取了1块长7油层组低熟泥页岩进行生、排烃模拟实验(图1b)。实验共设置5个加温阶段,分别加热至300,320,340,370和420℃。泥页岩的 R_o 从0.67%增大至1.79%, TOC 从1.99%降低至1.63%。矿物类型主要有石英、黏土矿物、斜长石和钾长石,其次是方解石和黄铁矿(表1)。硅质矿物(石英+长石)和黏土矿物含量呈现“此消彼涨”的关系,随着温度的升高,黏土矿物具有增加的趋势。

2.2 实验方法

分别对7块不同成熟度的实际泥页岩和通过在不同温度下开展生、排烃模拟实验催熟的泥页岩进行孔隙结构研究。首先利用场发射扫描电镜(FE-SEM)、扫描电镜(SEM)定性表征泥页岩的矿物与孔隙发育特征。然后采用高压压汞、 N_2 吸附和 CO_2 吸附实验,开展不同尺度下孔隙结构的定量表征。

其中,对样品进行氩离子抛光处理,场发射扫描电镜实验使用的仪器为Helios650双束扫描电镜,分辨率为20 nm,测试的加速电压为1~30 kV。高压压汞实

验采用Washburn和Young-Dupré方程计算泥页岩样品的孔径分布、孔体积和比表面积^[25-27]。由于汞不易进入泥页岩的微孔中,因此测试的孔隙主要是中-大孔。本次高压压汞实验使用的仪器是AUTOPORE IV9500型全自动压汞仪,测试孔径范围为0.007~100 μm。

N_2 吸附法主要用来测试泥页岩的小孔和大于1 nm的微孔分布特征。孔径在1 nm以下孔隙的充填在相对压力(p/p_0)很低时才能实现,这会导致扩散限制问题,进而阻止 N_2 分子进入最细的微孔内,造成孔体积的低估等问题^[28]。本次 N_2 吸附实验采用Micromeritics Instrument RtiStar II 3020全自动比表面积孔隙分析仪进行测量,样品粒度在60~80目,首先在-195.85℃的测量温度下得到吸附-脱附曲线,然后利用BJH模型计算1~200 nm孔径范围的孔体积和比表面积^[29-30]。

与 N_2 吸附法相比, CO_2 吸附的测量温度(0℃)更高,在该温度下,无需达到分子涡轮泵级的真空度,就可以达到微孔填充所需的较低相对压力,不存在明显的扩散限制,因此能快速达到平衡,使得 CO_2 吸附测试小于1 nm的微孔更准确^[28]。本次实验采用全自动气体吸附仪ASAP 2460进行测量,通过NLDFT理论模型计算求取0.35~1 nm孔径范围的孔体积和比表面积^[28]。

表1 实际泥页岩样品 TOC 、 R_o 和矿物组成

Table 1 TOC , R_o and mineral composition of actual shale samples

样品号	采集深度/m	$TOC/\%$	$R_o/\%$	主要矿物组分含量/%								
				石英	黏土矿物	钾长石	斜长石	云母	方解石	(铁)白云石	黄铁矿	菱铁矿
L237	1 176.9	3.96	0.55	24.4	32.7	7.9	14.8	1.3	8.6	5.0	3.8	1.5
L217	1 379.7	5.33	0.74	39.0	26.2	5.6	24.2	0.9	0.0	1.6	1.1	1.4
X6009	1 410.0	3.48	0.82	21.8	18.2	14.4	40.5	0.6	1.8	1.7	0.0	1.0
Y1011	1 747.0	5.78	0.56	24.2	36.1	9.7	11.5	0.0	3.1	2.5	9.7	3.2
ZC10-6	2 078.0	5.15	0.89	34.7	35.0	4.2	15.3	2.1	2.4	2.1	2.5	1.7
D6498	2 230.5	1.75	0.99	51.4	18.9	4.1	22.7	1.7	1.2	0.0	0.0	0.0
D48031	2 496.0	6.54	1.05	24.7	31.0	3.6	10.1	0.0	1.6	1.5	25.8	1.7

表2 生、排烃实验催熟泥页岩样品(编号:C171) TOC 、 R_o 和矿物组成

Table 2 TOC , R_o and mineral composition of shale sample (No.: C171) after hydrocarbon generation and expulsion experiments

实验温度/℃	$TOC/\%$	$R_o/\%$	主要矿物组分含量/%					
			石英	黏土矿物	钾长石	斜长石	方解石	黄铁矿
原样	1.99	0.67	34.1	20.2	16.0	24.1	2.9	2.7
300	1.97	0.86	34.3	22.2	12.4	25.7	2.8	2.6
320	1.98	0.94	35.0	22.9	13.0	24.1	2.6	2.5
340	1.93	1.00	29.1	25.6	12.6	27.9	2.3	2.4
370	1.66	1.15	31.5	25.0	10.6	28.0	2.4	2.5
420	1.63	1.79	32.9	28.5	10.0	24.5	2.1	2.0

3 孔隙类型与实验结果

3.1 孔隙类型

3.1.1 基于孔径大小的孔隙类型划分

关于泥页岩孔隙大小的分类,经典的ХОДОТ^[31]和IUPAC^[32]分类可能并不适合于页岩油储集层,前者主要应用于煤岩储层中^[33],而后者广泛应用于页岩气储层表征中^[34]。由于页岩油储层在矿物成岩作用及成熟度方面与煤岩储层差别较大,因此ХОДОТ分类并不适用。另外,由于油分子直径远大于甲烷,使得页岩油储层空间的孔径跨度范围广,从纳米到百微米均有分布,从而导致IUPAC分类方案(微孔,孔径 < 2 nm;中孔,孔径 $= 2 \sim 50$ nm;大孔,孔径 > 50 nm)所划分的

孔隙类型不能有效表征页岩油储层的孔隙分布。因此本文借鉴了更适用于页岩油储层孔隙分类的新方案,即微孔(孔径 < 25 nm)、小孔(孔径 $25 \sim 100$ nm)、中孔(孔径 $100 \sim 1\,000$ nm)和大孔(孔径 $> 1\,000$ nm),对长7段页岩油的泥页岩储层孔隙进行分类^[35-36]。

3.1.2 基于泥页岩基质的孔隙类型划分

基于扫描电镜和氩离子抛光场发射扫描电镜的成像照片特征,参考Loucks等的泥页岩孔隙分类方案^[9],将鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩孔隙划分为无机矿物孔和有机质孔。

其中无机矿物孔又可进一步识别出粒间孔、粒内溶蚀孔、黏土矿物层间孔和黄铁矿晶间孔。粒间孔往往发育在脆性矿物颗粒之间,或矿物与有机质的交界处,主体呈狭缝形、三角形和多边形等,分布广泛,孔径在百纳米至几微米(图2a)。粒内溶蚀孔主要发育在钾

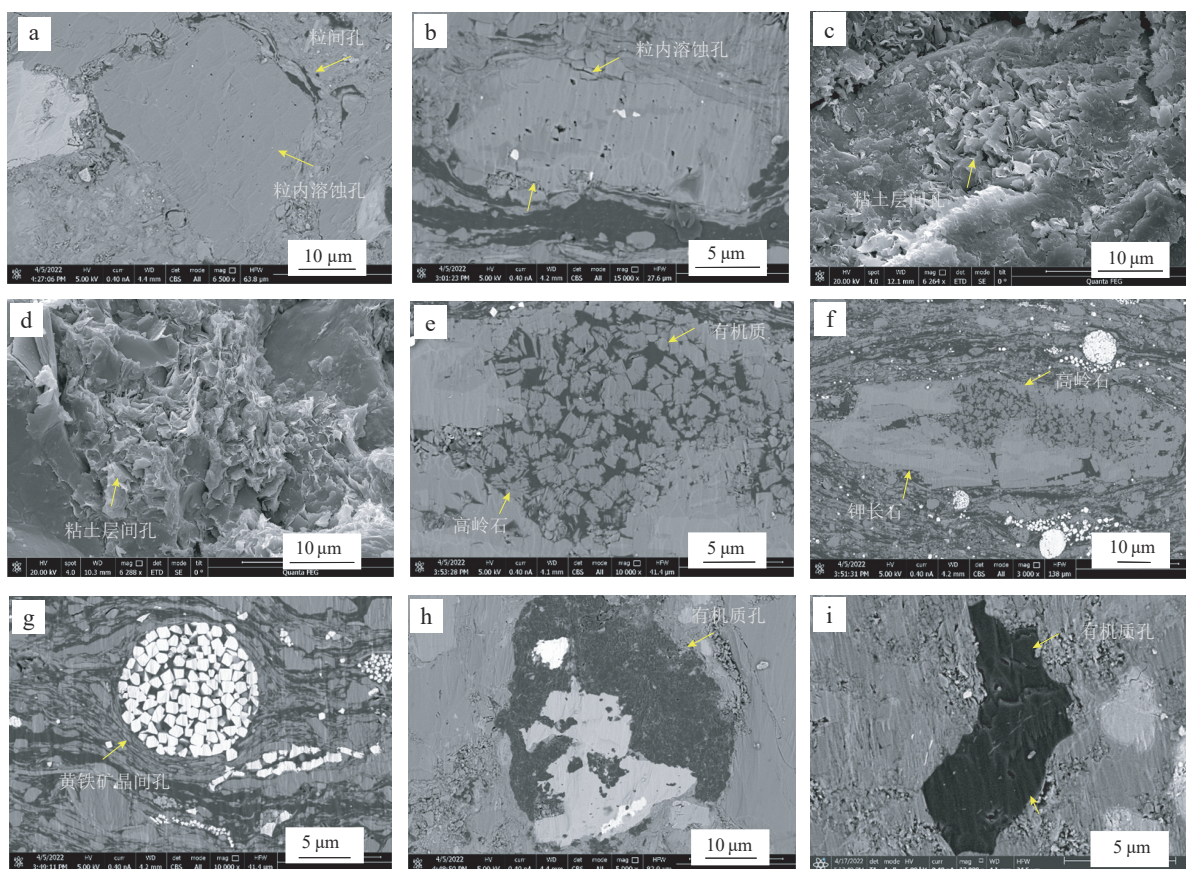


图2 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩场发射扫描电镜和扫描电镜照片

Fig. 2 FE-SEM and SEM images of shale samples from the Chang 7 oil layer group

a. 样品C117(加热至370℃后),埋深863.0 m,粒间孔,石英颗粒内见少量溶蚀孔,场发射扫描电镜照片; b. 样品L217,埋深1 379.7 m,钾长石颗粒内见较多溶蚀孔,场发射扫描电镜照片; c. 样品X6009,埋深1 410.0 m,叶片状绿泥石,不规则黏土层间孔发育,扫描电镜照片; d. 样品D6498,埋深2 230.5 m,蜂窝状伊/蒙混层,不规则黏土层间孔发育,扫描电镜照片; e. 样品D48031,埋深2 496.0 m,书页状高岭石,高岭石颗粒间充填有机质,场发射扫描电镜照片; f. 样品D48031,埋深2 496.0 m,钾长石黏土化,可见部分钾长石蚀变为高岭石,高岭石颗粒间充填有机质,场发射扫描电镜照片; g. 样品D48031,埋深2 496.0 m,草莓状黄铁矿晶间孔隙间充填有机质,场发射扫描电镜照片; h. 样品C117(加热至340℃后),埋深863.0 m,有机质内部发育少量有机质孔隙,场发射扫描电镜照片; i. 样品C117(加热至420℃后),埋深863.0 m,较大孔径的有机质孔隙发育,场发射扫描电镜照片

长石、方解石颗粒内(图2b),以及粒间填隙物中,石英颗粒中也偶见溶蚀孔(图2a),多呈椭圆形、三角形和狭长形,孔径在几十纳米至微米。研究区长7油层组泥页岩中的黏土矿物主要为伊利石、伊/蒙混层、高岭石、绿泥石和绿/蒙混层,由于黏土矿物自身排列无序,导致层间孔分选差,成岩过程中容易破裂,堆积成狭缝形、网状形或不规则孔隙,其平均孔径为几十纳米至微米,孔隙间常充填有机质(图2c—f)。草莓状黄铁矿中常见黄铁矿晶间孔,是黄铁矿晶体生长过程中不紧密堆积形成的^[37],孔径一般小于1 μm ,呈三角形等不规则形态,其间多被有机质或自生黏土矿物充填(图2g)。

长7油层组泥页岩有机质多赋存于黏土矿物之间或脆性矿物边缘(图2b,e),这些有机质中的有机质孔通常呈椭圆形、多边形(图2h),其孔径一般在几纳米至几百纳米。随着热演化程度的加深,气态烃产率增高,有机质中发育较大的气泡状孔隙(图2i),孔径一般在几百纳米,也发育少量微米级孔隙。此外草莓黄铁矿中有机质孔也较为常见(图2g)。

3.2 高压压汞实验

从7个实际泥页岩的进汞-退汞曲线(图3a)可以看出,当进汞压力小于2 MPa时,随压力增加,累积进汞量平稳增大,在这一压力范围测试的主要是100~100 000 nm的孔隙;当压力大于2 MPa时,累积进汞量开始迅速增大,且达到最大压力时仍然有增大的趋势,表明此时所测试的泥页岩的孔径多小于100 nm。由于压汞技术的局限性,无法再进行更小孔隙的测试。

从生排烃模拟实验中6个泥页岩样品的进汞-退汞曲线可以看出(图3b),随着温度的升高,累积进汞

量逐渐增大,表明随着 R_o 增大,孔体积有增大的趋势。从原样($R_o = 0.67\%$)到加热至370 $^{\circ}\text{C}$ ($R_o = 1.15\%$),进汞曲线平稳上升,退汞效率也较低,但当加热到420 $^{\circ}\text{C}$ ($R_o = 1.79\%$)的高成熟阶段,进汞量大幅增加,且退汞效率也增大,表明孔隙的连通性明显变好。

3.3 N_2 吸附实验

根据IUPAC的分类^[38],长7油层组7个实际泥页岩样品的 N_2 吸附和脱附曲线存在不重合现象,显示为IV型吸附特征(图4a)。一般当 p/p_0 大于0.4时存在滞后环,这是 N_2 在孔隙中发生毛细管冷凝导致的;而当 p/p_0 小于0.4时,脱附曲线与吸附曲线重合(等温线关闭),表明样品中存在直径小于4 nm的微孔^[39-41]。7个实际泥页岩样品的滞后环以H3型为主,部分样品兼具H2型特征,反映孔隙形态主要为狭缝形,局部为墨水瓶形(图4a)。

生、排烃模拟实验中6个泥页岩样品的 N_2 吸附-脱附曲线显示(图4b),随 R_o 升高,初始和最大吸附量、滞后环幅度均逐渐增大,滞后环形态也由H3型过渡为H2型,说明以狭缝形孔隙为主逐渐过渡为以墨水瓶形孔隙为主。出现这种现象的原因是随着模拟温度的升高,有机质裂解生烃^[42],形成导管状有机质孔,同时生烃作用导致的流体环境改变会使钾长石、方解石等不稳定矿物遭受溶蚀,形成较多溶蚀孔,从而导致了孔隙形态的变化。

3.4 CO_2 吸附实验

长7油层组7个实际泥页岩样品与生、排烃实验之后的6个泥页岩样品的 CO_2 低温吸附曲线均呈I型

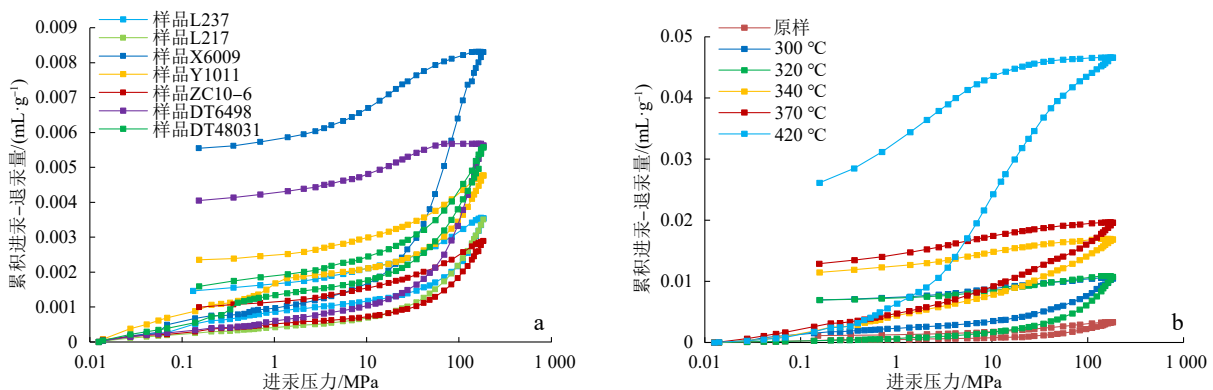
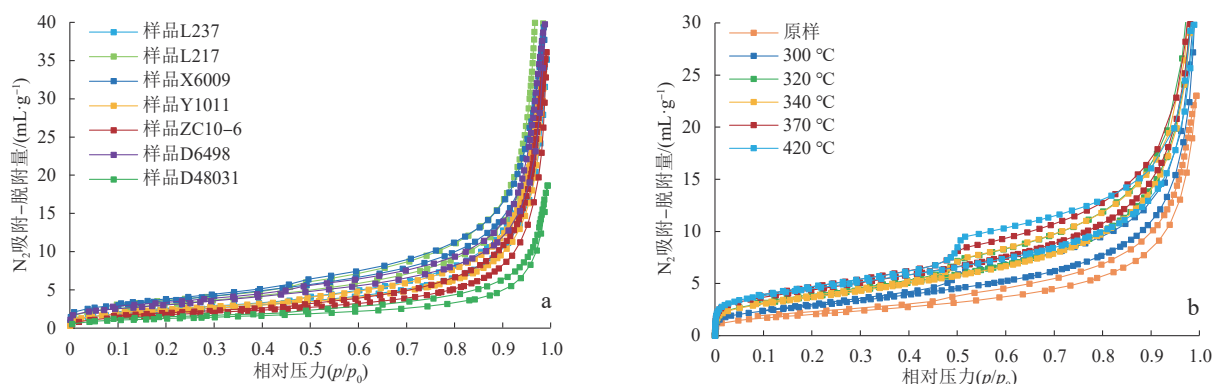


图3 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩样品进汞-退汞曲线

Fig. 3 Mercury injection-withdrawal capillary pressure curves of shale samples from the Chang 7 oil layer group

a. 实际泥页岩样品; b. 生、排烃实验催熟的泥页岩样品

图4 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩样品 N_2 吸附-脱附曲线Fig. 4 N_2 adsorption-desorption curves of shale samples from the Chang 7 oil layer group

a. 实际泥页岩样品; b. 生、排烃实验催熟的泥页岩样品

(图5),反映了微孔的发育特征。15个泥页岩样品的 CO_2 气体最大吸附量在0.77~2.81 mL/g,且随 R_0 值的增高而增大,表明泥页岩中微孔发育主要受有机质的控制。

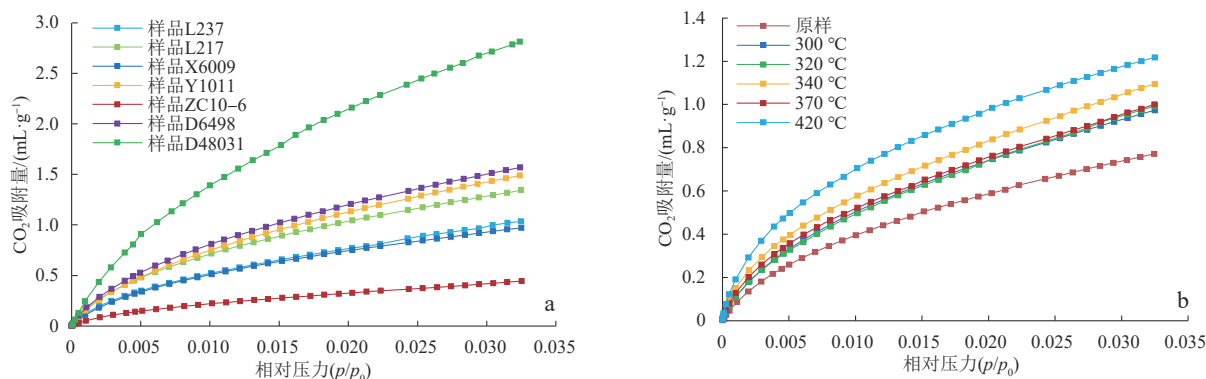
3.5 泥页岩全孔径表征

由于泥页岩孔隙小、尺度跨度大(从纳米到微米),上述单一的实验难以有效对泥页岩孔隙结构进行全尺度刻画。由于高压压汞更适用于表征中-大孔范围的孔隙结构,而对于 CO_2 和 N_2 吸附实验,首先气体吸附于微孔中,再充填于小-中孔中,其中 CO_2 吸附实验用于表征小于1 nm的微孔分布更加准确,相比之下, N_2 吸附能表征大于1 nm的微孔-中孔分布,在全孔径表征中优势更明显^[10-11]。因此,本次研究中大于1 nm的微孔和小孔采用 N_2 吸附实验结果;对于其无法探测的中、大孔采用了高压压汞的数据;对小于1 nm的微孔刻画则采用 CO_2 吸附实验结果。

3.5.1 实际泥页岩样品

联合低温 CO_2 吸附、 N_2 吸附和高压压汞可实现长7油层组泥页岩孔隙的全孔径表征。通过做对数微分孔体积随孔隙直径的变化曲线可以看到,7个实际泥页岩样品的孔体积变化频繁,结构复杂,孔体积分布普遍存在3个峰值,其对应的孔径分别为0.5~1.6, 7~25和70~160 nm,且这3个峰值幅度呈依次增大的趋势(图6a)。孔体积分布在0.034 8~0.083 7 mL/g,平均为0.053 8 mL/g。不同类型孔隙的孔体积分布柱状图显示,微孔、小孔和中孔均较发育(图6b),三者贡献了平均97.98%的孔体积,而大孔很少发育。

长7油层组实际泥页岩样品的孔比表面积随孔径的变化率曲线显示,孔比表面积分布多存在2个峰值,其对应的孔径分别为0.4~0.8 nm和3~170 nm(图6c),总孔比表面积介于8.578~20.891 m^2/g ,平均为16.484 m^2/g 。不同类型孔隙的比表面积分布柱状

图5 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩样品 CO_2 吸附-脱附曲线Fig. 5 CO_2 adsorption curves of shale samples from the Chang 7 oil layer group

a. 实际泥页岩样品; b. 生、排烃实验催熟的泥页岩样品

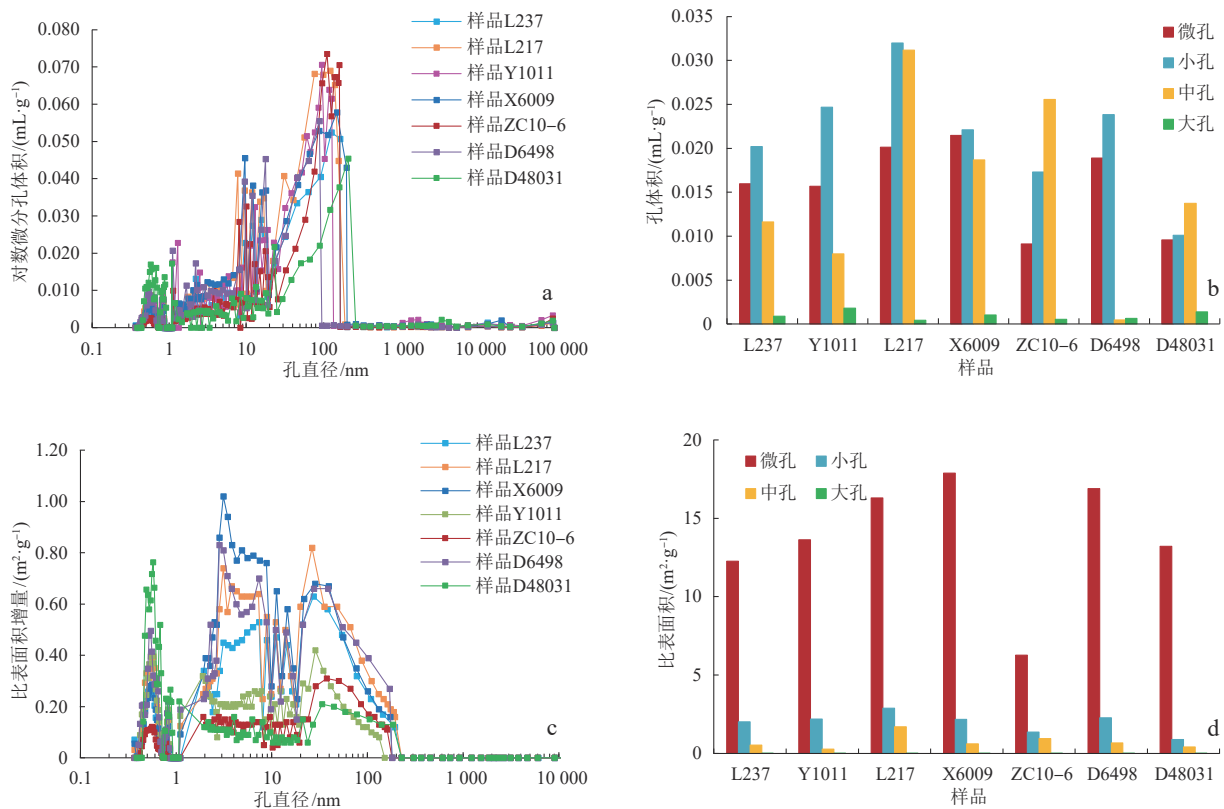


图6 鄂尔多斯盆地长7油层组实际泥页岩样品全孔径表征

Fig. 6 Full-scale pore size characterization of actual shale samples from the Chang 7 oil layer group

a. 全孔径孔体积分布曲线; b. 不同孔隙类型孔体积分布直方图; c. 全孔径孔比表面积分布曲线; d. 不同孔隙类型孔比表面积分布柱状图

图显示,孔比表面积主要由微孔和小孔提供,两者的贡献度平均为95.22%;中孔提供少量的比表面积,其贡献度平均4.78%;而大孔平均仅为0.004%(图6d)。

由于7块实际泥页岩样品采自研究区内不同区域的不同深度,样品的有机质成熟度、有机质丰度、矿物组成、成岩作用均存在差异,因此孔隙结构的受控因素复杂。从图7可以看出,研究区长7油层组实际泥页岩样品的孔体积、比表面积与样品埋深呈一定的负相关性(图7a),与样品的脆性矿物含量呈一定的正相关性(图7b),而与泥页岩的有机质丰度 TOC 、有机质成熟度 R_o 相关性较差(图7c,d)。

原因有可能是这7块实际泥页岩样品的有机质均处于中低成熟阶段($0.55\% \leq R_o \leq 1.05\%$)。该阶段有机质生烃缓慢,从实际泥页岩的扫描电镜照片也可以看出(图2b—d,f,g),无机矿物孔较有机质孔发育,因此孔隙发育程度受埋深压实作用和矿物组成的影响较明显。随着样品埋深增大,受压实作用越明显,因此孔体积、比表面积均具有降低的趋势;而随着脆性矿物含量的增加,有利于孔隙的发育,因此孔体积、比表面积均具有增大的趋势。

3.5.2 生、排烃实验下的泥页岩样品

生、排烃模拟实验中泥页岩样品($0.67\% \leq R_o \leq 1.79\%$)的微分孔体积分布曲线普遍存在3个峰值,其对应的孔径分别为 $0.4 \sim 0.8$ 、 $2 \sim 25$ 和 $70 \sim 160$ nm,但当温度达到 340°C 以上($R_o > 1.0\%$)时,大孔的曲线也存在小的隆起,尤其当温度达到 420°C 以上($R_o = 1.79\%$)时,第三个峰值范围明显扩大,孔径为 $70 \sim 3\,000$ nm,大孔较为发育(图8a)。总孔体积在 $0.050\,5 \sim 0.062\,5$ mL/g,平均为 $0.056\,2$ mL/g。从不同类型孔隙的孔体积分布直方图也可看出,生、排烃实验下的泥页岩样品的微孔、小孔和中孔均较发育,三者贡献了平均94.55%的孔体积,但当达到 340°C 以上时,大孔比例显著增加(图8b)。

生、排烃实验中泥页岩孔隙比表面积分布多存在2个峰值,其对应的孔径分别为 $0.4 \sim 0.7$ nm和 $1 \sim 180$ nm(图8c),总比表面积介于 $12.390 \sim 22.847$ m²/g,平均为 19.365 m²/g。不同类型孔隙的比表面积分布直方图显示,比表面积亦主要由微孔和小孔提供,两者贡献了平均97.74%的比表面积,中孔提供了少量的比表面积(图8d),其贡献度平均为2.24%,大孔的平

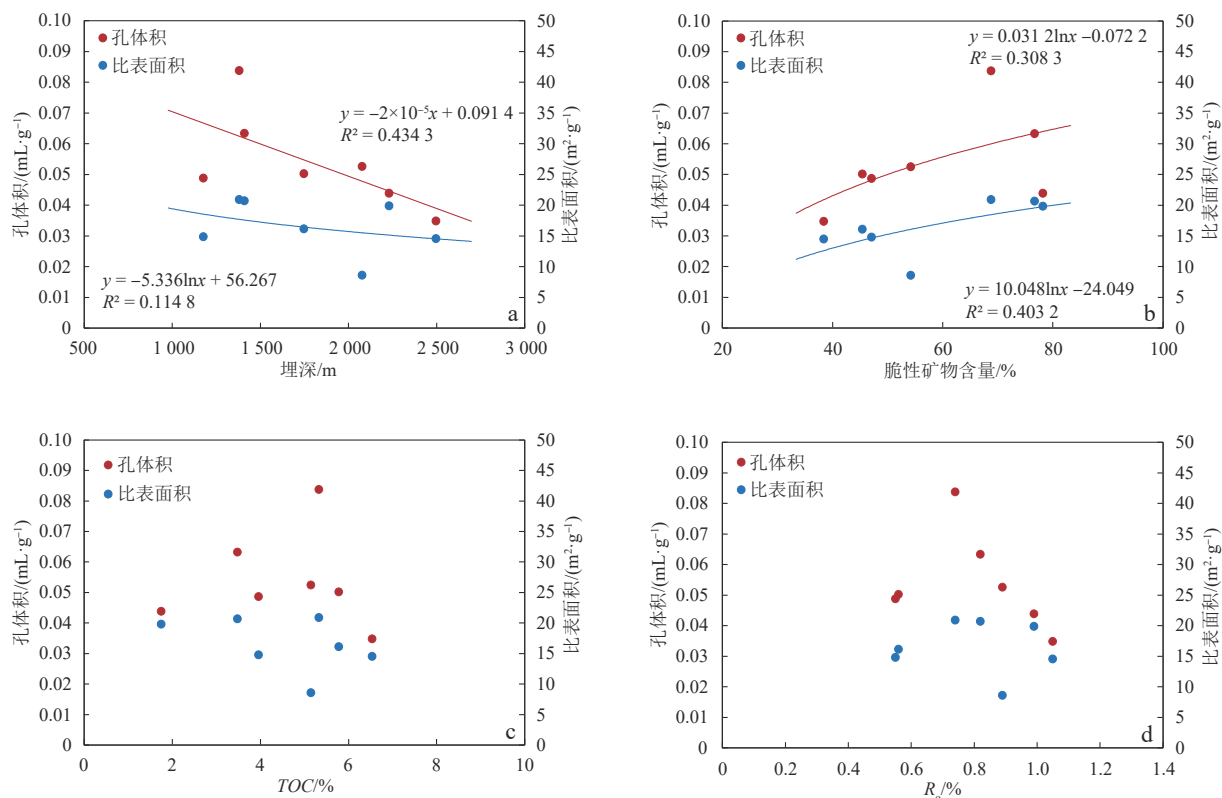


图7 鄂尔多斯盆地长7油层组实际泥页岩样品孔体积、比表面积与典型参数的相关性

Fig. 7 Correlation between the pore volume, pore specific surface area and representative parameters of shale in the Chang 7 oil layer group
a. 与样品埋深相关性; b. 与脆性矿物含量相关性; c. 与 TOC 相关性; d. 与 R_o 相关性

均仅为 0.015 %。

3.6 泥页岩的孔隙分形维数

泥页岩储层的孔隙结构在一定的孔径范围内具有良好的分形特征,基于不规则形体的自相似性及其复杂程度的分形几何理论^[43],可用分形维数来定量表征不同孔径尺度范围的孔隙非均质性。如上所述,根据不同实验方法的孔径探测范围,本次利用 N_2 吸附和高压压汞曲线分别对微-小孔、中-大孔的孔隙分形维数进行计算。

基于 N_2 吸附曲线并采用 FHH 模型^[44] 计算微-小孔的分形维数 D_1 (图 9a), 公式为:

$$\ln V = (D_1 - 3) \ln [\ln(p_0/p)] + k \quad (1)$$

式中: V 为孔体积, mL/g ; p_0 为气体饱和蒸气压, MPa ; p 为系统平衡压力, MPa ; D_1 为微-小孔分形维数, 无量纲; k 为常数, 无量纲。

基于高压压汞数据计算中-大孔的分形维数 D_2 (图 9b)^[35,45], 公式为:

$$\lg(1 - S_{Hg}) = (D_2 - 3) \lg p_c + k \quad (2)$$

式中: S_{Hg} 为进汞饱和度, %; p_c 为毛细管压力, MPa ; D_2 为中-大孔分形维数, 无量纲; k 为常数, 无量纲。

计算结果表明, 7 个实际泥页岩样品的微-小孔的分形维数 D_1 在 2.349 ~ 2.483, 平均为 2.438, 拟合相关系数 R^2 平均为 0.9916; 中-大孔的分形维数 D_2 在 2.969 ~ 2.985, 平均为 2.980, 相关系数 R^2 平均为 0.9728。6 个生、排烃模拟实验下的泥页岩样品的微-小孔的分形维数 D_1 值在 2.522 ~ 2.597, 平均为 2.547, 拟合相关系数 R^2 平均为 0.9936; 中-大孔的分形维数 D_2 在 2.818 ~ 2.982, 平均为 2.918, 相关系数 R^2 平均为 0.9590 (表 3)。

4 孔隙演化过程

4.1 生烃过程与孔隙结构演化

有机质生、排烃与矿物成岩作用是控制泥页岩储层演化的关键因素^[15-16]。为了降低不同区域样品的非均质性对结果的影响, 本文基于对 C171 泥页岩样品的生排烃模拟实验, 开展泥页岩储层孔隙演化过程的研究。

首先, 从原样到热模拟温度为 320 °C (0.67 % ≤ R_o ≤ 0.94 %) 时, 该阶段页岩有机质缓慢少量生烃, 且产物基本为液态烃, 同时生成了少量有机质孔, 因此微

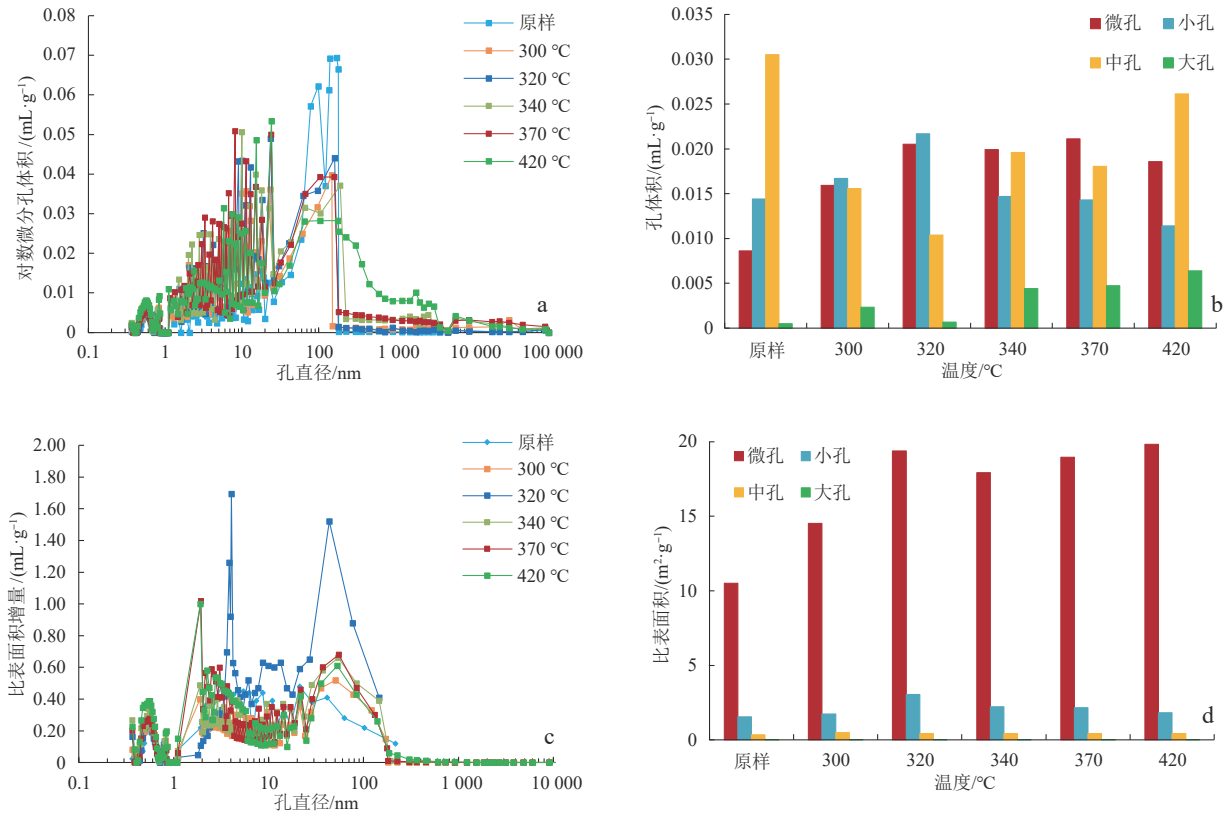


图8 鄂尔多斯盆地长7油层组生、排烃实验中泥页岩样品全孔径表征

Fig. 8 Full-scale pore size characterization of shale samples after hydrocarbon generation and expulsion experiments from the Chang 7 oil layer group

a. 全孔径孔体积分布曲线; b. 不同孔隙类型孔体积分布直方图; c. 全孔径孔比表面积分布曲线; d. 不同孔隙类型孔比表面积分布直方图

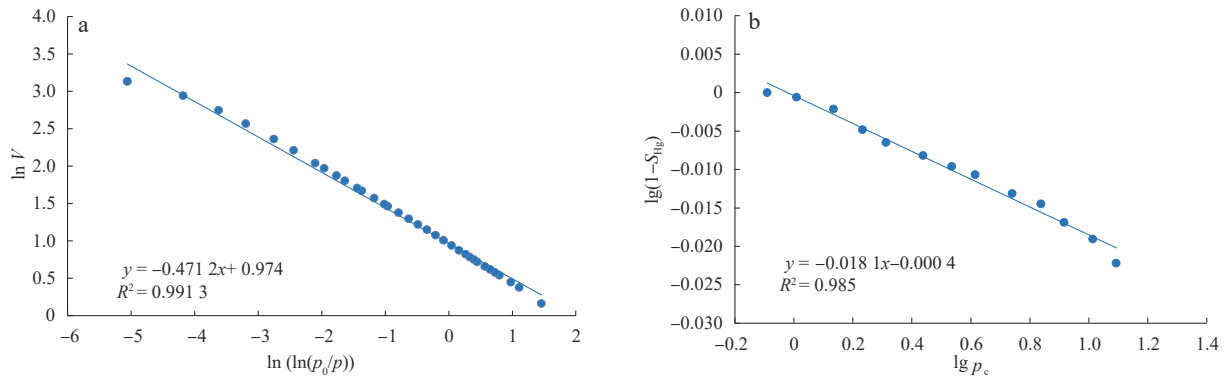


图9 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩孔隙分形维数计算过程拟合图(以样品C171原样为例)

Fig. 9 Fitting diagrams of calculation process of fractal dimension of shale pores in the Chang 7 oil layer group (taking sample C171 as an example)

a. 微-小孔的分形维数 D_1 ; b. 中-大孔的分形维数 D_2

孔和小孔孔体积占比显著增加,但生成的原油尚未满足自身吸附,排烃量较小(300 °C时仅为4 mg/g TOC),生成的液态烃和沥青会充填原始孔隙,造成总孔体积先降低;但当加热到320 °C时,随着生烃、排烃量的增大,孔体积又略有升高(图10)。该阶段孔体积总体变化不明显,且微、小孔占比的增加造成了孔比表面积的

显著增大(图10)。

当泥页岩热模拟温度在340~370 °C($1.00\% \leq R_o \leq 1.15\%$)时,生油量最大,在340 °C($R_o = 1.0\%$)达到最大值,之后随温度升高逐渐降低,并且气态烃产物明显增多。同时随着成熟度升高,排油量持续增大,当达到370 °C($R_o = 1.15\%$)时排油量最大。总体上,在

表3 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩微-小孔分形锥数 D_1 和中-大孔分形锥数 D_2 计算结果

Table 3 The calculation results of fractal dimension D_1 of micro-small pores and the fractal dimension D_2 of meso-macro pores in the Chang 7 oil layer group

样品号 (原样)	微-小孔		中-大孔		实验 温度/℃	微-小孔		中-大孔	
	D_1	相关系数 R^2	D_2	相关系数 R^2		D_1	相关系数 R^2	D_2	相关系数 R^2
L237	2.452	0.998 5	2.984	0.994 4	C171原样	2.529	0.991 3	2.982	0.985 0
Y1011	2.404	0.982 5	2.969	0.921 6	300	2.522	0.996 5	2.952	0.971 3
L217	2.415	0.994 8	2.985	0.975 3	320	2.530	0.996 3	2.962	0.947 2
X6009	2.483	0.981 2	2.969	0.957 7	340	2.543	0.992 0	2.894	0.994 1
ZC10-6	2.349	0.990 4	2.984	0.993 6	370	2.564	0.993 5	2.899	0.964 3
D6498	2.482	0.996 5	2.982	0.994 6	420	2.597	0.992 1	2.818	0.892 2
D48031	2.480	0.997 2	2.985	0.972 2	—	—	—	—	—
平均值	2.438	0.991 6	2.980	0.972 8	平均值	2.547	0.993 6	2.918	0.959 0

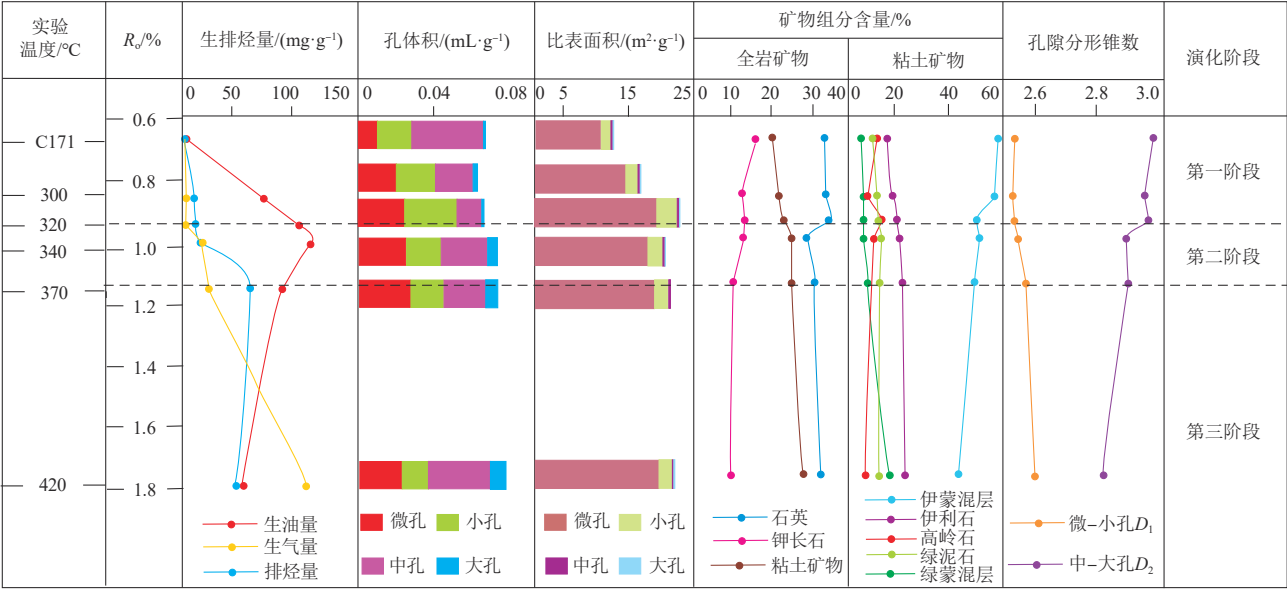


图10 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩储层孔隙演化模式

Fig. 10 Pore evolution model of shale reservoirs in the Chang 7 oil layer group

该阶段一方面干酪根生油会堵塞部分孔隙,另一方面大量排油和干酪根热解生气会形成新的孔隙,两者相互影响,使得孔体积较上一阶段总体增加,尤其是中、大孔的占比显著提高(图10),而孔比表面积较上一阶段有所降低。

当泥页岩热模拟温度达到420℃($R_o = 1.79\%$)时,气态烃产率急剧升高,液态烃产率快速降低,表明残留油裂解生气,生成较多大孔径的椭圆状孔隙,并且裂解作用可释放被残留油占据的空间,从而造成该阶段的总孔体积进一步增加,孔比表面积也略有增加,且中、大孔对孔隙的贡献度愈加显著,孔隙连通性明显变好(图10)。

4.2 矿物成岩作用与孔隙结构演化

有机质生烃过程中,随着温度的逐渐升高,有机质

发生一系列变化,同时会与无机矿物成岩作用相互控制,从而间接地影响孔隙的发育和演化。结合生排烃实验原样及每个温度点催熟样品的X射线衍射全岩和黏土矿物分析的实验数据,研究矿物成岩作用与孔隙结构演化的过程及其相互作用。首先,随着热演化生烃作用的进行直至加热到320℃($0.67\% \leq R_o \leq 0.94\%$)时,孔隙流体中由于有机酸和CO₂的进入,成岩环境逐渐变为酸性,因此长石和方解石等易溶矿物变得不稳定,发生溶蚀并生成溶蚀孔^[46-47]。同时随着K⁺, Si⁴⁺和Al³⁺等诸多离子的增加,有利于高岭石、自生石英等胶结物的形成并充填于溶蚀孔中[公式(3)]^[48](图2e,f),这就造成了钾长石、方解石等易溶矿物含量减少,而石英和高岭石含量增加(图10,图11)。同时,蒙皂石也不断向伊利石转化(公式4)^[49-50],导致了伊/蒙混层含量减少,且伊/蒙混层矿物中蒙皂石的含量持

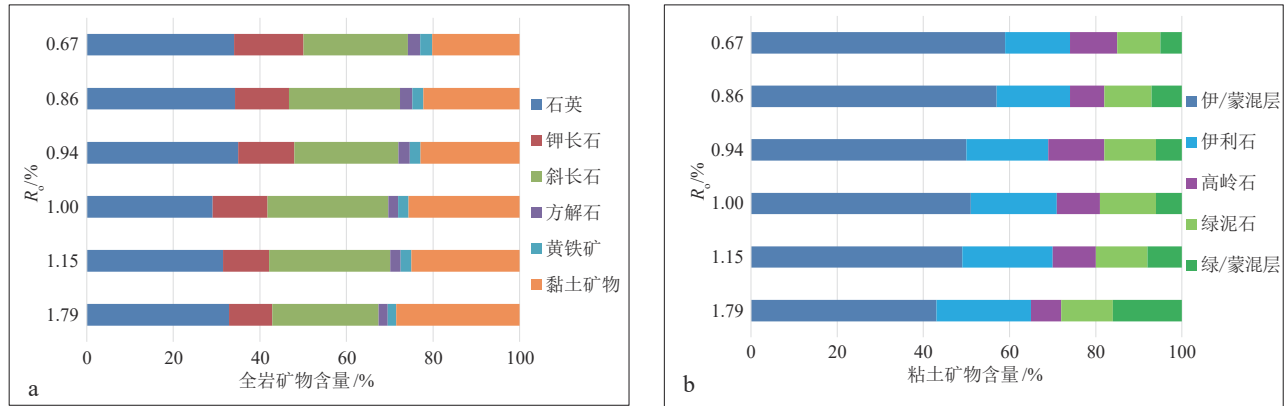


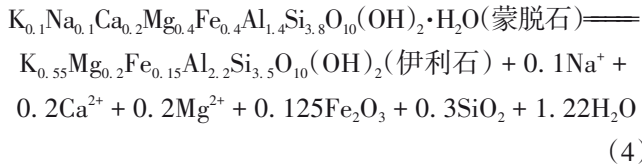
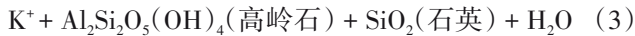
图 11 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩矿物组成演化特征

Fig. 11 Evolution characteristics of mineral composition of shale in the Chang 7 oil layer group

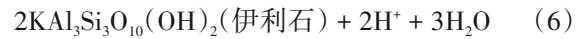
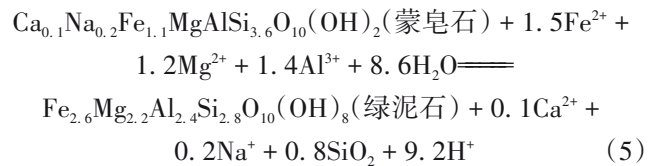
a. 全岩矿物含量; b. 黏土矿物含量

续降低,而伊利石含量增加(图10,图11)。由于蒙皂石向伊利石的转化是一个耗钾的自发反应^[48,51],受到该反应的缓冲,偏酸性的斜长石溶解将变得困难,在这种情况下,会出现钾长石比斜长石更易溶解的情况,导致了钾长石的减少,但是斜长石含量在此过程中没有降低的迹象。总之,受溶蚀、矿物转化等作用影响,脆性矿物总量减少,而黏土矿物总量增加(图11)。

KAlSi_3O_8 (钾长石) + 有机酸 $\longrightarrow$



继续加热至 370°C ($1.00\% \leq R_o \leq 1.15\%$) 时,有机质演化进入大量生烃的阶段,孔隙流体呈弱酸性,这主要得益于形成的大量羧酸^[46]。在钾长石和方解石继续被溶蚀的同时,孔隙流体中的酸性物质也不断被消耗,加之羧酸发生脱酸作用,孔隙流体呈现出由酸性转变为弱碱性的特征^[46,52],此时,石英碎屑颗粒开始发生微弱的碱性溶蚀,形成少量的石英溶蚀孔隙(图2a)。同时在碱性条件下,一方面伊/蒙混层的层间溶液中有 Mg^{2+} 、 Fe^{2+} 存在时, Mg^{2+} 进入蒙皂石水层中形成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 层,蒙皂石可以向绿/蒙混层转化[公式(5)]^[49,53];另一方面高岭石的稳定性减小,当孔隙流体中有 K^+ 时,其开始向伊利石转化[公式(6)]^[48]。因此该阶段钾长石、方解石及石英含量均较上一阶段有所减少,黏土矿物中伊/蒙混层和高岭石含量也降低,而伊利石和绿/蒙混层含量略有增加(图10,图11)。



当加热至 420°C ($R_o = 1.79\%$) 时,有机质进入成熟阶段,残留油开始大量裂解生气,伊/蒙混层、高岭石进一步向绿/蒙混层和伊利石转化(图10,图11),且含量变化幅度较大,为高岭石向伊利石、绿/蒙混层转化的重要时期。

随着有机质逐渐成熟和无机矿物的溶蚀作用、矿物之间转化的发生,有机质生烃孔、脆性矿物溶蚀孔和黏土矿物层间次生微孔隙逐渐增多,对泥页岩储层具有一定的改善作用,使得总孔体积和中、大孔占比总体具有增大的趋势(图10)。由此可推测,有机质生排烃、弱酸性-弱碱性环境下的溶蚀作用和矿物转化的协同作用是长7段泥页岩储层孔隙发育的主要原因。

4.3 孔隙分形特征演化

随着生排烃热演化程度的增强,泥页岩样品的微孔占微-小孔的孔体积比例逐渐增大,同时泥页岩样品的微-小孔的分形维数 D_1 也具有依次增大的趋势(图10),两者具有较好的正相关性(图12a)。说明随着微孔占比的增加,泥页岩孔隙的非均质性增强,导致分形维数 D_1 值增大。同时微-小孔的分形维数 D_1 值也随着黏土矿物含量的增加而增大(图12b),这是由于黏土矿物晶间孔一般形状不规则且分布不均匀,与原生和次生溶蚀孔隙相比,其分形维数整体偏大^[54-55],因此黏土矿物晶间孔发育样品的分形维数也

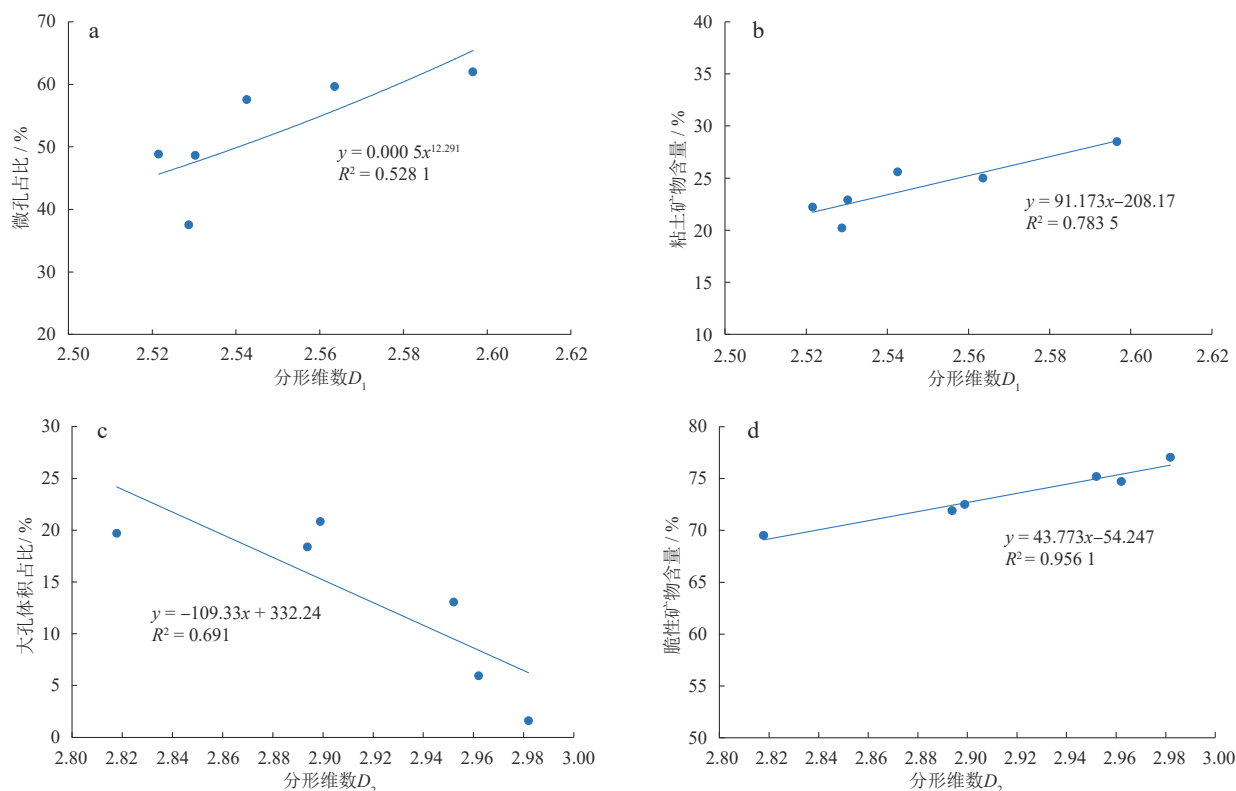


图12 鄂尔多斯盆地长7油层组泥页岩孔隙分形维数与孔隙大小、矿物组成相关性

Fig. 12 Correlation between fractal dimension, pore size and mineral composition of shale pores in the Chang 7 oil layer group

- a. 微-小孔分形维数 D_1 与微孔占比相关性; b. 微-小孔分形维数 D_1 与粘土矿物含量相关性; c. 中-大孔分形维数 D_2 与大孔体积占比相关性; d. 中-大孔分形维数 D_2 与脆性矿物含量相关性

随之增大。

随着生排烃热演化程度的增强,首先从泥页岩样到热模拟温度为320℃时,泥页岩样品的大孔占中-大孔的孔体积比例先增加后降低,对应的中-大孔分形维数 D_2 值具有先降低后增大的趋势;之后随着热模拟温度的持续升高,如前文所述,此时生、排烃量均增大,且气态烃产物明显增多,排油和油裂解逐渐释放被油占据的孔隙,使得孔隙连通性变好,大孔的体积占比显著增加,与之对应的中-大孔分形维数 D_2 值也明显降低(图10),两者呈负相关性(图12c)。同时,中-大孔分形维数 D_2 与脆性矿物(石英+长石+方解石)含量呈较好的正相关性(图12d),说明脆性矿物对泥页岩中-大孔的孔隙发育贡献较大,主要为长石、石英、方解石的粒间孔和溶蚀粒内孔。伴随着有机质的生排烃过程,脆性矿物含量有所降低,有机质孔隙逐渐增多,而脆性矿物孔隙有所减少,孔隙总体表面粗糙程度和非均质性降低,因此导致了中-大孔分形维数 D_2 的降低。

4.4 孔隙结构演化模式

综合上述研究成果,长7油层组泥页岩的孔隙演化可划分为3个阶段(图10)。

1) 从原样到加热至320℃($0.67\% \leq R_o \leq 0.94\%$)时,中低成熟阶段,有机质少量生、排烃造成微-小孔的孔体积占比增加,但总孔体积变化较小,导致孔比表面积明显增大。同时在酸性环境下钾长石、碳酸盐等溶蚀形成溶蚀孔,生成石英、高岭石等胶结物,伊/蒙混层也不断向伊利石转化。此阶段微-小孔的分形维数 D_1 和中-大孔的分形维数 D_2 均具有增大的趋势。

2) 热模拟温度在340~370℃($1.00\% \leq R_o \leq 1.15\%$)时,成熟阶段,生油、排油量均达到最大值,生气量也明显增多,孔体积较上一阶段总体增加,尤其是中、大孔的占比显著提高,而孔比表面积有所降低。孔隙流体由酸性转变为弱碱性,钾长石、碳酸盐矿物及石英含量由于溶蚀作用均较上阶段减少,伊/蒙混层和高岭石向绿/蒙混层及伊利石转化。此阶段微-小孔的分形维数 D_1 增大,而中-大孔的分形维数 D_2 减小。

3) 热模拟温度至420℃($R_o = 1.79\%$)时,达到高成熟阶段,残留油开始大量裂解生气,总孔体积进一步增加,且中、大孔对孔隙的贡献程度愈加显著,孔比表面积也略有增加。该时期伊/蒙混层和高岭石进一步向绿/蒙混层及伊利石转化。此阶段微-小孔的分形维数 D_1 持续增大,而中-大孔的分形维数 D_2 继续减小。

5 结论

1) 长7油层组实际泥页岩样品与生排烃实验下泥页岩样品的孔体积随孔径变化均较频繁,其中微孔(孔径 $< 25\text{ nm}$)、小孔(孔径 $25 \sim 100\text{ nm}$)和中孔(孔径 $100 \sim 1\,000\text{ nm}$)对孔体积贡献较大,而大孔(孔径 $> 1\,000\text{ nm}$)较不发育,但在生排烃实验中,当泥页岩加热到 $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上($R_o > 1.0\%$)时,大孔对孔体积的贡献度显著增加。泥页岩的孔比表面积均主要由微孔和小孔提供。

2) 长7油层组低-中成熟度的实际泥页岩样品孔隙结构的控制因素复杂。孔体积、比表面积与埋深呈一定的负相关性,与脆性矿物含量呈正相关性,而与有机质成熟度、有机质丰度的相关性较弱。

3) 有机质的逐渐成熟、无机矿物的溶蚀作用和矿物之间转化,对泥页岩储层具有改善作用。长7油层组泥页岩的孔隙演化呈现3个阶段:中-低成熟阶段,少量生、排烃造成微-小孔占比增加,总孔体积变化较小,钾长石等溶蚀增孔的同时又生成石英、高岭石等胶结物,伊/蒙混层向伊利石转化;成熟阶段,生、排油量达最大值,总孔体积增加,中-大孔占比显著提高,溶蚀作用减少,伊/蒙混层、高岭石向绿/蒙混层、伊利石转化增孔;高成熟阶段,残留油大量裂解生气,孔体积进一步增加,中-大孔的贡献愈加显著,黏土矿物进一步转化增孔。

4) 泥页岩储层热演化程度的加深,导致孔隙非均质性变化明显。微-小孔的分形维数 D_1 有增大趋势,微孔占微-小孔的孔体积比例与黏土矿物含量增加均可造成非均质性增强;中-大孔的分形维数 D_2 有先增加后降低的趋势, D_2 与大孔占中-大孔的孔体积比例呈负相关性,与脆性矿物含量呈正相关性,说明脆性矿物对中-大孔发育贡献较大,伴随生、排烃,有机质孔增多造成了其总体表面粗糙程度和非均质性的降低。

参 考 文 献

- [1] BREYER J A. Shale reservoirs—giant resources for the 21st century[M]. Tulsa: American Association of Petroleum Geologists, 2012: 519.
- [2] AGUILERA R, RADETZKI M. Shale gas and oil: Fundamentally changing global energy markets[J]. Oil and Gas Journal, 2013, 111(12): 54–61.
- [3] 胡素云, 赵文智, 侯连华, 等. 中国陆相页岩油发展潜力与技术对策[J]. 石油勘探与开发, 2020, 47(4): 819–828.
HU Suyun, ZHAO Wenzhi, HOU Lianhua, et al. Development potential and technical strategy of continental shale oil in China[J].

- Petroleum Exploration and Development, 2020, 47(4): 819–828.
- [4] 赵文智, 胡素云, 侯连华, 等. 中国陆相页岩油类型、资源潜力及与致密油的边界[J]. 石油勘探与开发, 2020, 47(1): 1–10.
ZHAO Wenzhi, HU Suyun, HOU Lianhua, et al. Types and resource potential of continental shale oil in China and its boundary with tight oil[J]. Petroleum Exploration and Development, 2020, 47(1): 1–10.
- [5] 金之钧, 白振瑞, 高波, 等. 中国迎来页岩油气革命了吗?[J]. 石油与天然气地质, 2019, 40(3): 451–458.
JIN Zhijun, BAI Zhenrui, GAO Bo, et al. Has China ushered in the shale oil and gas revolution?[J]. Oil & Gas Geology, 2019, 40(3): 451–458.
- [6] 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.
- [7] 王晓雯, 关平, 梁晓伟, 等. 鄂尔多斯盆地长7段页岩油优质储层特征分析[J]. 北京大学学报(自然科学版), 2021, 57(3): 459–469.
WANG Xiaowen, GUAN Ping, LIANG Xiaowei, et al. Analysis of pore properties of favorable shale oil reservoir of Chang-7 in Ordos Basin [J]. Acta Scientiarum Naturalium Universitatis Pekinensis, 2021, 57(3): 459–469.
- [8] BUSTIN R M, BUSTIN A M M, CUI X, et al. Impact of shale properties on pore structure and storage characteristics [C]//SPE Shale Gas Production Conference, Fort Worth, 2008. Houston: SPE, 2008: SPE-119892-MS.
- [9] LOUCKS R G, REED R M, RUPPEL S C, et al. Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores [J]. AAPG Bulletin, 2012, 96(6): 1071–1098.
- [10] 肖佃师, 赵仁文, 杨潇, 等. 海相页岩气储层孔隙表征、分类及贡献[J]. 石油与天然气地质, 2019, 40(6): 1215–1225.
XIAO Dianshi, ZHAO Renwen, YANG Xiao, et al. Characterization, classification and contribution of marine shale gas reservoirs [J]. Oil & Gas Geology, 2019, 40(6): 1215–1225.
- [11] 姜振学, 唐相路, 李卓, 等. 川东南地区龙马溪组页岩孔隙结构全孔径表征及其对含气性的控制[J]. 地学前缘, 2016, 23(2): 126–134.
JIANG Zhenxue, TANG Xianglu, LI Zhuo, et al. The whole-aperture pore structure characteristics and its effect on gas content of the Longmaxi Formation shale in the southeastern Sichuan Basin [J]. Earth Science Frontiers, 2016, 23(2): 126–134.
- [12] 朱如凯, 吴松涛, 苏玲, 等. 中国致密储层孔隙结构表征需注意的问题及未来发展方向[J]. 石油学报, 2016, 37(11): 1323–1336.
ZHU Rukai, WU Songtao, SU Ling, et al. Problems and future works of porous texture characterization of tight reservoirs in China [J]. Acta Petrolei Sinica, 2016, 37(11): 1323–1336.
- [13] 曾宏斌, 王芙蓉, 罗京, 等. 基于低温氮气吸附和高压压汞表征潜江凹陷盐间页岩油储层孔隙结构特征[J]. 地质科技通报, 2021, 40(5): 242–252.
ZENG Hongbin, WANG Furong, LUO Jing, et al. Characteristics of pore structure of intersalt shale oil reservoir by low temperature

- nitrogen adsorption and high pressure mercury pressure methods in Qianjiang Sag[J]. *Bulletin of Geological Science and Technology*, 2021, 40(5): 242–252.
- [14] 王民, 关莹, 李传明, 等. 济阳坳陷沙河街组湖相页岩储层孔隙定性描述及全孔径定量评价[J]. *石油与天然气地质*, 2018, 39(6): 1107–1119.
- WANG Min, GUAN Ying, LI Chuanming, et al. Qualitative description and full-pore-size quantitative evaluation of pores in lacustrine shale reservoir of Shahejie Formation, Jiyang Depression [J]. *Oil & Gas Geology*, 2018, 39(6): 1107–1119.
- [15] CHALMERS G R L, BUSTIN R M. Lower Cretaceous gas shales in northeastern British Columbia, Part I: Geological controls on methane sorption capacity [J]. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology*, 2008, 56(1): 1–21.
- [16] ROSS D J K, BUSTIN R M. The importance of shale composition and pore structure upon gas storage potential of shale gas reservoirs [J]. *Marine and Petroleum Geology*, 2009, 26(6): 916–927.
- [17] 曹尚, 李树同, 党海龙, 等. 鄂尔多斯盆地东南部长7段页岩孔隙特征及其控制因素[J]. *新疆石油地质*, 2022, 43(1): 11–17.
- CAO Shang, LI Shutong, DANG Hailong, et al. Pore characteristics and controlling factors of Chang 7 shale in southeastern Ordos Basin [J]. *Xinjiang Petroleum Geology*, 2022, 43(1): 11–17.
- [18] 冯小龙, 敖卫华, 唐玄. 陆相页岩气储层孔隙发育特征及其主控因素分析: 以鄂尔多斯盆地长7段为例[J]. *吉林大学学报(地球科学版)*, 2018, 48(3): 678–692.
- FENG Xiaolong, AO Weihua, TANG Xuan. Characteristics of pore development and its main controlling factors of continental shale gas reservoirs: A case study of Chang 7 member in Ordos Basin [J]. *Journal of Jilin University (Earth Science Edition)*, 2018, 48(3): 678–692.
- [19] 杨桂林, 任战利, 张圆圆, 等. ZD地区长7段泥页岩储层特征研究[J]. *非常规油气*, 2018, 5(4): 27–33.
- YANG Guilin, REN Zhanli, ZHANG Yuanyuan, et al. Study on shale reservoir characteristics of Chang-7 Formation in ZD area [J]. *Unconventional Oil & Gas*, 2018, 5(4): 27–33.
- [20] 俞雨溪, 罗晓容, 雷裕红, 等. 陆相页岩孔隙结构特征研究——以鄂尔多斯盆地延长组页岩为例[J]. *天然气地球科学*, 2016, 27(4): 716–726.
- YU Yuxi, LUO Xiaorong, LEI Yuhong, et al. Characterization of lacustrine shale pore structure: An example from the Upper-Triassic Yanchang Formation, Ordos Basin [J]. *Natural Gas Geoscience*, 2016, 27(4): 716–726.
- [21] XU Hao, TANG Dazhen, ZHAO Junlong, et al. A precise measurement method for shale porosity with low-field nuclear magnetic resonance: A case study of the Carboniferous-Permian strata in the Linxing area, eastern Ordos Basin, China [J]. *Fuel*, 2015, 143: 47–54.
- [22] 耳闯, 赵靖舟, 白玉彬, 等. 鄂尔多斯盆地三叠系延长组富有机质页岩储层特征[J]. *石油与天然气地质*, 2013, 34(5): 708–716.
- ER Chuang, ZHAO Jingzhou, BAI Yubin, et al. Reservoir characteristics of the organic-rich shales of the Triassic Yanchang Formation in Ordos Basin [J]. *Oil & Gas Geology*, 2013, 34(5): 708–716.
- [23] 葛云锦, 任来义, 贺永红, 等. 鄂尔多斯盆地富县—甘泉地区三叠系延长组7油层组致密油富集主控因素[J]. *石油与天然气地质*, 2018, 39(6): 1190–1200.
- GE Yunjin, REN Laiyi, HE Yonghong, et al. Main factors controlling the tight oil enrichment in the 7th oil layer group of the Triassic Yanchang Formation in Fuxian-Ganquan area, Ordos Basin [J]. *Oil & Gas Geology*, 2018, 39(6): 1190–1200.
- [24] 王香增. 鄂尔多斯盆地延长探区低渗致密油气成藏理论进展及勘探实践[J]. *地学前缘*, 2023, 30(1): 143–155.
- WANG Xiangzeng. Low permeability tight oil and gas in Yanchang area, Ordos Basin: Advances in accumulation theory and exploration practice [J]. *Earth Science Frontiers*, 2023, 30(1): 143–155.
- [25] WASHBURN E W. The dynamics of capillary flow [J]. *Physical Review*, 1921, 17(3): 273–283.
- [26] DRUMMOND C, ISRAELACHVILI J. Surface forces and wettability [J]. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 2002, 33(1/3): 123–133.
- [27] VAFAIE A, KIVI I R, MOALLEMI S A, et al. Permeability prediction in tight gas reservoirs based on pore structure characteristics: A case study from South Western Iran [J]. *Unconventional Resources*, 2021, 1: 9–17.
- [28] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度 第3部分: 气体吸附法分析微孔: GB/T 21650.3–2011[S]. 北京: 中国标准出版社, 2012.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption—Part 3: Analysis of micropores by gas adsorption: GB/T 21650.3–2011[S]. Beijing: Standards Press of China, 2012.
- [29] BARRETT E P, JOYNER L G, HALENDA P P. The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I. Computations from nitrogen isotherms [J]. *Journal of the American Chemical Society*, 1951, 73(1): 373–380.
- [30] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度 第2部分: 气体吸附法分析介孔和大孔: GB/T 21650.2–2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption—Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption: GB/T 21650.2–2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [31] 霍多特. 煤与瓦斯突出[M]. 宋士钊, 王佑安, 译. 北京: 中国工业出版社, 1966.
- XOДOT B B. Outburst of coal and coalbed gas [M]. SONG Shizhao, WANG Youan, translated. Beijing: China Industry Press, 1966.
- [32] EVERETT D H. Manual of symbols and terminology for physicochemical quantities and units, appendix II: Definitions, terminology and symbols in colloid and surface chemistry [J]. *Pure and Applied Chemistry*, 1972, 31(4): 577–638.
- [33] 李俊乾, 姚艳斌, 蔡益栋, 等. 华北地区不同变质程度煤的物

- 性特征及成因探讨[J]. 煤炭科学技术, 2012, 40(4): 111-115.
- LI Junqian, YAO Yanbin, CAI Yidong, et al. Discussion on coal physical properties and formation with different metamorphic degree in North China[J]. Coal Science and Technology, 2012, 40(4): 111-115.
- [34] XIONG Jian, LIU Xiangjun, LIANG Lixi. Experimental study on the pore structure characteristics of the Upper Ordovician Wufeng Formation shale in the southwest portion of the Sichuan Basin, China[J]. Journal of Natural Gas Science and Engineering, 2015, 22: 530-539.
- [35] 卢双舫, 李俊乾, 张鹏飞, 等. 页岩油储集层微观孔喉分类与分级评价[J]. 石油勘探与开发, 2018, 45(3): 436-444.
- LU Shuangfang, LI Junqian, ZHANG Pengfei, et al. Classification of microscopic pore-throats and the grading evaluation on shale oil reservoirs[J]. Petroleum Exploration and Development, 2018, 45(3): 436-444.
- [36] ZHANG Pengfei, LU Shuangfang, LI Junqian, et al. Characterization of shale pore system: A case study of Paleogene Xin'gouzui Formation in the Jiangnan Basin, China[J]. Marine and Petroleum Geology, 2017, 79: 321-334.
- [37] 薛冰, 张金川, 唐玄, 等. 黔西北龙马溪组页岩微观孔隙结构及储气特征[J]. 石油学报, 2015, 36(2): 138-149, 173.
- XUE Bing, ZHANG Jinchuan, TANG Xuan, et al. Characteristics of microscopic pore and gas accumulation on shale in Longmaxi Formation, northwest Guizhou[J]. Acta Petrolei Sinica, 2015, 36(2): 138-149, 173.
- [38] SING K S W. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (recommendations 1984)[J]. Pure and Applied Chemistry, 1985, 57(4): 603-619.
- [39] KUILA U, PRASAD M. Specific surface area and pore-size distribution in clays and shales[J]. Geophysical Prospecting, 2013, 61(2): 341-362.
- [40] YANG Xiyan, FAN Jiaxing, ZHANG Yu, et al. Microscopic pore structure characteristics of tight limestone reservoirs: New insights from Section 1 of the Permian Maokou Formation, Southeastern Sichuan Basin, China[J]. Unconventional Resources, 2022, 2: 31-40.
- [41] GROEN J C, PEFFER L A A, PÉREZ-RAMÍREZ J. Pore size determination in modified micro- and mesoporous materials. Pitfalls and limitations in gas adsorption data analysis[J]. Microporous and Mesoporous Materials, 2003, 60(1/3): 1-17.
- [42] STAINFORTH J G. Practical kinetic modeling of petroleum generation and expulsion[J]. Marine and Petroleum Geology, 2009, 26(4): 552-572.
- [43] MANDELBROT B B. The fractal geometry of nature[M]. San Francisco: W. H. Freeman, 1982.
- [44] AHMAD A L, MUSTAFA N N N. Pore surface fractal analysis of palladium-alumina ceramic membrane using Frenkel-Halsey-Hill (FHH) model[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2006, 301(2): 575-584.
- [45] 岳亮, 孟庆强, 刘自亮, 等. 致密砂岩储层物性及非均质性特征——以四川盆地中部广安地区上三叠统须家河组六段为例[J]. 石油与天然气地质, 2022, 43(3): 597-609.
- YUE Liang, MENG Qingqiang, LIU Ziliang, et al. Physical property and heterogeneity of tight sandstone reservoirs: A case of the Upper Triassic 6th member of Xujiahe Formation, Guang'an, central Sichuan Basin[J]. Oil & Gas Geology, 2022, 43(3): 597-609.
- [46] 李向军. 鄂尔多斯盆地中南部长7段泥页岩系的埋藏成岩-孔隙演化过程[D]. 西安: 西北大学, 2017.
- LI Xiangjun. Research on buried diagenesis and pore evolution process of Chang 7 mud shale in the southern-central Ordos Basin[D]. Xi'an: Northwest University, 2017.
- [47] KE Zunsong, FENG Bo, LIU Yanguang, et al. Dissolution and sedimentation patterns of typical minerals in artificial reservoirs under different environments[J]. Unconventional Resources, 2022, 2: 60-71.
- [48] 黄思静, 黄可可, 冯文立, 等. 成岩过程中长石、高岭石、伊利石之间的物质交换与次生孔隙的形成: 来自鄂尔多斯盆地上古生界和川西凹陷三叠系须家河组的研究[J]. 地球化学, 2009, 38(5): 498-506.
- HUANG Sijing, HUANG Keke, FENG Wenli, et al. Mass exchanges among feldspar, kaolinite and illite and their influences on secondary porosity formation in clastic diagenesis——A case study on the Upper Paleozoic, Ordos Basin and Xujiahe Formation, Western Sichuan Depression[J]. Geochimica, 2009, 38(5): 498-506.
- [49] WORDEN R H, MORAD S. Clay mineral cements in sandstones[M]. Malden: Blackwell Publishing, 2003.
- [50] BOLES J R, FRANKS S G. Clay diagenesis in Wilcox sandstones of southwest Texas; Implications of smectite diagenesis on sandstone cementation[J]. Journal of Sedimentary Research, 1979, 49(1): 55-70.
- [51] BERGER G, LACHARPAGNE J C, VELDE B, et al. Kinetic constraints on illitization reactions and the effects of organic diagenesis in sandstone/shale sequences[J]. Applied Geochemistry, 1997, 12(1): 23-35.
- [52] 刘惟庆. 鄂西地区上二叠统大隆组富有机质页岩相与储层特征研究[D]. 武汉: 中国地质大学, 2019.
- LIU Weiqing. Study of the organic matter shales lithofacies and reservoir characteristics of the Upper Permian Dalong Formation in western Hubei[D]. Wuhan: China University of Geosciences, 2019.
- [53] CHANG H K, MACKENZIE F T, SCHOONMAKER J. Comparisons between the diagenesis of dioctahedral and trioctahedral smectite, Brazilian offshore basins[J]. Clays and Clay Minerals, 1986, 34(4): 407-423.
- [54] 王恩泽, 吴忠宝, 宋彦辰, 等. 鄂尔多斯盆地庆城地区长7段致密砂岩成岩演化与孔隙结构特征[J]. 北京大学学报(自然科学版), 2022, 58(2): 249-260.
- WANG Enze, WU Zhongbao, SONG Yanchen, et al. Pore structure and diagenetic evolution features of member-7 of Yanchang Formation in Qingcheng area, Ordos Basin, NW China[J]. Acta Scientiarum Naturalium Universitatis Pekinensis, 2022, 58(2): 249-260.
- [55] ZHANG Kun, PANG Xiongqi, ZHAO Zhengfu, et al. Pore structure and fractal analysis of Lower Carboniferous carbonate reservoirs in the Marsel area, Chu-Sarysu Basin[J]. Marine and Petroleum Geology, 2018, 93: 451-467.