渤海湾盆地东营凹陷沙河街组 页岩油储层微观孔隙特征

刘毅1),陆正元1),冯明石1),王军2),田同辉2),晁静2)

1)油气藏地质及开发工程国家重点实验室,成都理工大学,成都,610049;

2) 中国石化胜利油田分公司勘探开发研究院,山东东营,257000

内容提要:通过场发射环境扫描电镜、低温氮气吸脱附实验、高分辨率背散射电子图像定量分析等技术方法, 对渤海湾盆地东营凹陷沙河街组页岩油储层的微观孔隙类型、结构特征及孔隙分布进行了系统研究。结果表明: 沙河街组页岩油储层微观孔隙类型多样,包括粒间孔、粒内孔、晶间孔、溶蚀孔和晶内孔5类孔隙。有利储集空间 为孔径在100~3000 nm的孔隙,以粒间孔、粒内孔和溶蚀孔为主。泥岩类和灰岩类孔隙形态包括细颈瓶状(墨水 瓶状)和平行板状;白云岩类孔隙形态为平行板状,连通性最好。白云岩类定量面孔率最大且孔隙发育最好,其次 为泥岩类,灰岩类较差。影响微观孔隙特征的主要因素包括矿物成分及含量、有机质生排烃和热液作用,其中黏土 矿物和泥级颗粒有利于储层微孔发育,方解石的胶结作用和重结晶作用不利于孔隙发育。生排烃产生的有机酸和 热液作用增进了次生孔隙的形成。

关键词:页岩油储层;微观孔隙类型;孔隙特征;东营凹陷;沙河街组

随着北美地区页岩勘探开发的蓬勃发展,中国 陆相盆地页岩油气开始受到高度重视(Kinley et al.,2008;Nie Haikuang et al.,2009;Cusack et al., 2010;Hentz and Ruppel,2010;Zou Caineng et al., 2010;Jia Chengzao et al.,2012;Charlez,2014; Wang Min et al.,2014)。中国东部渤海湾盆地东 营凹陷具有丰富的页岩油气资源,古近系沙河街组 $Es_3^* 和 Es_4^* 泥页岩为主要的优质烃源岩,截至2010 年$ 底,有110 口井在钻遇沙三下段、沙四上亚段泥页岩层段时有油气显示,其中8 口井获得工业油气流,展现出较好的页岩油勘探潜力(Zhang Linye et al.,2012;Wang Yongshi et al.,2013a,2013b;Sun Chaoet al.,2016)。

本次研究采用广义的页岩油概念,指在富有机 质泥页岩层系中,页岩油以游离态、吸附态及溶解态 等多种方式赋存于有效生烃泥页岩层系中,也包括 可能夹有的致密砂岩、碳酸盐岩、火山岩等薄层和夹 层中的石油资源(Zhang Jinchuan et al.,2012;Zou Caineng et al.,2013,2015)。由于页岩油储层非均 质性极强,岩性类型较多,微纳米级孔隙网格复杂, 这些因素将直接影响储层的有效孔隙度、渗透率、流体赋存运移和储层的弹性性质。开展微观孔隙特征 (包括形态、孔径大小、分布)研究,有助于创新页岩 油储层地质理论基础,为页岩油勘探开发提供理论 依据(Wang and Reed,2009;Nelson,2009;Ambrose et al.,2010;Kuila and Prasad,2013)。国内外地质 人员运用 X-射线衍射、场发射扫描电子显微镜、氩 离子抛光及环境扫描电子显微镜、背散射电子成像、 低温氮气吸附等技术手段来研究页岩油气微观孔隙 结构,并逐步由定性描述向定量表征方向发展,取得 了许多创新性认识及成果(Bustin et al.,2008; Passey et al.,2010;Sondergeld et al.,2010;Keller et al.,2011; Song Xu et al.,2013;Zhang Tingshan et al.,2014;Zhang Xiaobo et al.,2016)。

目前学者对济阳坳陷东营凹陷页岩油储层的生 烃条件、储集条件及含油气性等进行了系统研究,在 储层微观特征研究方面有了初步成果,但缺乏必要 的实验定量表征和理论支撑,不同岩性薄层和夹层 的微观孔隙特征尚不明确(Zhu Guangyou et al., 2004; Li Sumei et al., 2006; Liu Huimin, 2012;

注:本文为国家科技重大专项(编号 2011zx05011)资助成果。

收稿日期:2015-11-30;改回日期:2016-02-29;责任编辑:周健。

作者简介:刘毅,女,1988年生。博士研究生,油气田开发地质专业。Email: Liuyi49@cdut.edu.cn。通讯作者:陆正元,男,1963年生。 教授,博士生导师,主要从事复杂油气田开发地质研究。通讯地址:610049,四川省成都市成华区二仙桥东三路1号,油气藏地质及开发工 程国家重点实验室;Email: lzy@cdut.edu.cn。

Zhang Linye et al., 2014; Li Juyuan et al., 2013; Zhang Shun et al., 2015; Liu Hua et al., 2016)。笔 者借助场发射环境扫描电镜观察自然断面和氩离子 抛光样品,结合低温氮气吸脱附实验和高分辨率背 散射电子图像孔隙定量分析,提出渤海湾盆地东营 凹陷页岩油储层微观孔隙综合分类方案,从不同岩 性角度和不同孔隙类型角度定性描述并定量表征孔 隙的形态、大小、分布及结构特征,综合探讨影响页 岩油储层孔隙发育的控制因素,为页岩油储层地质 基础与勘探开发提供理论依据。

1 地质概况

渤海湾盆地位于中国东部,是在古生代稳定古陆基础上发育的中新生代陆相盆地。东营凹陷位于 渤海湾盆地东南部,是一个三级负向构造单元,长轴 近东西走向长约 150 km,南北宽 74 km,面积为 5700 km²。凹陷四周被凸起围绕(鲁西、陈家庄,青 坨子,滨县、青城),北部近东西向和北东向边界断层 断裂活动强,控制了整个凹陷的沉积演化(Wu Zhiping et al.,2003;Zhu Xiaomin et al.,2007)。研 究区 3 口页岩油层段取芯井 Fy1、Ny1 和 Ly1 位于 东营凹陷北断南超的开阔性萁状构造带上(图 1)。

研究目的层段为新生界古近系沙河街组沙四上 亚段(Es^{*}₄)和沙三下段(Es^{*}₃)页岩油储层,厚度为 200~420m,属于半深湖一深湖相沉积环境。实验 统计,Est和Est储层有机碳含量一般为 1%~5%, 以 I 一 II 1型有机质为主。镜质组反射率 R_{\circ} 为 0.29%~0.93%(平均 0.57%),处于未熟一低熟阶 段。无机矿物组成以黏土矿物和钙质成分为主,含 量分别为 47.57%~58.5%和 30.36%~38.45%, 石英与长石含量为 15%~30%(图 2)。主要岩性为 含灰泥岩和灰质泥岩、泥质灰岩,分别占取芯厚度的 53.5%和 35.81%。夹少量含泥或泥质白云岩,不 超过取芯厚度的 10%。

2 样品与方法

研究样品采自3口密闭取芯井 Fy1,Ny1和 Ly1沙河街组Es^{*}和Es^{*}页岩层段,样品制备采用液 氮钻取切割,洗油采用高温高压甲苯、三卤甲烷混合 溶剂超长时清洗。在自然断面样品基础上,通过氩 离子进行抛光处理,能够有效避免颗粒遮挡造成的 孔隙假象。本次研究采用 FEI 公司的 QUANTA FEG 250场发射环境扫描电子显微镜,结合背散射 电子衍射成像(BSED)和 X-射线能谱分析系统,观 察精度达 0.7 nm。

低温氮气吸附实验测试仪器采用美国 Quatachrome公司的QUADRASORB SI型低温氮 气比表面孔径分析仪,测量孔径范围为0.35~400



图 1 渤海湾盆地东营凹陷构造单元划分 Fig. 1 The tectonic unit division of Dongying sag in Bohai Bay basin



图 2 东营凹陷 Ny1 井古近系Es3 — Es4 地层综合柱状图

Fig. 2 Comprehensive histogram of Paleogene $E_{s_3}^x - E_{s_4}^s$ formation from well Ny1 in Dongying sag

nm。将洗油后样品研磨为 70 目颗粒大小,以纯度 大于 99.99%的氮气作为吸附质,在-196℃温度下 测定不同相对压力下的氮气吸附量,并通过单位样 品质量的吸附量(V)与相对压力(P/P_o)的关系作图 得到氮气吸附-脱附等温线。

利用 FESEM 截面观察及图像采集,并对兴趣 点进行放大和深入观察,可根据需要对一定区域进 行二维或三维表征(Curtis et al.,2012;Keller et al.,2013;Jiao Kun et al.,2014)。本次研究采用高 分辨率(1~2万倍)背散射电子图像进行孔隙参数 测定。为避免单个视域代表性差等问题,选取不同 岩性样品的典型区域,按顺序连续采集 16 个视域并 拼接得到一个研究分析图像(图 3a)。结合能谱分 析辨别矿物成分,将人工识别图像中的不同孔隙类 型采用不同颜色充填,最后利用图像测量软件计算 出不同孔隙的面孔率、孔径大小和孔隙数目等参数, 测量孔径范围为 3 nm~10 μm(图 3b)。此方法中 测量的孔隙孔径为孔隙的长轴长度,为方便统计单 位统一换算成纳米。 (1996), Loucks et al. (2009), Chalmers et al. (2012)基于孔隙大小(孔径范围)进行孔隙分类。随 着氩离子抛光技术(FIB)及场发射环境扫描电子显 微镜的发展及应用,更多学者基于孔隙基质或孔隙 成因进行分类。Milner et al. (2010)在研究 Haynesville 页岩时提出了基质晶间孔与烃类孔。 Slatt et al. (2011)针对 Barnett 和 Woodford 页岩研 究,提出了颗粒内孔、泥质絮状孔、粪球粒内孔、化石 碎屑内孔、烃类孔和微裂缝。Loucks et al. (2012) 将页岩孔隙根据基质不同划分为粒(晶)间孔、粒 (晶)内孔和烃类孔三大类。Zou Caineng et al. (2011)提出中国油气储层中首次发现纳米级孔隙, 并将其分为烃类纳米孔、颗粒内纳米孔及微裂缝。 Nie Haikuang et al. (2011)将页岩孔隙划分为烃类 孔或干酪根网络、矿物质孔和两者之间的孔隙。 Yang Feng et al. (2013) 将微观孔隙划分为烃类纳 米孔、黏土矿物粒间孔、岩石骨架矿物孔、古生物化 石孔和微裂缝。He Jianhua et al. (2014)依据原生 沉积、成岩后生改造和混合成因将微观孔隙划分为

不一、种类繁多。Sing 和 IUPAC(1985)、霍多特

3 微观孔隙特征

3.1 微观孔隙类型

目前国内外针对页岩孔隙类型的划分方案标准

本次研究通过观察自然断面样品 138件, 氩离

粒间孔、晶内孔、古生物化石孔等10个亚类。



图 3 扫描电镜拼接图像及颜色标识图像

Fig. 3 SEM composed image and color filled image

(a)一单张图像放大倍数为1.5万倍,边长为20 μm,拼接图像边长为65 μm;(b)一不同孔隙类型采用不同颜色充填,

溶蚀孔充填黑色,晶间孔充填白色,该图像可直接用于孔隙参数测量

(a)—Single image is 15000 magnification times and 20 μm side length, composed image is 65 μm side length;

(b)-different types of pore are filled with different colors. Dissolved pores is filled with black and inter-crystal pores is filled with white.

This image can be used directly measuring the pore parameters

子抛光扫描电镜样品 49 件,在充分调研前人研究基础上,基于本区实际地质条件,以孔隙基质和孔隙发育位置作为主要依据,将本区页岩油储层微观孔隙 类型划分为以下 5 种孔隙类型。

(1)粒间孔。粒间孔多为原生孔隙,是矿物颗粒 成岩压实堆积后颗粒间保留的孔隙空间,多见于泥 级(粒径小于 0.005 mm)软硬颗粒接触处及黏土矿 物集合体间。受泥质碎片形态和接触关系的影响, 多呈扁圆状或不规则状,排列无规律并散布于基质 中(图 4a,b)。

(2)粒内孔。本区粒内孔主要是层状黏土矿物的 粒内孔。蒙脱石随沉积埋藏转变为伊/蒙混层或伊利 石过程中体积大量收缩形成粒内孔。研究区黏土矿 物成分以伊利石为主,黏土矿物集合体处常见片状、 纤维状或线型粒内孔,并沿层理方向发育(图 4b,c)。 同时,脱水后见围绕颗粒边缘的粒内孔(图 4c)。

(3) 晶间孔。晶间孔为矿物晶体生长过程中不 紧密堆积所形成的孔隙,如微球粒状黄铁矿晶簇间 存在的孔隙(图 4d)。同时包括灰岩及白云岩薄夹 层中,菱面体结构的方解石和白云石晶体边缘围成 的孔隙(图 4e,f,g)。由于晶体结构明显,孔隙边缘 平整,晶间孔具有一定的连通性。

(4)溶蚀孔。烃源岩中干酪根在热解过程中生 成有机酸,通过 H⁺和络合金属元素来影响矿物的 稳定性,在脱碳酸基作用下使得石英、长石、碳酸盐 等不稳定矿物边缘发生化学溶解形成溶蚀孔。同 时,局部热液活动促进了溶蚀孔的发育(Yuan Jing et al.,2012)。这类孔隙在泥质灰岩、含泥灰岩、灰 岩及白云岩薄夹层中最为常见,主要发生在方解石 和白云石晶间孔边缘,通常孔径较大且边缘不规则, 孔隙内常见胶状油膜充填(图 4d,e,f)。

(5)晶内孔。晶内孔是矿物颗粒内及表面存在 的孔隙空间,此类孔隙存在于碳酸盐岩矿物颗粒内, 多呈圆形或扁圆形(图4h,i)。由于此类孔隙分布 不均,孔径较小且连通性差,大量图像中未见孔隙内 有油迹。

研究区烃类以游离态形式存在,主要充填或半 充填于粒间孔或粒内孔、晶间孔及溶蚀孔内表面。 自然断面扫描电镜中,烃类颜色较浅且与颗粒之间 呈晕状接触,无清晰的界限(图 5a)。在背散射电子 图像中,烃类呈明显灰黑色,肉眼容易识别(图 5b)。 能谱分析显示烃类主要以 C 元素为主,同时混杂 Ca、O、Si、Al、Mg、K、Fe 等多种元素(图 5c,d),表明 烃类与黏土矿物和碳酸盐岩矿物呈粘附-结合态形 式存在。

3.2 低温氮气吸脱附法

低温氮气吸附脱附法是在低温液氮条件下,将吸 附质(N₂)流经测试样品,当相对压力达到1(即饱和 蒸汽压状态下)时吸附达到饱和,然后降压,温度逐步 降至室温,样品内的氮气随之脱附,通过记录整个过 程中氮气的量而计算出不同孔径下的孔隙体积。饱 和状态下仪器记录的氮气总吸附量为样品内孔隙的 总体积。挑选出 9 个泥岩类、7 个灰岩类和 3 个白云 岩类样品进行了低温氮气吸脱附实验(表 1)。测试 结果为灰质泥岩的总吸附量为 7.2105~16.5678 mL/g,平均 12.8463 mL/g;含灰泥岩的总吸附量为 8.4133~12.8550 mL/g,平均 11.0783 mL/g;泥岩类 的总吸附量平均 12.2570 mL/g。7 个灰岩类样品岩 性均为灰质泥岩, 总吸附量为 5.6938~11.447 mL/ g,平均 9.2011 mL/g。白云岩类的总吸附量为 8.7132~18.1395 mL/g,平均 13.8068 mL/g。根据 总吸附量对比,泥质白云岩和含泥白云岩的总孔体积 整体较大,其次为灰质泥岩和含灰泥岩,泥质灰岩 较差。

在低温氮气吸脱附实验中,随着相对压力逐渐 增大,氮气在样品孔壁内依次发生单层分子-多层分 子-毛细孔冷凝现象。受到微观孔隙形态和结构的 影响,氮气在降压脱附过程中若出现滞后现象,脱附 曲线将无法与吸附曲线重合,形成滞后回线。因此, 可以通过吸附-脱附等温线形态研究样品的微观孔 隙结构。在微观材料学中,Brunaner et al. (1940) 提出 I 型到 V 型 5 种吸附-脱附等温线类型。De Boer(1958)将吸附-脱附等温线划分为 A、B、C、D 和 E 等 5 类。本次研究中采用 IUPAC 提出的分类标 准研究页岩油储层微观孔隙结构,即将滞后回线分 为 H_1 型、 H_2 型、 H_3 型、 H_4 型(Sing et al., 1985; Rouquerol et al., 1999)。

本次分析的 19 件样品在相对压力为 1 时,吸附 曲线上扬,表明样品中存在较大孔隙,吸附过程中孔 隙的最大孔径已超出可测算的 50 nm 孔径范围。 19 件样品的脱附曲线均出现不同程度的滞后现象, 大致可分为 3 类(图 6):

(1) I类包括灰质泥岩、含灰泥岩和泥质灰岩在内的8个样品。在相对压力0.497~0.535 时脱附曲线出现明显拐点,表明氮气在此时大量脱出,纵轴氮气总体积量下降明显(图 8a)。根据标准孔隙等效模型相对压力与孔径对应表,拐点处相对压力下孔隙孔径大致在13.7~22 nm,相对压力0.4 时对应孔径(多



图 4 东营凹陷沙河街组场发射环境扫描电镜图像下的微观孔隙特征

Fig. 4 Micro-pore characteristics in FESEM images of Shahejie Formation in Dongying sag

(a) 一粒间孔, 氯离子抛光样品, Fy1 井, 3047.98 m; (b) 一粒间孔和粒内孔, 氯离子抛光样品, Fy1 井, 3110.9 m; (c) 一方解石粒缘泥质收 缩粒内孔, 自然断面样品, Fy1 井, 3030.5 m; (d) 一霉球状黄铁矿晶间孔, 氯离子抛光样品, Ly1 井, 3589.3 m; (e) 一白云石晶间孔和溶蚀 孔,白云岩薄层氩离子抛光样品, Fy1 井, 3433.3 m; (f) 一方解石晶间孔和溶蚀孔, 方解石条带氩离子抛光样品, Fy1 井, 3360.44 m; (g) 一 白云石晶间孔和溶蚀孔, 自然断面样品, Ny1 井, 3428.43 m; (h) 一方解石晶内孔, 图像测量孔径分别为 206.4 nm 和 230.7 nm, 自然断面 样品, Ny1 井, 3332.5 m; (i) 一白云石晶内孔, 氩离子抛光样品背散射电子图像, Fy1 井, 3191.59 m

(a)—Inter-particle pores, Ar-ion polishing sample, well Fy1, 3047. 98 m; (b)—inter-particle and intra-particle pores, Ar-ion polishing sample, well Fy1, 3110. 9 m; (c)—intra-particle pores around calcite edge, natural sectional sample, well Fy1, 3030. 5 m; (d)—mold spherical pyrite inter-crystal pores, Ar-ion polishing sample, well Ly1, 3589. 3 m; (e)—dolomite inter-crystal pores and dissolved pores, dolomite thin layer Ar-ion polishing sample, well Fy1, 3433. 3 m; (f)—calcite inter-crystal pores and dissolved pores, calcite stripe Ar-ion polishing sample, well Fy1, 3360. 44 m; (g)—dolomite inter-crystal pores and dissolved pores, natural sectional sample, well Ny1, 3428. 43 m; (h)—calcite intra-crystal pores, image measuring diameters of 206. 4 nm and 230. 7 nm, natural sectional sample, well Ny1, 3332. 5 m; (i)—dolomite intra-crystal pores, Ar-ion polishing backscattered electron image, well Fy1, 3191. 59 m

层-单层脱附孔径临界点)大致在 3~4 nm(Yan Jimin et al.,1986)。因而此类样品的孔隙孔径主要分布在 5~10 nm,0~10 nm 孔体积比例高达 70%,10~20 nm 孔体积比例在 9.62%~17.66%(表 1)。I类吸附-

脱附等温线同时具有 H₂和 H₃型曲线形态,借鉴 Kelvin 提出的毛细凝聚理论方程和 De Boer(1958)的 模型解释成果,此类样品同时包含以细颈瓶状(墨水 瓶状)和平行板状为主的多形态孔隙。



图 5 东营凹陷沙河街组场发射扫描电镜图像下的烃类赋存特征及能谱

Fig. 5 Hydrocarbon occurrence characteristics in FESEM images and energy spectrum of Shahejie Formation in Dongying sag (a)一溶蚀孔充填油迹,自然断面样品,Fy1井,3382m;(b)一粒内孔及溶蚀孔内充填油迹,背散射电子图像,Fy1井,3114.19m;

(c)-(a)图像能谱确认;(d)-(b)图像能谱确认

(a)-Dissolved pores is full of oil, natural sectional sample, well Fy1, 3382 m; (b)-intra-particle pores and dissolved pores is full of oil, backscattered electron image, well Fy1, 3114.19 m; (c)-energy spectrum of (a) image; (d)-energy spectrum of (b) image

Table 1 – Nitrogen adsorption experiment result of Shahejie Formation shale samples in Dongying sag									
岩性	层位	样品编号	总吸附量	DFT 法孔	总孔体积	车 泪 化 米 刑			
			(mL/g)	$0\!\sim\!10$ nm	$10\!\sim\!20~\mathrm{nm}$	$20\sim 50$ nm	(mL/g)	守温线失望	
灰质泥岩	Es ^x	N-1	15.6355	0.0145/70.56	0.0033/16.25	0.0027/13.19	0.0206	Ι	
		N-2	10.459	0.0106/75.11	0.0020/13.91	0.0016/10.98	0.0142	Ш	
		N-3	7.2105	0.0061/68.24	0.0018/20.83	0.0010/10.93	0.0089	Ш	
	Es_4^s	N-4	14.4475	0.0162/82.90	0.0019/9.62	0.0015/7.48	0.0196	Ι	
		N-5	16.5678	0.0175/82.41	0.0028/13.16	0.0009/4.43	0.0213	Ι	
		N-6	12.7576	0.0109/68.29	0.0029/17.98	0.0022/13.73	0.0159	Ш	
含灰泥岩	Es ^x	N-7	12.855	0.0131/78.55	0.0019/11.52	0.0017/9.92	0.0167	Ι	
		N-8	8.4133	0.0066/63.92	0.0022/21.54	0.0015/14.54	0.0104	Ш	
		N-9	11.9666	0.0075/56.56	0.0036/26.92	0.0022/16.53	0.0133	Ш	
泥质灰岩	Es ^x	N-10	8.592	0.0085/76.61	0.0017/15.37	0.0009/8.02	0.0111	Ι	
		N-11	9.901	0.0067/59.87	0.0024/21.39	0.0021/18.74	0.0112	Ш	
		N-12	10.6659	0.0091/74.01	0.0022/17.66	0.0010/8.33	0.0122	Ι	
	Es_4^s	N-13	7.9601	0.0089/82.79	0.0015/13.76	0.0004/3.45	0.0108	Ι	
		N-14	10.148	0.0119/85.83	0.0013/9.74	0.0006/4.43	0.0139	Ι	
		N-15	5.6938	0.0047/67.82	0.0014/20.51	0.0008/11.67	0.0070	П	
		N-16	11.447	0.0088/61.34	0.0039/27.50	0.0016/11.16	0.0143	Ш	
泥质白云岩	Es_4^x	N-17	18.1395	0.0049/26.85	0.0055/30.13	0.0078/43.01	0.0182	Ш	
	Es_4^s	N-18	8.7132	0.0016/16.76	0.0036/38.01	0.0042/45.23	0.0094	Ш	
含泥白云岩	Es_4^s	N-19	14.5677	0.0038/26.94	0.0042/29.56	0.0061/43.50	0.0141	Ш	

表 1 东营凹陷沙河街组样品氮气吸附实验结果



636



of Shahejie Formation samples in Dongying sag (a)— I 类(脱附曲线拐点处,未脱出氮气量占总氮气量的比例大 于 50%);(b)— II 类(脱附曲线拐点处,未脱出氮气量占总氮气量 比例在 30%~50%;(c)—II 类(脱附曲线无明显拐点)

(a)— I class (at the turing point of desorption isotherms, undesorption nitrogen amount ratio of nitrogen total amount is greater than 50%);(b)— II class (at the turing point of desorption isotherms, undesorption nitrogen amount ratio of nitrogen total amount is $30\% \sim 50\%$); (c)—II class (no turing point of desorption isotherms)

(2) II 类包括灰质泥岩、含灰泥岩和泥质灰岩在 内的 8 个样品。较 I 类曲线拐点幅度稍小,脱附曲 线较为平缓。在相对压力 0.5 左右氮气脱附量偏 少,DFT 方程解释 0 ~ 10 nm 孔体积比例在 56.56%~68.29%,略小于同孔径分布下 I 类样品 的孔隙体积比例; 10 ~ 20 nm 孔体积比例在 20.51%~26.92%,高于 I 类样品的比例; 20~50 nm 孔体积比例也总体高于 I 类样品。孔隙形态以 细颈瓶状(墨水瓶状)和平行板状槽状孔为主。

(3)Ⅲ类为白云岩类的3个样品,吸附-脱附等 温线形态与泥岩类和灰岩类等温线形态差异大。氮 气脱附过程中滞后现象较弱,滞后回线符合H₃型等 温线形态,反映出白云岩类孔隙主要为平行板状孔, 且孔隙开放程度相对较高,孔隙间连通性较好。10 ~20 nm 孔体积比例在29.56%~38.01%,20~50 nm 孔体积比例在43.01%~45.23%,反映出此孔 径范围内的孔隙比Ⅰ类和Ⅱ类中泥岩类和灰岩类的 孔隙发育好。

结合岩石矿物学特征,本区白云岩类微孔孔隙 发育最好,且连通程度高,其次为泥岩类孔隙,灰岩 类的孔隙发育较差。孔径较大的细颈瓶状(墨水瓶 状)孔隙有利于烃类充注,平板状孔隙与其相连通, 起到很好的疏导作用,有利于页岩油的流动。

3.3 高分辨率背散射电子图像法定量统计

3.3.1 不同岩性的定量特征

定量分析共选取 10 个泥岩类、8 个灰岩类和 3 个白云岩类样品(表 2)。结果表明不同岩性的孔隙 类型、孔隙分布、孔径大小及面孔率存在较大差异。

(1)灰质泥岩:灰质泥岩的面孔率在 6.11%~ 11.42%,平均8.54%。扫描电镜图像中多见粒间 孔、粒内孔和溶蚀孔3种孔隙,部分样品中见黄铁矿 晶间孔和方解石晶内孔。泥质碎片多包裹较大颗粒 的方解石或白云石,因此图像中未见方解石与白云 石晶间孔。由于泥级颗粒含量较高,粒间孔和粒内 孔分布广泛,孔隙数目分别占 5.67%~56.45%和 31.27%~49.32%,平均分别为40.28%和 40.57%。同时,这两类孔隙的面孔率贡献明显,平 均分别为 31.26%和 32.98%。另一部分面孔率贡 献来自于溶蚀孔。溶蚀孔的孔隙数目仅占总量的 13.24%,但孔隙的孔径较大,从几百纳米到微米级 孔径不等,面孔率贡献占34.71%。晶间孔和晶内 孔孔径较小且视域内局部发育,面孔率贡献微小。 灰质泥岩的总孔隙中,孔径小于 100 nm 的孔隙占 35.25%, 100~200 nm 和 200~300 nm 的孔隙分 别占 22.46%和 13.01%, 200~1000 nm 的孔隙随 孔径逐渐增大呈递减式分布。大于 1000 nm 的孔 隙占总量的 5.64%。

(2)含灰泥岩:含灰泥岩的孔隙分布特征与灰质 泥岩相似。3个样品的面孔率在 6.18%~8.3%,平 均 6.97%。粒间孔与粒内孔为最主要的孔隙类型, 孔隙数目占总量的 44.68%和 47.73%。其次为方





解石、白云石和黏土矿物边缘的溶蚀孔,孔隙比例占 4.08%。晶间孔和晶内孔发育较少。观察发现不同 样品中,同一种孔隙的孔径集中范围有所差异,面孔 率贡献比例差异较大,这与深埋条件下沉积压实作 用和成岩演化有关。面孔率贡献大的孔隙为粒间 孔、溶蚀孔和粒内孔,平均面孔率贡献分别为 42.65%、32.38%和 21.18%。含灰泥岩的总孔隙 中,孔径小于 100 nm 的孔隙占 52.65%,主要为晶 内孔、晶间孔和粒内孔;100~1000 nm 的孔隙占 44.04%;孔径大于 1000 nm 的孔隙仅占 3.31%,包 括长径达微米级的粒内孔和溶蚀孔。

(3)泥质灰岩:泥质灰岩电镜照片中,方解石晶体颗粒明显增多但自形程度较差,见局部方解石胶结,泥质碎片完全包覆方解石颗粒,或半充填在晶间孔和溶蚀孔中。7 个样品面孔率在 3.66% ~

6.64%,平均 5.05%。粒间孔为最主要的孔隙类型,孔隙数目占 35.06%~78.64%,平均 58.84%; 面孔率贡献显著,平均 39.46%。黏土矿物层间的 粒内孔较泥岩类样品有所减少,孔隙数目占 5.6% ~ 36.78%,平均 21.48%,面孔 率贡献平均 36.56%。溶蚀孔含量较泥岩类有所增加,孔隙数目 占总量的 8.46%,具有一定的面孔率贡献,平均为 20.43%。同时,视域内黄铁矿和方解石的晶间孔、 方解石晶内孔含量有所增加,分别占孔隙数的 4.97%和 6.24%,但面孔率贡献微小。泥质灰岩总 孔隙中,孔径小于 100 nm 的孔隙占 47.77%,100~ 200 nm 的比例占 24.65%,200~300 nm 的孔隙占 11.4%,大于 1000 nm 的孔隙仅占总量的 1.36%。

(4) 灰岩: 薄片和电镜观察泥质灰岩样品时, 可 见厚度在 0.01 mm 左右的灰质纹层。电镜下放大

表 2 东营凹陷沙河街组微观孔隙定量分析

岩性	层位	样品编号	孔隙数	面孔率	孔隙数比例(%)/面孔率贡献(%)				
			(个)	(%)	粒间孔	粒内孔	晶间孔	溶蚀孔	晶内孔
	Es ^x ₃	F-1	2098	11.25	34.37/29.96	49.32/19.38	0/0	0.26/50.58	16.05/0.09
灰质泥岩		F-4	3388	7.87	39.63/26.30	43.46/33.16	6.20/3.30	9.53/37.10	1.18/0.13
		F-5	2582	7.44	45.40/45.03	49.06/28.63	2.60/2.02	2.94/24.33	0/0
	Es_4^s	F-2	6189	6.11	51.57/47.95	39.73/27.00	0/0	5.69/24.88	3.01/0.16
		F-3	3554	11.42	48.88/10.60	33.68/66.37	3.00/1.14	14.45/21.89	0/0
		F-6	6634	9.11	5.67/5.60	37.49/23.38	0/0	56.84/71.02	0/0
		F-7	6672	6.59	56.45/53.41	31.27/32.93	8.94/0.30	2.94/13.20	0.40/0.15
含灰泥岩	Es_3^x	F-8	7998	6.44	57.90/13.98	32.93/41.93	0.51/0.31	2.73/43.48	5.93/0.31
	E S	F-9	2491	6.18	59.17/90.61	33.88/2.10	0/0	6.95/7.28	0/0
	E <i>s</i> ₄	F-10	4047	8.30	16.98/23.37	76.39/19.52	1.72/10.60	2.57/46.39	2.34/0.12
泥质灰岩	Es_3^x	F-11	4584	4.64	35.06/48.06	20.63/12.72	18.76/0.86	22.70/38.36	2.85/0
		F-12	4100	5.50	54.07/39.09	36.78/39.09	6.92/4.91	1.46/16.91	0.77/0
		F-13	858	3.71	78.64/91.11	20.70/8.89	0/0	0/0	0.66/0
		F-14	3186	6.64	74.72/10.24	5.60/76.36	0/0	0.38/12.35	19.30/1.05
		F-15	4392	3.66	64.95/21.86	18.40/59.29	0.65/0.82	5.05/17.76	10.95/0.27
	Es_4^s	F-16	3607	6.13	45.61/26.43	26.77/23.00	3.51/11.75	21.19/37.19	2.92/1.63
卡马	Es_3^x	F-17	3003	0.54	3.20/11.12	2.40/11.11	93.40/35.18	1.00/42.59	0/0
灰石	Es_3^x	F-18	1338	0.51	6.65/13.73	19.59/9.80	73.18/23.53	0.59/52.94	0/0
泥舌白三当	Es_3^x	F-19	902	15.16	13.04/19.06	59.08/66.62	8.84/14.05	0/0	19.04/0.26
ル灰日ム石	Es_4^s	F-20	3372	11.27	22.11/34.87	30.18/14.91	0/0	3.74/49.33	43.98/0.89
含泥白云岩	Es_4^s	F-21	6056	10.06	0/0	0/0	89.99/85.19	1.25/14.71	8.76/0.10

Table 2 Microscopic pore quantitative analysis of Shahejie Formation in Dongying sag

观察灰质纹层面,岩性即为灰岩。灰岩的方解石胶 结非常严重,晶间孔不发育且孔径小。通过定量分 析,2个样品的面孔率仅为0.51%和0.54%。孔隙 类型主要为溶蚀孔及晶间孔。溶蚀孔主要为在晶间 孔基础上,方解石部分溶蚀形成溶蚀扩大孔。溶蚀 孔孔 径 范 围 在 100 ~ 500 nm,面 孔 率 贡 献 为 47.17%。晶间孔占总量的82.81%,面孔率贡献为 30.19%。灰岩的总体孔径小于 100 nm 孔隙占 到 76.9%。

(5)泥质白云岩:通过扫描电镜分析,2 个泥质 白云岩样品面孔率分别为 15.16%和 11.27%,平均 13.22%。孔隙类型主要为粒内孔和溶蚀孔。由于 泥质较高,泥质片理内的粒内孔有利于酸性流体运 移并进一步发生溶蚀,在电镜图像中见胶状流体充 填。粒内孔面孔率最大,平均 40.76%,孔隙数目占 44.63%;其次为 白云石溶蚀孔,平均面孔率 24.67%。泥质白云岩的总体孔径中,小于 100 nm 的孔隙占 42.31%;100 ~ 1000 nm 的孔隙占 45.57%;孔径大于 1000 nm 的孔隙占总量的 12.12%,其中分布于 1~2 μ m 的孔隙数量最多,占 总孔隙数的 5.56%。

(6)含泥白云岩:本次研究仅取到1个含泥白云 岩样品,样品面孔率为10.6%。通过扫描电镜分 析,孔隙类型为白云石的溶蚀孔、晶间孔和晶内孔 3 种。晶间孔数目比例接近 90%,面孔率贡献 85.19%,孔径最大1783 nm,平均 534 nm。溶蚀孔 面孔率较大,贡献率在14.71%,孔径最大达到 7286 nm,平均孔径为 2816 nm。白云石晶内孔数目仅占 8.76%,孔径全部分布在100 nm 以下,因此面孔率 为 0.1%。从总孔隙来看,孔径小于100 nm 的孔隙 比例在 28.99%,分布于100~1000 nm 的孔隙占 66.05%,几百纳米至微米级的孔隙发育量明显高于 泥岩类和灰岩类样品。

泥岩类、灰岩类和白云岩类的平均面孔率分别 为 8.07%、3.92%和 12.16%。从孔隙的孔径分布 上,所有样品的孔隙分布峰值均表现在孔径 50~ 300 nm 间,对比不同区间内的孔隙比例,白云岩类 孔隙总体优于泥岩类和灰岩类,微米级孔隙较多。 综上表明,云岩类微孔孔隙发育最好,其次为泥岩类 孔隙,灰岩类的孔隙发育较差,该结论与氮气吸脱附 实验结论相符。

3.3.2 不同孔隙类型的定量特征

不同的孔隙类型、孔隙数目、孔隙孔径和连通方 式是决定液态烃类赋存的关键因素。东营凹陷沙河 街组页岩油储层中泥质和灰质含量高,在泥质含量大 于 25%的样品中,粒间孔和粒内孔孔隙数目高达 60%~90%(表 2)。粒间孔孔径集中在 300 nm 以下, 粒内孔孔径集中在 100~700 nm(图 7a)。电镜中以 伊利石为主的泥质碎片包覆晶体密集且连片分布,在 微观尺度上原生粒间孔不仅是液态烃的有利储集空 间,与晶间孔和溶蚀孔紧密接触的管束状粒内孔可为 液态烃类排运提供通道。除胶结现象严重的个别样 品外,其余样品中均含有 0.26%~56.84%。方解石 或白云石溶蚀孔的主要分布区间在 100~500 nm 和 1 ~4 μm,最大可达到 10 μm(表 2,图 7a)。

晶间孔由于矿物基质的不同体现出不一样的孔 隙特征:①在泥岩类或灰岩类中,晶间孔以方解石晶 间孔为主。由于泥质及灰质分布具有明显的非均质 性,灰质发生不同程度的重结晶和胶结现象,不同岩 性或矿物含量的晶间孔大小、孔径和丰度均存在差 异,整体方解石晶间孔的孔径集中分布在 200 nm 以下,峰值小于 60 nm(图 7b)。②白云石含量大于 50%的白云岩样品中,晶形较完整的白云石晶簇不 紧密堆积,内存孔隙边缘平整的白云石晶间孔,常见 泥质碎片充填或半充填其中,故此类晶间孔发育程 度不稳定,最大数目可达到总体的 90%以上。孔隙 集中分布在 100~700 nm 以及 1~3 μm 范围内。 ③黄铁矿含量整体较少,在视域范围内不规则分布, 孔径峰值在 100~400 nm,但各样品中的孔隙数目 均不超过 1%。

研究认为,粒间孔、粒内孔、白云石晶间孔和溶蚀 孔(包括白云石和方解石)孔径较大且发育程度高,孔 径集中在 100~3000 nm,电镜下可见液态烃类呈胶 状粘连分布或充填于孔隙内壁,这几类孔隙具备赋存 烃类、沟通微观孔隙和改善渗透性的能力,是页岩油 储层的有利储集空间类型。矿物晶体晶面或内部的 晶内孔,孔隙发育数目占 1.46%~27.66%,该类孔隙 呈孤立状分布且连通性较差,孔径均小于 300 nm,孔 径峰值表现在 60 nm 以下,孔径虽大于甲烷分子直 径,自然断面及氩离子抛光电镜观察中均未见烃类赋 存,视为页岩油储层中的无效孔隙。

4 微观孔隙特征的影响因素

4.1 矿物成分及含量

根据东营凹陷沙河街组储层的 X 衍射分析,成 分包括黏土矿物、石英、斜长石、钾长石、方解石、黄 铁矿,其中以黏土矿物和方解石含量最高,含量分别 为 47.57%~58.5%和 30.36%~38.45%。低温氮 气吸附实验分析显示,氮气的吸附总量与黏土矿物 含量及泥质含量均呈正相关关系,表明在孔径分布 小于 400 nm 的孔隙中,包括黏土矿物在内的泥质 级矿物颗粒有利于纳米级孔隙的发育,孔隙总体积 增大,页岩油的储存能力增强(图 8a,b)。另一方 面,在干酪根热降解生烃机理的研究中,黏土矿物对 有机质生烃反应具有催化作用,生烃过程中产生的 有机酸有利于次生孔隙形成,进一步增进了纳米级 孔隙的发育(Yang Bo et al.,2009;Fan Fu et al., 2011)。

氮气的吸附总量与方解石含量成负相关,方解 石的存在不利于分布集中、孔径较大的孔隙形成(图 8c)。由于方解石胶结作用和重结晶作用明显,使得 方解石晶间孔不发育,方解石晶内微孔孔径较小,对 面孔率的贡献小。小孔隙直径、孤立不连通孔隙均 不利于烃类的渗流,含有大量此类孔隙的储层容易 对烃类形成分子筛效应。因此,沙河街组页岩储层 的主要岩性当中,灰质泥岩和含灰质泥岩的孔隙发 育较好,泥质灰岩较差,灰岩薄夹层的孔隙发育 最差。

白云石含量与氮气吸附总量相关性不明显(图 8d)。电镜观察显示,白云石自形程度高,晶形一般 较好,白云石颗粒堆积有利于形成孔径在几百纳米 至微米级的连通孔隙,有效地改善了页岩的储集 性能。

4.2 有机质生排烃

前人对东营凹陷有机储集层研究,认为,沙三下 段储层大量生烃并进行排烃的深度大约在 3000m, 在 2500m 深度开始出现有机质-黏土-碳酸盐混合体 演化孔隙 (Jarvie et al., 2007; Christopher and Scott, 2012; Zhang Linye et al., 2015)。生排烃作 用对微观孔隙的影响主要表现在两个方面:①有机 质在生排烃过程中,会产生局部异常高压,形成泥质 粒间异常高压缝(隙);同时造成自身体积减小,形成 收缩缝或者内部微裂缝(隙)(Xue Lianhua et al., 2015)。②油气生成过程中伴随着大量有机酸的排 出,东营凹陷页岩油储层的有机酸形式以游离态为 主,成分主要包括甲酸、乙酸和草酸。有机酸对不稳 定矿物产生溶蚀作用,增进了次生孔隙的发育。这 不仅仅是对页岩油储层本身的孔隙结构产生影响, 也将对储层的成岩过程和物性改变产生重要影响 (Zhu Xiaomin et al. ,2007)

4.3 热液作用

许多证据表明济阳坳陷深部热液活动曾十分活 跃,不仅提供热能,对黏土矿物的转化具有重要作用 (Yue Fusheng et al.,2003)。胜利油区埋藏成岩过



图 8 东营凹陷沙河街组氮气吸附总量与不同矿物含量关系 Fig. 8 Nitrogen adsorption amount and mineral content relationship of Shahejie Formation in Dongying sag



图 9 东营凹陷沙河街组热液矿物场发射环境扫描电镜图像

Fig. 9 Hydrothermal mineral in FESEM images of Shahejie Formation in Dongying sag

(a)一自生石英,背散射电子图像,Ny1井,3428.43 m;(b)一重晶石条带,Ny1井,3443.55 m;(c)一天青石,背散射电子图像,Fy1井,3434.64 m

(a)—Authigenic quartz, backscattered electron image, well Ny1, 3428.43 m;(b)—barite stripe, well Ny1, 3443.55 m;

(c)—celestite, backscattered electron image, well Fy1, 3434.64 m

程中高岭石转变为伊利石、石英次生加大、铁白云石 胶结及交代均是深部热流体上升交代的结果,而不 是埋藏作用下地热梯度效应所致(Liu Zerong et al.,1988; Zhou Zili and Lü Zhengmou,1990)。扫 描电镜观察,在 Fy1 井和 Ny1 井中均可见热液矿 物,通过能谱分析辨别成分及含量,发现种类有自生 石英、金红石、天青石、磷灰石、菱锶矿、硅质胶结构 及重晶石条带等(图 9)。Ny1 井发育白云岩薄层, 孔隙主要为晶间孔和溶蚀孔,热液白云岩化有利于 形成大量的白云石晶间孔。配合着有机质生排烃产 生的有机酸,深部酸性含矿热液进入储层后,能够溶 解碳酸盐岩、长石等硅酸盐矿物形成次生孔隙,最终 演变为本区原生和次生孔隙为主的储集空间系统 (Wu Fuqiang et al.,2003; Yuan Jing et al.,2007, 2012)。

5 结论

(1)应用场发射环境扫描电镜系统观察渤海湾 盆地东营凹陷沙河街组沙四上亚段(Es*)和沙三下 段(Es*)页岩油储层中的微观孔隙,页岩油储层中发 育粒间孔、粒内孔、晶间孔、溶蚀孔和晶内孔等5种 类型,其中粒间孔和粒内孔发育最为广泛。

(2)通过低温氮气吸脱附实验分析,渤海湾盆地 东营凹陷沙河街组页岩白云岩类的总吸附量最大, 孔隙形态为平板状,连通性较好,孔隙发育最好。泥 岩类吸附量大于灰岩类,孔隙形态以细颈瓶状(墨水 瓶状)孔隙和平板状孔隙为主。

(3)通过高分辨率氩离子抛光背散射电子图像 进行孔隙定量分析,渤海湾盆地东营凹陷沙河街组 页岩白云岩类的面孔率最大,其次为泥岩类,灰岩类 面孔率最小。粒间孔、粒内孔、白云石晶间孔、溶蚀 孔孔隙最好,孔径集中在 100~3000 nm,这几种孔 隙有利于页岩油的储集和渗流。晶内孔的孔径小, 对面孔率的贡献微小且孔内未见油迹,是页岩油的 无效储集空间。

(4)渤海湾盆地东营凹陷沙河街组页岩中泥质 含量和方解石含量高,黏土矿物及泥级矿物颗粒有 利于页岩微孔发育,方解石的胶结作用和重结晶作 用不利于微孔发育。有机质生排烃和热液作用增进 了次生孔隙的形成,有效改善了储层的储集性。

References

- Ambrose R J, Hartman R C, Sondergeld C H. 2010. New porescale considerations for shale gas in place calculations. Society of Petroleum Engineers Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, February 23 ~ 25, SPE Paper 131772.
- Brunauer S, Emmett P H, Teller E. 1940. On a theory of the Vander Waals adsorption of gases. Journal of the American Chemical, 62: 1723~1732.
- Bustin R M, Bustin A M, Cui X, Ross D J, Murthy P V. 2008. Impacts of shale properties on pore structure and storage characteristics. Shale Gas Production Conference, Fort Worth, TX, November 16~18,SPE Paper 119892.
- Chalmers G R. Bustin R M. Power I M. 2012. Characterization of gas shale pore systems by porosimetry, pycnometry, surface area, and field emission scanning electron microscopy/ transmission electron microscopy image analyses. Examples from the Barnett, Woodford, Haynesville, Marcellus, and Doig units. AAPG Bulletin,96(6):1099~1119.
- Charlez P A. 2014. Conditions for an economical and acceptable development if unconventional resources out of North America. 11th Middle East Geosciences conference and exhibition.
- Christopher J M, Scott G L. 2012. Estimation of kerogen porosity in source rocks as a function of thermal transformation: example from the Mowry shale in the Powder River Basin of Wyoming. AAPG Bulletin, 96(1): 87~108.
- Curtis M E, Sondergeld H, Ambrose R J, Rai C S. 2012. Microstructural investigation of gas shales in two and three dimensions using nanometer-scale resolution imaging. AAPG Bulletin, 96(4): 665~677.

- Cusack C, Beeson J, Stoneburner D. 2010. The discovery, reservoir attributes and significance of the Hawkville field and Eagle Ford shale trend, Texas: Gulf Coast Association of Geological Societies Transactions,60:165~179.
- De Boer J H. 1958. The Shape of Capillaries. The Structure and Propertied of Porous Materials, Everettdh, Stonefs. London: Butterworth-Heinemann.
- Fan Fu, Cai Jingong, Xu Jinli, Bao Yujin. 2011. Original preservation of different organic micro-components in the muddy source rock. Journal of Tongji University (natural science), 11(1):68~72 (in Chinese with English Abstract).
- He Jianhua, Ding Wenlong, Fu Jinglong, Li Ang, Dai Peng. 2014. Study on genetic type of micropore in shale reservoir. Lithologic Reservoirs,26(5):30~35.
- Hentz T F, Ruppel S C. 2010. Regional lithostratigraphy of the Eagle Ford shale: Maverick basin to the east Texas basin. Gulf Coast association of Geological Societies Transactions, 60: $325{\sim}337.$
- Jarvie D M, Hill R J, Ruble T E, Pollastro R M. 2007. Unconventional shale-gas systems: The Mississippian Barnett Shale of north-central Texas as one model for thermogenic shale-gas assessment. AAPG Bulletin, 91(4): 475~499.
- Jia Chengzao, Zheng Min, Zhang Yongfeng. 2012. Unconventional hydrocarbon resources in China and the prospect of exploration and development. Petroleum Exploration and Development, 39 (2):129~136 (in Chinese with English Abstract).
- Jiao Kun, Yao Suping, Wu Hao, Li Miaochun, Tang Zhongyi. 2014. Advances in characterization of pore system of gas shales. Geological Journal of China Universities, 20(1):151~ 161 (in Chinese with English Abstract).
- Keller L M, Holzer L, Wepf R, Gasser P. 2011. 3D geometry and topology of pore pathways in Opalinus clay: Implications for mass transport. Applied Clay Science, 52:85~95.
- Keller L M, Schuetz P, Erni R, Rossell M D, Lucas F, Gasser P, Holzer L. 2013. Microporous and Mesoporous Materials, 170: 83~94.
- Kinley T J, Cook L W, Breyer J. A. 2008. Hydrocarbon potential of the Barnett Shale (Mississippian), Delaware Basin, west Texas and southeastern New Mexico. AAPG Bulletin,92(8): 967~991.
- Kuila U M, Prasad. 2013. Specific surface area and pore-size distribution in clays and shales. Geophys Prospect, 61: 341 \sim 62.
- Li Juyuan. 2013. Analysis on mineral components and frangibility of shales in Dongying depression. Acta Sedimentologica Sinica,31 (4):616~620 (in Chinese with English Abstract).
- Li Sumei, Pang Xiongqi, Liu Keyu, Jin Zhijun. 2006. Characteristics and application of total scanning fluorescence for oils and reservoir rock extracts from the Dongying depression. Acta Geologica Sinica, 80 (3): 439 ~ 445 (in Chinese with English Abstract).
- Liu Hua, Jing Chen, Jiang Youlu, Song Guoqi, Yu Qiangqian, Feng Yuelin. 2016. Characteristics and genetic mechanisms of overpressure in the depressions of Bohai Bay basin, China. Acta Geologica Sinica(English Edition),90(6):2216~2228.
- Liu Huimin, Zhang Shoupeng, Wang Pu, Wang Weiqing, Zhu Rifang, Liu Hongying. 2012. Lithologic characteristics of lower Es_3 shale in Luojia area, Zhanhua sag. Petroleum Geology and Recovery Efficiency, 19(6): 11 ~ 15 (in Chinese with English Abstract).

- Liu Zerong, Xin Quanlin, Wang Yongjie, Xu Piqin, Zhang Xiaofeng. 1988. Formation conditions and distribution regularities of oil-gas pools in tertiary volcanic rocks in the western part of the Huimin depression. Acta Geologica Sinica, (3):210~222 (in Chinese with English Abstract).
- Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, Hammes U. 2012. Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores. AAPG Bulletin,96,(6):1071~1098.
- Loucks R G, Reed R M, Ruppel S C, Jarvie D M. 2009. Morphology, genesis, and distribution of nanometer-scale pores in siliceous mudstones of the Mississippian Barnett shale. Journal of Sedimentary Research, 79(12):848~861.
- Milner M, Mclin R, Petriello J. 2010. Imaging textrue and porosity in mudstones and shales. Comparison of secondary and ion milled backcatter SEM methods in Canadian Unconventional Resources & International Petroleum Conference, Alberta, Canada: Canadian Society for Unconventional Gas. SPE Paper 138975.
- Mohamed O A. 2015. Quantitative and qualitative evaluation of micro-porosity in Qusaiba Hot Shale, Saudi Arabia. Unconventional Resources Technology Conference, San Antonio, Texas, July 20~22. SPE Paper 178573.
- Nelson P H. 2009. Pore throat sizes in sandstones, tight sandstones, and shales. American Association of Petroleum Geologists Bulletin,93:1~13.
- Nie Haikuan, Tang Xuan, Bian Ruikang. 2009. Controlling factors for shale gas accumulation and prediction of potential development area in shale gas reservoir of South China. Acta Petrolei Sinica, 30 (4): 484 ~ 491 (in Chinese with English Abstract).
- Nie Haikuan, Zhang Jinchuan. 2011. Types and characteristics of shale gas reservoir: A case study of Lower Paleozoic in and around Sichuan Basin. Petroleum Geology & Experiment, 33 (3):219~232 (in Chinese with English Abstract).
- Passey Q R, Bohacs K M, Esch W L, Klimentidis R, Sinha S. 2010. From oil-prone source rock to gas-producing shale reservoir. Geologic and petrophysical characterization of unconventional shale gas reservoirs, SPE Paper 131350.
- Rouquerol F, Rouquerol J, Sing K S. 1999. Adsorption by powders & porous solids: principles, methodology and applications. London: Academic Press.
- Saidian M, Kuila U, Rivera S, Godinez L J, Prasad M. 2014. Porosity and pore size distribution in mudrocks. a comparative study for Haynesville, Niobrara, Monterey and Eastern European Silurian Formation, Unconventional Resources Technology Conference: SPE Paper 1922745.
- Sing K S, Everett D H, Haul R A, Moscou L, Pierotti R A, Rouquérol J, Siemieniewska T. 1985. Reporting physisorption data for gas/ solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). Pure and Applied Chemistry, 57(4):603~619.
- Slatt R M, O'Brien N R. 2011. Pore types in the Barnett and Woodford gas shales: Contribution to understanding gas storage and migration pathways in fine-grained rocks. AAPG Bulletin, 95(12): 2017~2030.
- Song Xu, Wang Sibo, CAO Taotao, Song Zhiguang. 2013. The methane adsorption features of cambrian shales in the Yangtze platform. Acta Geologica Sinica, 87 (7): $1041 \sim 1048$ (in Chinese with English Abstract).

- Sun Chao, Yao Suping, Li Jinning, Liu Biao. 2016. The characterization of shale oil reservoir in Dongying sag. Geological Review, 89(5):970~978 (in Chinese with English abstract).
- Wang Min, Shi Lei, Wang Wenguang, Huang Aihua, Chen Guohui, Tian Shansi. 2014. Comparative study on geochemical characteristics of shale oil between China and U. S. A. Lithologic Reservoirs, 26(3):67~73.
- Wang Yongshi, Li Zheng, Gong Jianqiang, Zhu Jiajun, Hao Yunqing, Hao Xuefeng, Wang Yong. 2013a. Discussion on an evaluation method of shale oil and gas in Jiyang depression: a case study on Luojia area in Zhanhua sag. Acta Petrolei Sinica, 34(1):83~91 (in Chinese with English Abstract).
- Wang Yongshi, Wang Weiqing, Hao Yunqing. 2013b. Shale reservoir characteristics analysis of the Paleogene Shahejie formation in Luojia area of Zhanhua sag, Jiyang Depression. Journal of Palaeogeography,15(5):657~662 (in Chinese with English Abstract).
- Wu Fuqiang, Xian Xuefu, Li Houshu. 2003. Deep reservoir forming mechanism in the upper part of the fourth member of Shahejie Formation in Bonan subsag of Shengli Oil Field. Acta Petrolei Sinica,24(1):44~48 (in Chinese with English Abstract).
- Wu Zhiping, Li Wei, Rei Yongjun, Lin Changsong. 2003. Basin evolution in the mesozoic and superposition of Cenozoic Basin in the area of the Jiyang depression. Acta Geologica Sinica,77 (2):280~286 (in Chinese with English Abstract).
- Xue Lianhua, Yang Wei, Zhong Jiaai, Xu Yong, Chen Guojun. 2015. Porous evolution of the organic — rich shale from simulated experiment with geological constrains, samples from Yanchang formation in Ordos basin. Acta Geologica Sinica, 89 (5):970~978 (in Chinese with English abstract).
- Yang Bo, Cai Zhongxian, Zhao Wenguang. 2009. Catalysis of different clay minerals to kerabitumen in hydrocarbon genesis. Journal of Chongqing Science and Technology University (natural science), 11(1):68~72 (in Chinese with English Abstract).
- Yang Feng, Ning Zhengfu, Hu Changpeng, Wang Bo, Peng Kai, Liu Huiqing. 2013. Characterization of microscopic pore structures in shale reservoir. Acta Petrolei Sinica, 34(2): 301 ~311 (in Chinese with English Abstract).
- Yuan Jing, Yuan Lingrong, Yang Xuejun, Li Chuntang. 2012.
 Diagenetic evolution modes of the deep formation of Jiyang sub-basin, Paleogene. Acta Sedimentologica Sinica, 30(2):231
 ~239 (in Chinese with English Abstract).
- Yuan Jing, Zhang Shanwen, Qiao Jun, Chen Xin. 2007. Cause of formation and dynamic mechanism in multiply medium of dissoved pores in deep formation of Dongying. Acta Sedmentologica Sinica, 25 (6): 840 ~ 846 (in Chinese with English Abstract).
- Yue Fusheng, Zhang Jinglian, Du Letian. 2003. The hydrothermal process and origin of illitation deeply in the Jiyang Depression. Petroleum Exploration and Development, 11(1): 68~72 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Jinchuan, Lin Lamei, Li Yuxi, Tang Xuan, Zhu Liangliang, Xing Yawen, Jing Tieya, Yang Shengyu. 2012. Classification and evaluation of shale oil. Earth Science Frontiers, 19(5): 322 ~331 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Linye, Bao Youshu, Li Juyuan, Li Zheng, Zhu Rifang, Jingong. 2014. Movability of lacustrine shale oil: A case study of Dongying sag, Jiyang depression, Bohai Bay basin.

Petroleum Exploration and Development, $41(6): 641 \sim 649$ (in Chinese with English Abstract).

- Zhang Linye, Li Juyuan, Li Zheng, Zhu Rifang, Zhang Shouchun, Liu Qing, Zhang Jingong, Chen Zhonghong. 2015. Development characteristics and formation mechanism of intraorganic reservoir space in lacustrine shales. Earth Science— Journal of China University of Geosciences, 40(11): 1824 ~ 1833 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Linye, Li Zheng, Li Juyuan, Zhu Rifang, Sun Xinian. 2012. Feasibility analysis of existing recoverable oil and gas resource in the Palaeogenes shale of Dongying depression. Natural Gas Geoscience, 23(1):1~13 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Shun, Chen Shiyue, Yan Jihua, Tan Mingyou, Zhang Yunyin, Gong Wenlei, Wang Guangzeng. 2015. Characteristics of shale lithofacies and reservoir space in the 3rd and 4th Members of Shahejie Formation, the west of Dongying sag. Natural Gas Geoscience, 26(2): 320~332 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Tingshan, Yang Yang, Gong Qisen, Liang Xing, Wei Xiangfeng. 2014. Characteristics and mechanisms of the micro-pores in the early palaeozoic marine shale, southern Sichuan basin. Acta Geologica Sinica, 88(9):1728~1740 (in Chinese with English Abstract).
- Zhang Xiaobo, Si Qinghong, Zuo Zhaoxi, Zhang Chao, Zhou Shuai. 2016. Characteristics and the main controlling factors of pore structure in the continental coal – shale gas reservoirs. Acta Geologica Sinica, 90 (10): 2930 ~ 2938 (in Chinese with English abstract).
- Zhou Zili, Lv Zhengmou. 1990. Burial diagenetic geothermometer and reservoir zoning characteristics of tertiary clastic rocks in Shengli oilfield, Shandong. Oil & Gas Geology, 11(2):119~ 126 (in Chinese with English Abstract).
- Zhu Guangyou, Jin Qiang, Zhang Shuichang, Dai Jinxing, Zhang Linye, Li Jian. 2004. Combination Characteristics of lake facies source rock in the Shahejie Formation, Dongying depression. Acta Geologica Sinica, 78 (3): 416 ~ 427 (in Chinese with English Abstract).
- Zhu Xiaomin, Wang Yingguo, Zhong Dakang, Zhang Qin, Zhang Zhihuan, Zhang Shanwen, Lv Xixue. 2007. Pore types and secondary pore evolution of paleogene reservoir in the Jiyang sag. Acta Geologica Sinica,81(2):197~204 (in Chinese with English Abstract).
- Zou Caineng, Zhang Guangya, Tao Shizhen, Hu Suyun, Li Xiaodi, Li Jianzhong, Dong Dazhong, Zhu Rukai, Yuan Xuanjun, Hou Lianhua, Qu Hui, Zhao Xia, Jia Jinhua, Gao Xiaohui, Guo Qiulin, Wang Lan, Li Xinjing. 2010. Geological features, major discoveries and unconventional petroleum geology in the global petroleum exploration. Petroleum Exploration and Development, 37(2): 129 ~ 145 (in Chinese with English Abstract).
- Zou Caineng, Zhu Rukai, Bai Bin, Yang Zhi, Wu Songtao, Su Ling, Dong Dazhong, Li Xinjing. 2011. First discovery of nano-pore throat in oil and gas reservoir in China and its scientific value. Acta Petrologica Sinica, 27(6): 1857 ~ 1864 (in Chinese with English Abstract).
- Zou Caineng, Yang Zhi, Cui Jingwei, Zhu Rukai, Hou Lianhua, Tao Shizhen, Yuan Xuanjun, Wu Songtao, Lin Senhu, Wang Lan, Bai Bin, Yao Jingli. 2013. Formation mechanism, geological characteristics and development strategy of nonmarine shale oil in China. Petroleum Exploration and

Development, 40 (1): 14 \sim 26 (in Chinese with English Abstract).

Zou Caineng, Yang Zhi, Zhu Rukai, Zhang Guosheng, Hou Lianhua, Wu Songtao, Tao Shizhen, Yuan Xuanjun, Dong Dazhong, Wang Yuman, Wang Lan, Huang Jinliang, Wang Shufang. 2015. Progress in China's unconventional oil & gas exploration and development and theoretical technologies. Acta Geologica Sinica, 89(6):979~1007 (in Chinese with English abstract).

参考文献

- 樊馥,蔡进功,徐金鲤,包于进.2011. 泥质烃源岩不同有机显微组 分的原始赋存状态.同济大学学报(自然科学版),39(3):434 ~439.
- 霍多特. 1996. 煤与瓦斯突出. 宋世钊,王佑安,译. 北京:中国工业 出版社.
- 何建华,丁文龙,付景龙,李昂,代鹏. 2014.页岩微观孔隙成因类型 研究.岩性油气藏,26(5):30~35.
- 贾承造,郑民,张永峰. 2012. 中国非常规油气资源与勘探开发前 景. 石油勘探与开发,39(2):129~136.
- 焦堃,姚素平,吴浩,李苗春,汤中一. 2014. 页岩气储层孔隙系统表 征方法研究进展. 高校地质学报,20(1):151~161.
- 刘泽荣,信荃麟,王永杰,徐丕琴,张晓峰. 1988. 山东惠民凹陷西部 第三纪火山岩油气藏形成条件与分布规律. 地质学报,(3):210 ~222.
- 李素梅,庞雄奇,刘可禹,金之钧. 2006. 东营凹陷原油、储层吸附烃 全扫描荧光特征与应用. 地质学报,80(3):439~445.
- 刘惠民,张守鹏,王朴,王伟庆,朱日房,刘洪营.2012. 沾化凹陷罗 家地区沙三段下亚段页岩岩石学特征. 油气地质与采收率,19 (6):11~15.
- 李钜源. 2013. 东营凹陷泥页岩矿物组成及脆度分析. 沉积学报,31 (4):616~620.
- 聂海宽,唐玄,边瑞康. 2009.页岩气成藏控制因素及中国南方页岩 气发育有利区预测.石油学报,30(4):484~491.
- 聂海宽,张金川. 2011.页岩气储层类型和特征研究——以四川盆 地及其周缘下古生界为例.石油实验地质,33(3):219~232.
- 宋叙,王思波,曹涛涛,宋之光. 2013. 扬子地台寒武系泥页岩甲烷 吸附特征. 地质学报,87(7):1041~1048.
- 孙超,姚素平,李晋宁,刘标. 2016. 东营凹陷页岩油储层特征. 地质 论评,62(6):1497~1510.
- 吴富强,鲜学福,李后蜀. 2003. 胜利油区渤南洼陷沙四上亚段深部 储层形成机理. 石油学报,24(1):44~48.
- 吴智平,李伟,任拥军,林畅松. 2003. 济阳坳陷中生代盆地演化及 其新生代盆地叠合关系探讨. 地质学报,77(2):280~286.
- 王永诗,李政,巩建强,朱家俊,郝运轻,郝雪峰,王勇. 2013. 济阳坳 陷页岩油气评价方法——以沾化凹陷罗家地区为例. 石油学 报,34(1):83~91.
- 王永诗,王伟庆,郝运轻. 2013. 济阳坳陷沾化凹陷罗家地区古近系 沙河街组页岩储集特征分析. 古地理学报,15(5):657~662.
- 王民,石蕾,王文广,黄爱华,陈国辉,田善思. 2014. 中美页岩油、致 密油发育的地球化学特征对比. 岩性油气藏,26(3):67~73.
- 薛莲花,杨巍,仲佳爱,徐勇,陈国俊. 2015. 富有机质页岩生烃阶段 孔隙演化——来自鄂尔多斯延长组地质条件约束下的热模拟 实验证据. 地质学报,89(5):970~978.
- 严继民,张启元,高敬琮. 1986. 吸附与凝聚:固体的表面与孔(第二版). 科学出版社.
- 杨博,蔡忠贤,赵文光.2009.不同粘土矿物对干酪根生烃的催化作用.重庆科技学院学报(自然科学版),11(1):68~72.

- 杨峰,宁正福,胡昌蓬,王波,彭凯,刘慧卿. 2013. 页岩储层微观孔 隙结构特征. 石油学报,34(2):301~311.
- 袁静,张善文,乔俊,陈鑫. 2007. 东营凹陷深层溶蚀孔隙的多重介 质成因机理和动力机制. 沉积学报,25(6):840~846.
- 袁静,袁凌荣,杨学君,李春堂. 2012. 济阳坳陷古近系深部储层成 岩演化模式. 沉积学报,30(2):231~239.
- 岳伏生,张景廉,杜乐天. 2003. 济阳坳陷深部热液活动与成岩成 矿. 石油勘探与开发,30(4):29~31.
- 张金川,林腊梅,李玉喜,唐玄,朱亮亮,邢雅文,荆铁亚,杨升宇. 2012.页岩油分类与评价.地学前缘,19(5):322~331.
- 张林晔,李政,李钜源,朱日房,孙锡年.2012.东营凹陷古近系泥页 岩中存在可供开采的油气资源.天然气地球科学,23(1):1 ~13.
- 张林晔,包友书,李钜源,李政,朱日房,张金功. 2014. 湖相页岩油 可动性——以渤海湾盆地济阳坳陷东营凹陷为例. 石油勘探与 开发,41(6):641~649.
- 张林晔,李钜源,李政,朱日房,张守春,刘庆,张金功,陈中红. 2015. 湖相页岩有机储集空间发育特点与成因机制.地球科学——中 国地质大学学报,40(11):1824~1833.
- 张顺,陈世悦,鄢继华,谭明友,张云银,龚文磊,王光增. 2015. 东营 凹陷西部沙三下亚段一沙四上亚段泥页岩岩相及储层特征. 天 然气地球科学,26(2):320~332.
- 张廷山,杨洋,龚其森,梁兴,魏祥峰. 2014. 四川盆地南部早古生代 海相页岩微观孔隙特征及发育控制因素. 地质学报,88(9):

 $1728 \sim 1740.$

- 张晓波,司庆红,左兆喜,张超,周帅. 2016. 陆相煤系页岩气储层孔 隙特征及其主控因素. 地质学报,90(10):2930~2938.
- 周自立,吕正谋.1990.山东胜利油区第三系碎屑岩埋藏成岩地温 计与储层分带特征.石油与天然气地质,11(2),119~126.
- 朱光有,金强,张水昌,戴金星,张林晔,李剑. 2004. 东营凹陷沙河 街组湖相烃源岩的组合特征. 地质学报,78(3),416~427.
- 朱筱敏,王英国,钟大康,张琴,张枝换,张善文,吕希学. 2007. 济阳 坳陷古近系储层孔隙类型与次生孔隙成因. 地质学报,81(2): 197~204.
- 邹才能,张光亚,陶士振,胡素云,李小地,李建忠,董大忠,朱如凯, 袁选俊,侯连华,瞿辉,赵霞,贾进华,高晓辉,郭秋麟,王岚,李 新景. 2010. 全球油气勘探领域地质特征、重大发现及非常规 石油地质. 石油勘探与开发,37(2):129~145.
- 邹才能,朱如凯,白斌,杨智,吴松涛,苏玲,董大忠,李新景. 2011. 中国油气储层中纳米孔首次发现及其科学价值. 岩石学报,27 (6):1857~1864.
- 邹才能,杨智,崔景伟,朱如凯,侯连华,陶士振,袁选俊,吴松涛,林 森虎,王岚,白斌,姚泾利. 2013.页岩油形成机制、地质特征及 发展对策.石油勘探与开发,40(1):14~26.
- 邹才能,杨智,朱如凯,张国生,侯连华,吴松涛,陶士振,袁选俊,董 大忠,王玉满,王岚,黄金亮,王淑芳. 2015. 中国非常规油气勘 探开发与理论技术进展. 地质学报,89(6):979~1007.

Micro-pore Characteristics of Shale Oil Reservoirs of the Shahejie Formation in the Dongying Sag, Bohai Bay Basin

LIU Yi¹⁾, LU Zhengyuan¹⁾, FENG Mingshi¹⁾, WANG Jun²⁾, TIAN Tonghui²⁾, CHAO Jing²⁾

1) State Key Lab. of Oil and Gas Reservoir Geology and Exploitation, CDUT, Chengdu, 610059;

2) Exploration and Development Research Institute of Shengli Oilfield, SINOPEC, Dongying, 257015

Abstract

Micro-pore type, pore distribution and structure characteristics of shale oil reservoirs of Shahejie Formation in the Dongying Sag, Bohai Bay Basin, were studied using a field-emission environmental scanning electron microscope, low-temperature nitrogen adsorption experiment and high-resolution quantitative analysis backscattered electron image. The results indicate that the matrix pores of the Shahejie Formation shale oil reservoir contain five types: inter-particle pores, intra-particle pores, intercrystal pores, dissolved pores and intra-crystal pores. Favorable reservoir spaces for shale oil reservoirs have porosity with diameter ranging from 100 to 3000 nm, and are dominated by inter-particle pores, intraparticle pores and dissolved pores. The pore shapes of mudstone and limestone contain thin neck bottle (inkwell) and parallel plate; dolomite has parallel-plate pore shape with the best connectivity. Dolomite has a high Quantitative Plane Porosity (QPP) and therefore has well-developed pore system, followed by mudstone, with limestone of low QPP. Main factors affecting micro-pore features include mineral compositions and contents, hydrocarbon discharge and hydrothermal process, among which clay mineral and clay-size particles are conductive to micro-pore development, while cementation and recrystallization of calcite are against pore development. Organic acid with hydrocarbon discharge and hydrothermal process is conductive to development of secondary pores.

Key words: shale oil reservoir; micro-pore types; pore characteristics; Dongying Sag; Shahejie Formation